

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN CRISTOBAL DE HUAMANGA**  
**FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA YMETALURGIA**  
**ESCUELA DE FORMACION PROFESIONAL DE INGENIERIA QUIMICA**



**INFORME DE TRABAJO PROFESIONAL**

**“ANÁLISIS QUÍMICO DE MINERALES EN LABORATORIO  
DE LA CÍA. MINERA HUARON S.A.C”**

**PARA OPTAR TITULO DE INGENIERO QUIMICO**

**PRESENTADO POR: BACHILLER IRCIO ANGEL ROMERO LA ROSA**

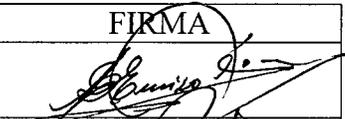
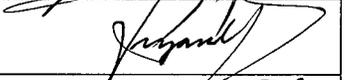
**AYACUCHO – PERU**

**2015**

Tesis  
A 481  
Rom

## ACTA DE CONFORMIDAD

Los que suscribimos, miembros de Jurado Designado para el Acto Público de Exposición de Trabajo Profesional cuyo Título es "EXPERIENCIA LABORAL EN LABORATORIO DE ANALISIS DE MINERALES EN LA COMPAÑÍA MINERA HUARON S.A.C". Presentado por el Bachiller en Ciencias de la Ingeniería Química Ircio Ángel ROMERO LA ROSA, el cual fue expuesto el día 15 de mayo 2015, en mérito a la RD N° 021-2015-FIQM-D, damos nuestra conformidad al trabajo profesional mencionado y declaramos al recurrente apto para que pueda iniciar las gestiones administrativas conducentes al expedición y entrega de título profesional de Ingeniero Químico.

MIEMBROS DE JURADO	DNI	FIRMA
Ing° Bernardo ENCISO LOPEZ	28 206870	
Ing° Pedro INGA ZARATE	28263568	
Ing° Aníbal Pablo GARCIA BENDEZÚ	19831529	

Ayacucho de junio de 2015

## DEDICATORIA

A mis amados padres Narciso y Elena  
por su apoyo incondicional  
en mi formación profesional.

A mi esposa Maruja e hija Raquel con cariño  
dedico el presente trabajo de sustento de  
experiencia laboral.

## **AGRADECIMIENTO**

Mis sinceros agradecimientos a mi casa Mater y a los Profesores de la Escuela de Formación Profesional de Ingeniería Química por sus sabias enseñanzas durante la permanencia de mis estudios universitarios, los cuales han hecho que sea un profesional al servicio de mi patria.

# INDICE

Dedicatoria.	
Agradecimiento.	
	Pág.
<b>CAPITULO I.-</b>	
<b>ASPECTOS GENERALES DE LA EMPRESA .....</b>	<b>0</b>
1.1.- Objetivo General y Especifico.....	0
1.1.- Ubicación y acceso.....	0
1.2.- Mapa de ubicación.....	1
1.3.- Clima y vegetación.....	3
1.4.- Topografía.....	3
1.5.- Antecedentes.....	3
<b>CAPITULO II.-</b>	
<b>FUNDAMENTO TEORICO.....</b>	<b>5</b>
2.1.1.- Antecedentes de la Espectroscopia Atómica.....	5
2.1.2.- Espectroscopia Molecular.....	7
2.1.3.- Espectroscopia de Átomica .....	8
<b>ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATOMICA EN FLAMA .....</b>	<b>9</b>
Componentes de un Espectrofotómetro de absorción Atómica.....	10
Lámpara de cátodo Hueco.....	14
Lámparas Individuales y de multielementos.....	16
Lámpara de descarga sin electrodos.....	17
Quemador.....	22
Tipos de Quemadores.....	25
<b>CAPITULO III.-</b>	
<b>DESCRIPCIÓN EXPERIMENTAL.....</b>	<b>34</b>
<b>3.1.-ANÁLISIS CUANTITATIVO.....</b>	<b>34</b>
3.1.1.-Validación del Método.....	34
3.1.2.- Conceptos Fundamentales.....	35
3.1.3.- Documentos de Referencia.....	36
3.2.-Laboratorio Químico Huarón.....	36
3.3.-Planificación de Procesos Analíticos.....	40
<b>MUESTRAS DE REFERENCIA CERTIFICADOS PARA LA CURVA DE CALIBRACIÓN.....</b>	<b>54</b>
<b>RESULTADOS .....</b>	<b>57</b>
<b>RESULTADOS PARA EL ELEMENTO COBRE.....</b>	<b>60</b>
<b>LIMITES DE DETECCION Y LIMITACIÓN DE CUANTIFICACIÓN.....</b>	<b>61</b>
<b>RANGO DINAMICO.....</b>	<b>62</b>
<b>SENSIBILIDAD.....</b>	<b>62</b>
<b>EVALUACIÓN DEL MATERIAL DE REFERENCIA INTERNO Y CALCULO DE PARAMETROS DE VALIDACIÓN.....</b>	<b>63</b>
<b>CAPITULO IV</b>	
<b>EXPERIENCIA PROFESIONAL Y APORTES.....</b>	<b>69</b>
<b>CONCLUSIONES.....</b>	<b>76</b>
<b>RECOMENDACIONES.....</b>	<b>77</b>
<b>REFERENCIA BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>78</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>79</b>

# CAPITULO I

## ASPECTOS GENERALES

### 1.1 OBJETIVO GENERAL

El objetivo del presente Informe de Trabajo profesional es establecer el protocolo/metodología de análisis cuantitativo de plomo, zinc, cobre y plata por espectrofotómetro de Absorción Atómica de flama aire acetileno a partir de normas-estandarizadas en la Compañía Minera Huaron S. A. C., Cerro de Pasco – 2013.

### 1.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Seleccionar los parámetros de Validación del método de análisis por Espectrofotómetro de Absorción Atómica.
- Determinar los parámetros de metodología de análisis de Espectrofotómetro de Absorción Atómica, propuesto.
- Evaluar/comparar los parámetros del método Espectrofotómetro de Absorción Atómica, actual con los parámetros del método de análisis propuesto.

### 1.3 UBICACIÓN Y ACCESO.

El yacimiento minero de Huaron se encuentra ubicado en el Distrito de Huayllay, Provincia de Pasco, Departamento de Pasco, en un área aproximada de 15 Km<sup>2</sup>, en el flanco oriental de la cordillera occidental de los

Andes. Huaron, se ubica geográficamente en las siguientes coordenadas (ver Figuras 1.1 y 1.2):

Longitud 76° 25' 30" Oeste

Latitud 11° 00' 45" Sur

A una altitud comprendido entre 4,200 a 4,800 m.s.n.m

Existen esencialmente dos vías de acceso carrozables y una vía férrea a saber:

- Lima - La Oroya - Unish - Huaron

Es la carretera más conservada y utilizada, por constituir en gran parte la carretera central (Lima – Unish)

- Lima – Canta – Huaron

Asfaltada solo en el tramo: Lima Santa Rosa de Quives en 75 km. Y afirmada 146 km, es poco utilizada por su poca conservación.

- Vía férrea: Lima – La Oroya – Shelby. De donde se empalma por carretera afirmada hasta Huaron.

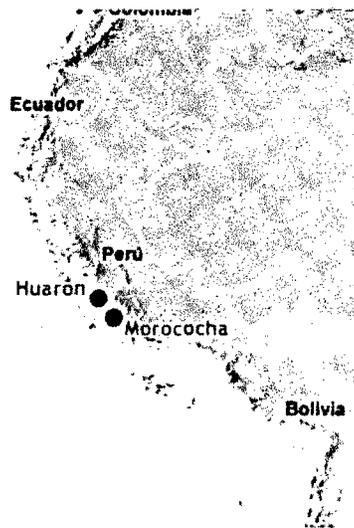


Figura 1.1 Ubicación de la unidad Minera Huaron.

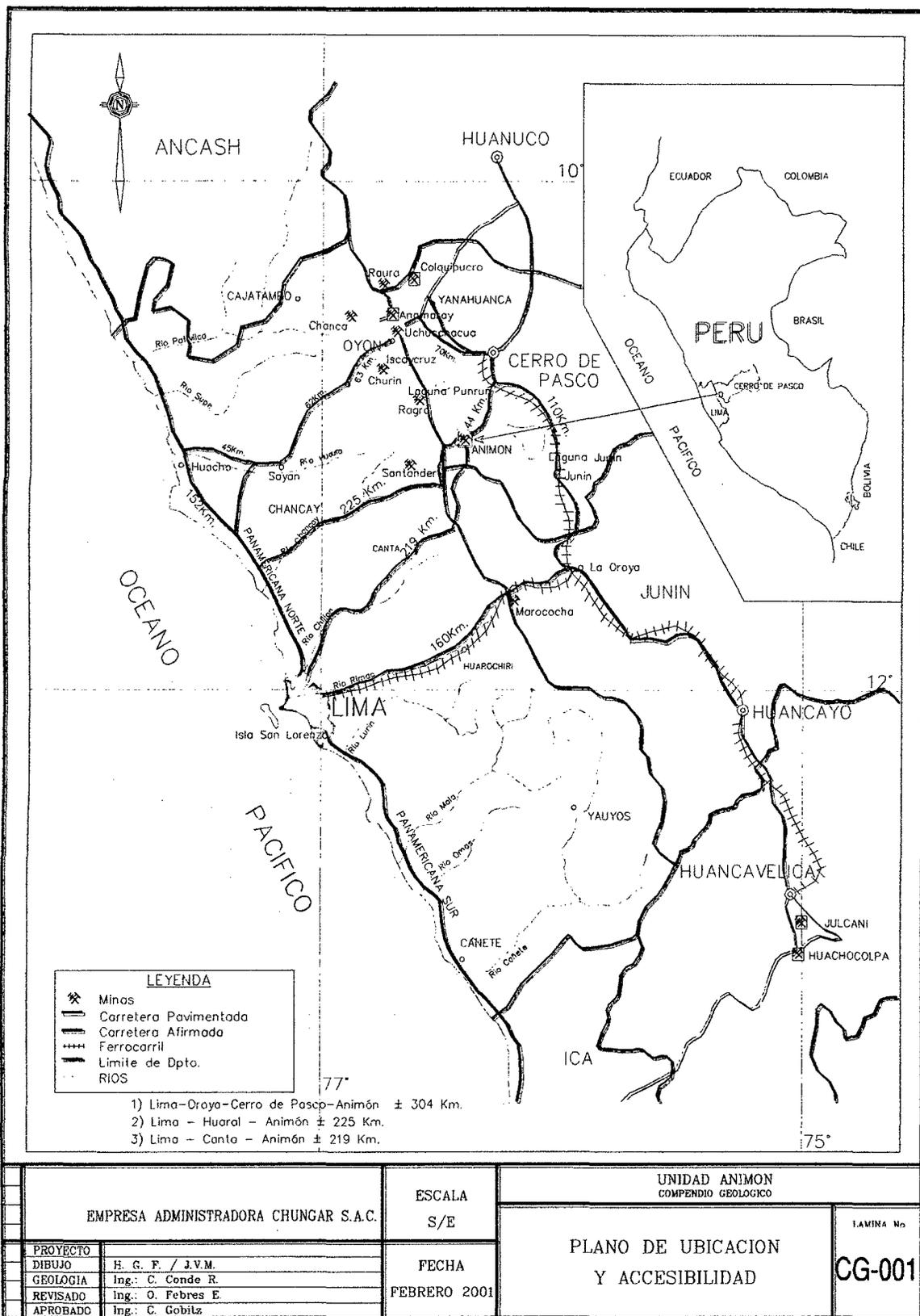


Figura 1.2 Plano de ubicación y accesibilidad.

#### **1.4 CLIMA Y VEGETACIÓN.**

El clima es seco, frígido o tundra durante los meses de abril a noviembre, con lluvias torrenciales y nieve en los meses de diciembre a marzo, con una temperatura promedio de 5°C. a -5°C, falta de vegetación arbórea, suelo cubierto de pastos naturales, musgos y líquenes.

#### **1.5 TOPOGRAFÍA.**

Cuenta con una topografía marcadamente accidentada por su ubicación en el flanco oriental de la cordilla occidental de los Andes, donde nos muestra antiguos valles en forma de artesa en "U", como consecuencia de la acción glaciaria, dejando permanentes lagunas escalonadas intercomunicadas por un drenaje natural. En las partes bajas como Huayllay, San José y La Calera, los rasgos glaciares se manifiestan por la presencia de morrenas, los cuales están constituidos por detritus de diferente litología (areniscas, lodolitas, margas, cuarcitas, etc.) que muestran las estrías, características del arrastre morrénico; su altitud varía desde los 4200 a 4800 m.s.n.m., proporcionando una ventaja respecto a los accesos y ubicación de la estructura mineralizada; característica topográfica por su sistema orogénico andino y por los efectos de los plegamientos geológicos.

#### **1.6 ANTECEDENTES.**

El departamento de Pasco era originalmente parte del departamento de Junín; fueron divididos después del año de 1919 en la configuración actual. El área de Huarón era conocida inicialmente como el distrito de Huancavelica del departamento de Junín (Moliner y Singewald, 1919). Esto condujo a la

confusión en cuanto a localizaciones exactas del mineral. La mina fue referida como la mina de San José en los años 20 y ahora se considera estar en el distrito de San José de Huayllay. La mina Huaron inició sus operaciones en 1912 por una subsidiaria de la compañía francesa French Penarroya hasta 1987, año en que Mauricio Hochschild y Compañía la adquirió.

La Unidad Huaron se dedica a la extracción y producción de concentrados de plata, plomo, zinc y cobre. Esta Unidad fue paralizada debido al colapso de la Laguna Naticocha, originado en la mina Chungar, vecina de Huaron, ocurrido el 23 de abril de 1998, que inundó Huaron por la comunicación de las labores mineras.

En Marzo del 2000, Pan American Silver Corp. adquirió los derechos mineros de la Unidad Huaron, hoy Pan American Silver SA. – Unidad Económica Administrativa Huaron.

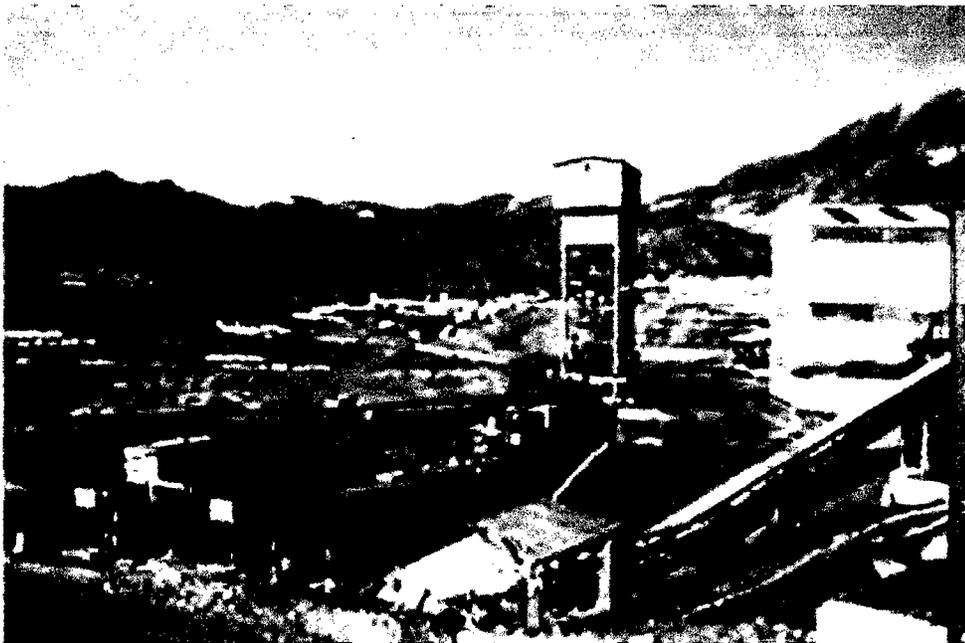


Figura 1.3 Vista panorámica de planta concentradora de la unidad minera Huaron.

## **CAPÍTULO II**

# **FUNDAMENTO TEÓRICO**

### **2.1. ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA**

#### **2.1.1 ANTECEDENTES DE LA ESPECTROSCOPIA ATÓMICA**

El término espectroscopia significa la observación y el estudio del espectro, o registro que se tiene de una especie tal como una molécula, un ion o un átomo, cuando estas especies son excitadas por alguna fuente de energía que sea apropiada para el caso.

Uno de los pioneros en la espectroscopia fue Isaac Newton, quien a principios de 1600 observó y estudió el comportamiento de la luz solar cuando esta atraviesa por un prisma. En 1831, J.F. Herschel demostró, que las sales de diferentes metales producen distintas coloraciones a la flama cuando las sales disueltas o en forma directa son puestas en contacto con ésta. Así por ejemplo la sales de calcio dan a la flama un color naranja, las de sodio un color amarillo, las de potasio un color violeta, las de cobre un verde azulado, las de estroncio un color verde amarillo, etc. Estas observaciones fueron corroboradas posteriormente por otros investigadores sugiriendo que de esta forma podría identificarse el metal formador de la sal en un compuesto químico específico.

Kirchoff y Bunsen en 1859 ampliaron el conocimiento de la naturaleza de este fenómeno, cuando la luz colorida producida por el metal en la flama la hicieron incidir en un depósito óptico que separa la radiación emitida por el metal, de la luz solar. En éste instrumento que fue llamado espectroscopio (espectroscopio = observación del espectro) se observa que cada metal que emite radiación de diferente color, presenta líneas que aparecen en diferentes posiciones en la pantalla o campo de observación, y esto es independientemente de las condiciones en que se realiza el experimento así como de la naturaleza de la sal metálica y únicamente depende del metal. Adicionalmente, la intensidad de la línea está directamente relacionada a la concentración del elemento en solución.

De esta manera se tiene una forma inequívoca de identificar el elemento (Por la posición de sus líneas), así como una manera de identificar éste (por la intensidad de las líneas producidas).

A principios del siglo XX no se conocían todos los elementos de la tabla periódica y frecuentemente se incurría en errores, al dar por descubiertos elementos nuevos cuando en realidad eran elementos ya conocidos.

Gracias al desarrollo de la espectroscopia cuando se daba la noticia de haber encontrado algún elemento nuevo, se observaba su espectro. Si este ya coincidía con los elementos ya conocidos se descartaba la novedad del elemento, si por el contrario no coincidía con ninguno de los espectros de elementos ya conocidos la

prueba era inobjetable y se consideraba uno más de la lista de elementos químicos.

Aunque las aplicaciones de la espectroscopia en el análisis cualitativo fueron casi inmediatas, su utilidad en el aspecto cuantitativo tuvo que esperar muchos años, ya que el desarrollo científico y tecnológico de ese momento era insuficiente.

A pesar de que como se ha mencionado antes, el potencial de la espectroscopia en el análisis cuantitativo era conocido desde fines del siglo pasado, su desarrollo y amplia aplicación en el análisis químico es tan reciente que apenas en 1952 tuvo desarrollo el primer equipo comercial de espectroscopia de absorción atómica para la cuantificación de metales.

Esta lentitud en la adaptación de técnicas espectroscópicas al análisis químico cuantitativo ha sido compensada por el alto grado de desarrollo que ha alcanzado en los últimos años. (Welz, 1983)

### **2.1.2 ESPECTROSCOPIA MOLECULAR**

A diferencia de la espectroscopia atómica, la espectroscopia molecular tuvo un desarrollo más temprano ya que se requería de un instrumental menos sofisticado.

Bouger, Lambert y Beer encontraron las relaciones cuantitativas entre espesor de celda y concentración de la especie absorbente para una solución que absorbe radiación Visible.

Inicialmente las técnicas estuvieron limitadas a la región visible del espectro electromagnético, por lo que ha esta técnica espectroscópica

se le llamó Colorimetría, ya que la intensidad de color está directamente relacionada a la concentración de la especie absorbente. Posteriormente tuvo desarrollo la espectroscopia Ultravioleta, Infrarrojo, Raman, de Rayos X, Fluorescencia, etc.

Hoy en día prácticamente no existe ningún laboratorio o proceso industrial que prescindiera de las técnicas espectroscópicas. Estas técnicas pueden ser sencillos análisis colorimétricos o por el contrario, los más sofisticados equipos de computación están acoplados a estos equipos instrumentales para tener análisis más precisos y con menos límites de detección.

Las aplicaciones de la espectroscopia son innumerables. En Química Clínica, en Control de Calidad en los procesos industriales, en Análisis de Aguas Residuales y Potables, en Análisis de Tierras, en Análisis de Fertilizantes, en Medicina Forense, en Metalurgia, en Farmacia, en control de procesos industriales y en muchas otras áreas de la Ciencia y la Tecnología. (Van Loon, 2002)

### **2.1.3 ESPECTROSCOPIA ATÓMICA**

La Espectroscopia atómica se puede clasificar en tres clases:

- a) Espectroscopia de Emisión Atómica (EEA)
- b) Espectroscopia de Absorción Atómica (EAA)
- c) Espectroscopia de Fluorescencia Atómica (EFA)

#### **ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN**

La espectroscopia de emisión en átomos se basa en medir la

intensidad de una línea de emisión específica del elemento que se desea determinar. Cuanto mayor sea la intensidad de ésta línea mayor es su concentración.

En los instrumentos de EEA, la flama atomiza y excita los componentes de la muestras. Estos emiten radiación electromagnética de diferentes longitudes de onda que son separadas en el monocromador y la línea de interés llega al detector, al amplificador y finalmente al sistema de lectura .

Las relativamente bajas temperaturas de la flama, limitan la aplicación práctica de la EEA en flama a los elementos más fáciles de excitar, o en bajos potenciales de ionización, como son los elementos alcalinos (Li, Na, K, Rb, Cs) y los alcalinotérreos (Ca, Mg, Sr, etc.).

### **ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN FLAMA**

La espectroscopia de absorción atómica (EAA), tiene como fundamento la absorción de radiación de una longitud de onda determinada. Esta radiación es absorbida selectivamente por átomos que tengan niveles energéticos cuya diferencia en energía corresponda en valor a la energía de los fotones incidentes. La cantidad de fotones absorbidos, está determinada por la ley de Beer, que relaciona ésta pérdida de poder radiante, con la concentración de la especie absorbente y con el espesor de la celda o recipiente que contiene los átomos absorbedores.

Los componentes instrumentales de un equipo de espectrofotometría de absorción atómica son los similares a los de un fotómetro o espectrofotómetro de flama, excepto que en EAA se

requiere de una fuente de radiación necesaria para excitar los átomos del analito. Estos componentes se representan en la figura 1. (Welz, 1983)

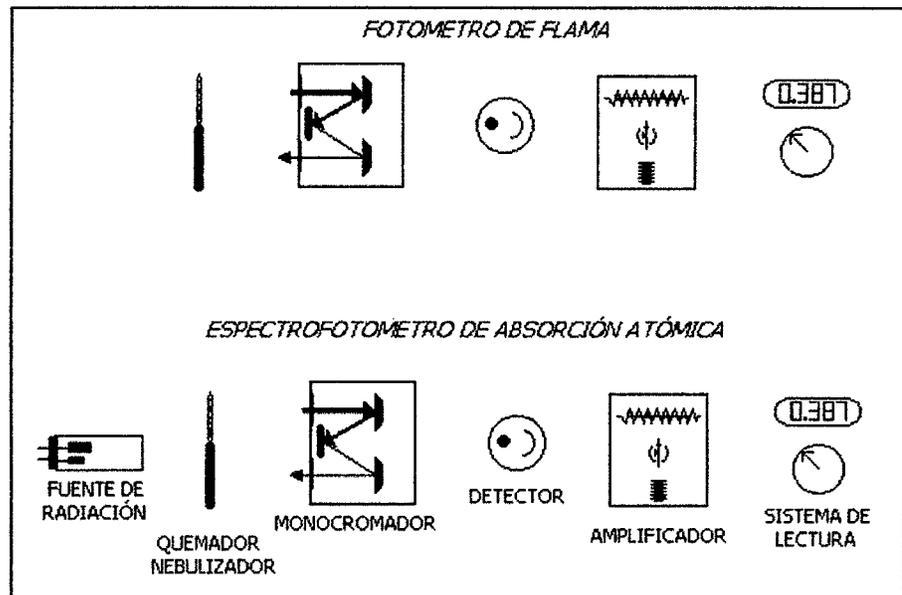


Figura 2.1: Componentes de un fotómetro de emisión de flama y de un espectrofotómetro de absorción atómica. Fuente: Welz, 1983

### COMPONENTES DE UN ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1. Una fuente de radiación que emita una línea específica correspondiente a la necesaria para efectuar una transición en los átomos del elemento analizado.
2. Un nebulizador, que por aspiración de la muestra líquida, forme pequeñas gotas para una atomización más eficiente.
3. Un Quemador, en el cual por efecto de la temperatura

alcanzada en la combustión y por la reacción de combustión misma, se favorezca la formación de átomos a partir de los componentes en solución.

4. Un sistema óptico que separe la radiación de longitud de onda de interés, de todas las demás radiaciones que entran a dicho sistema.

5. Un detector o transductor, que sea capaz de transformar, en relación proporcional, las señales de intensidad de radiación electromagnética, en señales eléctricas o de intensidad de corriente.

6. Un amplificador o sistema electrónico, que como su nombre lo indica amplifica la señal eléctrica producida, para que en el siguiente paso pueda ser procesada con circuitos y sistemas electrónicos comunes.

7. Por último, se requiere de un sistema de lectura en el cual la señal de intensidad de corriente, sea convertida a una señal que el operario pueda interpretar (ejemplo: transmitancia o absorbancia). Este sistema de lectura, puede ser una escala de aguja, una escala de dígitos, un graficador, una serie de datos que pueden ser procesados a su vez por una computadora, etc.

La EAA en flama es a la fecha la técnica más ampliamente utilizada (aunque cada vez más competida por la EEP) para determinar elementos metálicos y metaloides. Esta técnica tienen grandes convenientes y es de costo relativamente bajo, pudiéndose aplicar tal técnica a una gran variedad de muestras.

## **DESCRIPCIÓN DE LA TÉCNICA DE EAA**

La técnica de absorción atómica en flama en una forma concisa consta de lo siguiente: la muestra en forma líquida es aspirada a través de un tubo capilar y conducida a un nebulizador donde ésta se desintegra y forma un rocío o pequeñas gotas de líquido.

Las gotas formadas son conducidas a una flama, donde se produce una serie de eventos que originan la formación de átomos. Estos átomos absorben cualitativamente la radiación emitida por la lámpara y la cantidad de radiación absorbida está en función de su concentración.

La señal de la lámpara una vez que pasa por la flama llega a un monocromador, que tiene como finalidad el discriminar todas las señales que acompañan la línea de interés. Esta señal de radiación electromagnética llega a un detector o transductor y pasa a un amplificador y por último a un sistema de lectura. (Slavin, 2000)

## **FUENTES DE RADIACIÓN**

Una vez que han sido formados los átomos, la flama tiene la misma función que una celda en espectroscopia visible o ultravioleta. Los átomos de la flama absorben radiación de acuerdo a la Ley de Beer si esta corresponde a la diferencia en energía entre los niveles energéticos de algunos de los átomos presentes, de lo contrario, la radiación pasa por la flama sin disminuir la potencia de haz como efecto de los átomos contenidos en ella.

## **NIVELES CUÁNTICOS EN ÁTOMOS**

Como ya ha sido mencionado con anterioridad, los átomos de los diferentes elementos tienen líneas bien definidas que corresponden a transiciones entre diferentes niveles atómicos.

Estas transiciones tienen anchos espectrales de décimas o hasta centésimas de nanómetro.

Cada elemento va a responder a la excitación de una radiación de longitud de onda muy específica ya que solo este elemento absorbe o emite tal tipo de radiación, porque esta corresponde a la diferencia en energía entre dos niveles particulares de ese átomo.

La idea de Alan Walsh, el creador de la Espectroscopia de Absorción Atómica fue la siguiente: los átomos absorben y emiten radiación de exactamente la misma frecuencia o longitud de onda, ya que absorben radiación al pasar del estado basal a un estado excitado y teóricamente emiten la misma frecuencia de radiación en el proceso inverso; por lo tanto si se tiene una fuente de excitación en donde el elemento excitado es el mismo que se va a analizar, la radiación emitida va a ser captada únicamente por el elemento que es idéntico al de la fuente luminosa. Por ejemplo: si se desea cuantificar Zn en una flama, se hace irradiar ésta con radiación emitida por átomos de Zn; ésta va a ser absorbida únicamente por los átomos de Zn que se encuentran en la flama y no por los átomos de cobre, cadmio, o níquel o algún otro elemento presente, ya que la radiación que pasa por la flama corresponde únicamente a los niveles energéticos del Zn. (Slavin, 2000)

## LÁMPARA DE CÁTODO HUECO

Este tipo de fuente de radiación es de las ampliamente difundidas en la EAA. Las lámpara de cátodo hueco (LCH o HCL Hollow Cathode Lamp) consisten de un cilindro de vidrio sellado al vacío y con un gas inerte en su interior. Dentro de este mismo cilindro se encuentran dos filamentos; uno de ellos es el cátodo y el otro el ánodo. El ánodo generalmente es un alambre grueso hecho de níquel o tungsteno, el cátodo es en forma de un cilindro hueco, en el interior del cual se encuentra depositado en forma de una capa el elemento metálico que se va a excitar. También regularmente y cuando esto es posible el cátodo está enteramente hecho del metal a analizar. (Figura 2.2).

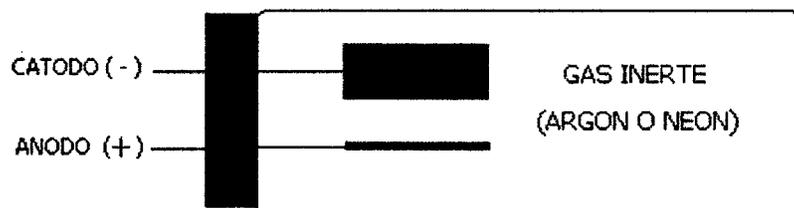


Figura 2.2: Lámpara de cátodo hueco. Fuente: Van Lon (2002)

El cátodo es la terminal negativa y el ánodo es la positiva, cuando se aplica una diferencia de potencial entre las dos terminales ocurre una serie de eventos que se muestra en la Figura 2.3:

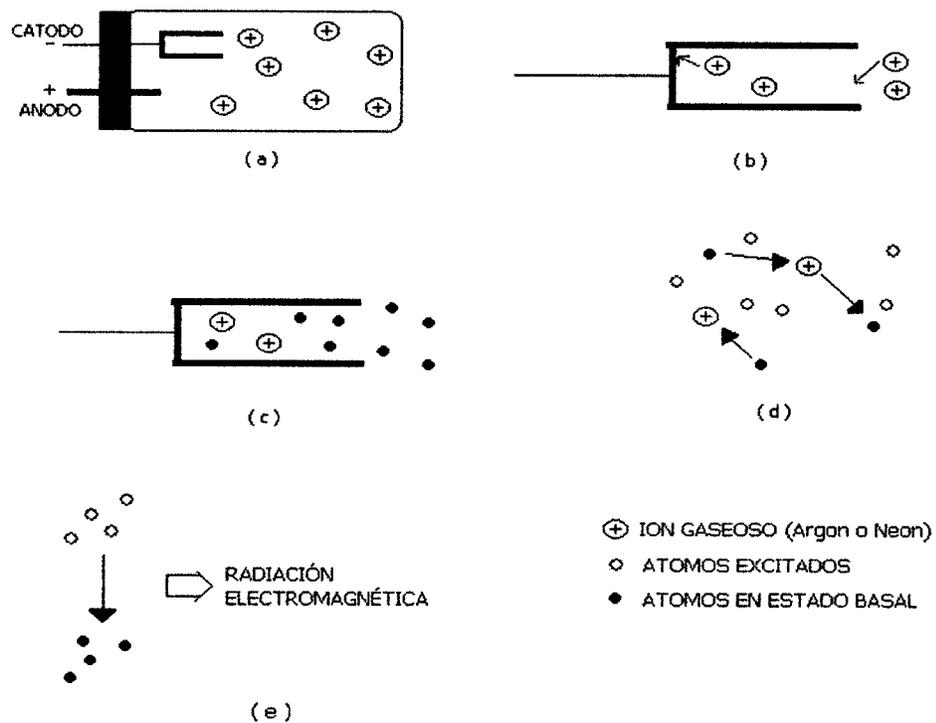


Figura 2.3: Eventos en una lámpara de cátodo hueco, Van Lon (2002).

1. Por efecto del voltaje aplicado entre los dos electrodos ocurre una descarga eléctrica. Si el cátodo consiste de dos electrodos paralelos o de un cilindro hueco, bajo circunstancias adecuadas la mayor parte de la descarga ocurre dentro del cátodo.
2. Estas descargas eléctricas aumentan la energía cinética y favorecen la ionización de las moléculas de gas inerte. Estas especies ionizadas requieren carga positiva, por lo cual son atraídas hacia el cátodo.
3. Al chocar los iones de gas inerte ( $\text{Ar}^+$  en este caso) con las paredes del cátodo, son desprendidos átomos del metal de que está el cátodo o depositado sobre la superficie del mismo.
4. Después de desprenderse del cátodo, los átomos producidos son excitados por choques moleculares con los iones y

átomos de argón.

5. Los átomos excitados no pueden permanecer indefinidamente en un estado de energía superior y procede el paso de emisión electromagnética.

A través de esta serie de procesos se obtiene un haz de radiación bien concentrado, ya que casi la totalidad de los eventos ocurren dentro del cátodo de la lámpara. También el resultado final es la obtención de un espectro característico del elemento del que está hecho el cátodo de la lámpara. ((Slavin, 2000).

### **LÁMPARAS INDIVIDUALES Y DE MULTIELEMENTOS**

En el caso de las lámparas de cátodo hueco, es posible tener lámparas individuales de multielementos. Cuando existe la seguridad de que no hay interferencias espectrales interelementos y cuando las propiedades metalúrgicas son adecuadas para hacer la aleación necesaria se pueden construir cátodos con más de un elemento metálico. De esta forma una lámpara puede servir para determinar uno, dos, tres o hasta seis elementos. El costo de una lámpara de multielementos, es menor a la suma del costo de cada una de las diferentes lámparas individuales, desafortunadamente este tipo de lámparas tienen grandes inconvenientes, entre ellos principalmente el que el haz de radiación producido no tiene la intensidad ni la pureza espectral que proporciona una lámpara individual.

Otra gran desventaja que tienen, es que aún y cuando se emplee la lámpara para determinar un solo elemento, los elementos concomitantes también se están gastando sin obtener provecho de ellos.

Para elegir entre una lámpara de cátodo hueco individual y una de multielementos deben considerarse factores como: frecuencia de uso, grado de exactitud requerida en los resultados, presupuesto de laboratorio, etc.

### **LÁMPARA DE DESCARGA SIN ELECTRODOS**

Las fuentes de radiación de este tipo tienen la misma finalidad que las lámparas de cátodo hueco, solo que la forma de excitación de los átomos emisores de radiación es diferente.

La lámpara de descarga sin electrodos se construyen colocando una pequeña cantidad de una sal del elemento metálico (generalmente un yoduro), o el elemento metálico mismo si así es más conveniente, en un recipiente de cuarzo, el cual previamente se ha sometido al vacío antes de sellarse. Posteriormente, esta ampollita de cuarzo se coloca dentro de un cilindro de cerámica el cual está acoplado a un generador de radiofrecuencia.

Cuando la lámpara se enciende se forma un campo de microondas el cual causa la volatilización y la excitación de algunos átomos del elemento depositado en la cápsula de cuarzo de la lámpara y así se forma el haz de radiación del elemento específico a determinar.

La Figura 2.4 es esquemática de una lámpara de este tipo.

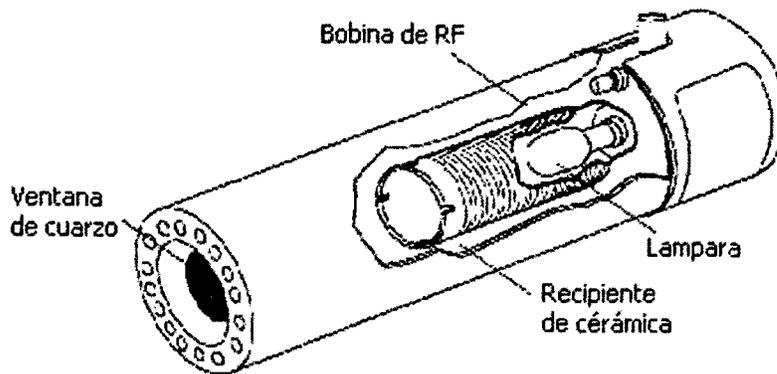


Figura 2.4: Lámpara de descarga sin electrodos. Fuente: (Slavin, 2000)

### **DIFERENCIA ENTRE LÁMPARAS DE CÁTODO HUECO Y LÁMPARAS DE DESCARGA SIN ELECTRODOS**

Las lámparas de cátodo hueco fueron las primeras empleadas y en la actualidad son las más ampliamente utilizadas. Se pueden construir lámparas de éste tipo para prácticamente todos los elementos determinables por EAA y la mayoría de ellos están disponibles en lámparas individuales o multielementos, lo cual da cierta elasticidad en su uso. Y las de descarga sin electrodos solo son fabricadas para elementos individuales.

Las lámparas de descarga sin electrodos requieren de una fuente de poder para producir la radiofrecuencia. Este equipo adicional y el mayor costo de las lámparas es una de las grandes desventajas de esta fuente de radiación. Como contraparte se tienen las grandes ventajas de una mayor durabilidad, así como una señal más intensa y más estable en este tipo de lámparas. Comercialmente están disponibles solo para algunos elementos como: As, Bi, Cd, Cs, Ge, Hg, K, P, Pb, Rb, Sb, Se, Sn, Tl y Zn.

Aunque también hay disponibles lámparas de cátodo hueco para estos elementos, las de descarga sin electrodos son muy superiores en todos los aspectos espectroscópicos. Obsérvese que los elementos de la lámpara de cátodo hueco disponibles corresponden a elementos de alta volatilidad, lo que es necesario, ya que la radiofrecuencia solo puede evaporar elementos de bajos puntos de ebullición, lo cual también desde luego es una limitante.

Es necesario hacer notar que los dos tipos de lámparas son susceptibles de “fundirse” si el voltaje con que se opera la lámpara es mucho mayor al recomendado. También la vida de las lámparas es de amperes-hora, por lo que después de un cierto tiempo esta se desgasta y su intensidad llega a un valor en el cual ya no es posible su uso con resultados confiables.

En las lámparas de cátodo hueco se recomienda emplear un valor ligeramente menor a la corriente de operación indicada; a medida que se desgasta la lámpara con el uso y el tiempo, se incrementa esta corriente hasta llegar a la corriente de operación máxima, después de lo cual se debe tener atención en las cualidades de la lámpara para reponerla en caso necesario. (Welz, 1983).

## **NEBULIZADOR**

Cuando una solución acuosa de sales inorgánicas disueltas es aspirada y dirigida hacia una flama, en esta ocurre una serie de

eventos que conducen a la formación de átomos en la misma.

El quemador de premezclado o de flujo laminar mostrado en la Figura 2.5 tiene la siguiente secuencia de pasos en su operación: inicialmente la muestra líquida (en la cual están disueltos los componentes en forma de iones positivos y negativos) debe ser conducida al quemador. Para esto se hace uso del efecto **Venturi**. Este efecto se crea cuando el oxidante (por ejemplo aire) se introduce a través de un tubo diseñado de manera tal que se genera un vacío lo cual produce la succión de la muestra líquida a través del tubo capilar.

Este mismo efecto Venturi favorece la formación de pequeñas gotas en forma de rocío, cuando la solución se hace impactar sobre un cuerpo sólido de diseño y geometría adecuada. El combustible necesario, (generalmente acetileno) se introduce directamente a la cámara del nebulizador por medio de un conducto adicional.

Debido a que el oxidante que se introduce a través del nebulizador para el efecto Venturi no es suficiente para una adecuada combustión, el resto requerido se introduce también a la cámara del nebulizador por medio de un conducto adicional. El resultado es que el quemador lleva finalmente una mezcla oxidante (aire) y combustible (acetileno) que transportan pequeñas gotas de rocío de la muestra aspirada.

Otras de las líneas conectadas a la cámara del nebulizador es el tubo de drenaje. La finalidad de este es desechar las gotas que por su tamaño grande condensan en el deflector de flujo o esfera de

impacto.

La eficiencia y el grado en que la solución aspirada forma pequeñas gotas de rocío es sumamente importante ya que la reproductibilidad y la sensibilidad de esta técnica depende en gran parte de este paso en la operación del nebulizador.

Las pequeñas gotas formadas, son arrastradas por el flujo de gases (oxidante y combustible) que también entran a la cámara de mezclado del nebulizador y que sustentan la reacción de combustión en el quemador. Únicamente las partículas que tienen tamaños menores de 10  $\mu\text{m}$ , lo que representa solo una pequeña fracción del volumen de muestra aspirada llega finalmente al quemador, más del 90% de la solución es desechada a través de un tubo de drenaje en que el nebulizador tiene para este fin. (Welz, 1983).

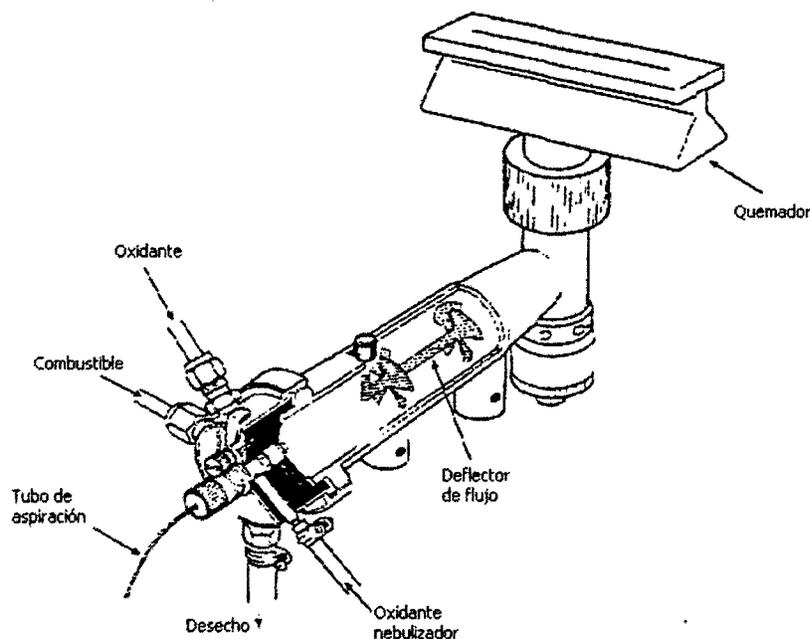


Figura 2.5: Quemador-Nebulizador de premezclado o de flujo laminar.

La intención de esto es evitar que partículas demasiado grandes

alcancen el quemador. Cuando esto ocurre, debido a que el tiempo de residencia de la gota en la parte más caliente de la flama es de únicamente milésimas de segundo, si la gota es demasiado grande, no se alcanzan a formar átomos a partir de esta, y es muy probable que se originen falsas absorbancias y que la flama sea demasiado ruidosa tanto desde el punto de vista audible como electrónico.

## **QUEMADOR**

Con las gotas de solución que alcanzan a llegar al quemador ocurren los siguientes eventos:

1. El solvente es vaporizado y se forman los cristales de las sales metálicas que originalmente se encontraban en solución como iones positivos y negativos. La naturaleza de las sales formadas dependen principalmente de la constante de producto de solubilidad del compuesto que cristaliza.
2. Una vez formadas las sales, estas son descompuestas por efecto de la temperatura.

Y el elemento es reducido al estado metálico sólido.

3. Posteriormente el metal pasa del estado líquido al estado gaseoso y finalmente se tiene en un vapor atómico que es capaz de absorber radiación de longitudes de onda bien definidas.
4. Si la temperatura es lo suficientemente alta y/o el elemento metálico es de bajo potencial de ionización, parte de los átomos del elemento pierden uno o más de sus electrones y se ioniza

parcialmente. Esto no es conveniente ya que la ionización es una interferencia en EEA. Este proceso que se lleva a cabo en la flama está representado en la Figura 2.6.

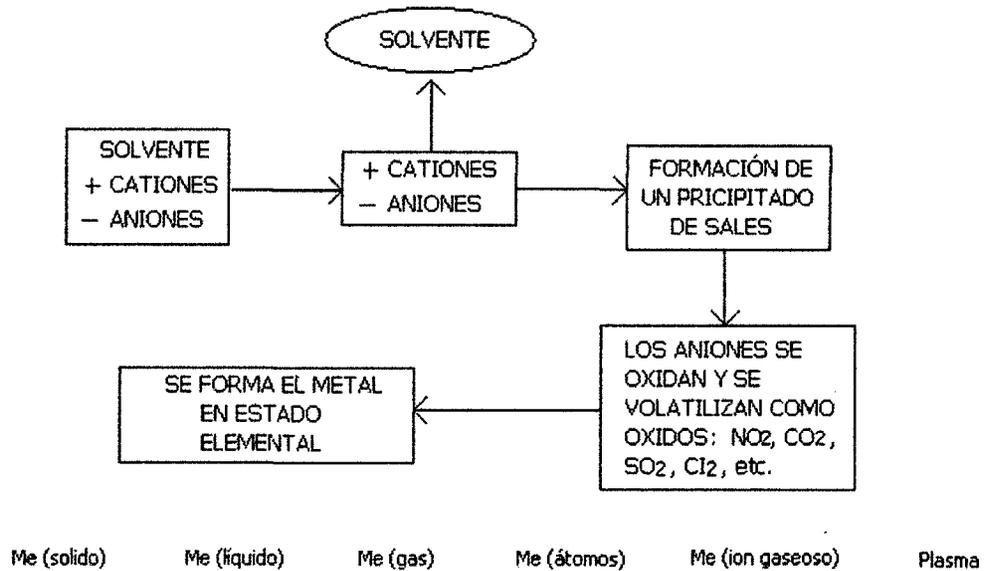


Figura 2.6: Secuencia de eventos que se llevan a cabo en un quemador.

## TIPOS DE QUEMADORES

Existen dos tipos de arreglos nebulizador/quemador; de premezclado o flujo laminar y de consumo total. El quemador de premezclado es el que se utiliza más ampliamente en los modernos equipos de EAA. Este tipo de arreglo es el representado en la Figura 2.5 y se le llama de premezclado, debido a que el oxidante y el combustible se combinan en la cámara del nebulizador y llegan como una mezcla al quemador. El flujo de la mezcla gas/aerosol, es el tipo de flujo laminar, por lo que también se le llama quemador de flujo laminar. En este tipo de nebulizador, como ya se ha mencionado con anterioridad, solamente un pequeño volumen de

muestra (las gotas de rocío más pequeñas) llega al quemador y el resto se vierte hacia el drenaje. El quemador de consumo total o quemador de inyección directa, es aquel en el cual el total de la muestra aspirada se hace llegar a la flama. Aunque aparentemente este tipo de quemador es superior al de premezclado, por no desperdiciar nada de muestra, se tienen una serie de desventajas con este quemador de consumo total, que lo hacen objetable.

Las principales desventajas son: que se produce mucho ruido, hay radiaciones emitidas por efecto de la flama y la señal es muy inestable. La ventaja aparente de tener una señal más intensa al tener una mayor cantidad de muestra en el quemador, es contrarrestada por el hecho de que en la flama no se alcanza la secuencia de pasos necesarios para la atomización, por el tamaño relativamente grande de las gotas que llegan al quemador, y estas partículas no volatilizadas desestabilizan el entorno de flama.

La principal desventaja del quemador de premezclado es la posibilidad de un "flash-back", anglicismo que tal vez podría ser traducido como "regreso de flama". El flashback se origina cuando la combustión de la mezcla oxidante/combustible se presenta en un lugar indeseado (generalmente en la cámara del nebulizador), y se produce una explosión. Para evitar el flashback es necesario procurar mezclar los gases en la porción adecuada y en el orden indicado; muy importante es evitar que la ranura de la cabeza del

quemador se tape por la acumulación de sales de las soluciones aspiradas. (Bugay, 2001).

## **TIPOS DE FLAMAS**

Aunque a lo largo del desarrollo de la EAA se han utilizado diferentes combinaciones de gases para producir la reacción de combustión en el quemador (ejemplo: oxígeno-acetileno, aire-hidrógeno, oxígeno-hidrógeno, etc.), las únicas combinaciones que hoy en día se emplean con fines prácticos son las flamas: aire-propano, aire-acetileno, óxido nitroso-acetileno. En la figura 2.7 se encuentra el símbolo del elemento a determinar, e inmediatamente abajo la o las líneas recomendadas para su análisis (en nanómetros). Las flamas recomendadas aparecen en la parte inferior de cada elemento y tiene el siguiente significado: 0, no requiere flama; 1, flama aire-acetileno; 1+, flama aire-acetileno, rica en combustible; 2, flama aire-propano; 3, flama acetileno-óxido nitroso.

En el caso de los elementos alcalinos se tiene el problema de que se ionizan fácilmente en flamas de alta temperatura, como aire-acetileno lo cual es una interferencia en la EAA. Para esto se utiliza un supresor de ionización, o se emplea una flama de menor temperatura, como lo es la flama de aire-propano y se determina el elemento por Espectroscopia de Emisión de Flama. Los métodos para evitar la ionización excesiva son: usar un supresor de ionización, una flama apropiada, la energía adecuada de la lámpara y



existe la posibilidad de que otra especie atómica que no es la que se está analizando absorba la radiación incidente, esta posibilidad es sumamente difícil de que se llegue a presentar debido a que las líneas de absorción de los átomos son sumamente agudas, además de que se tiene bien documentada toda la información de las líneas espectrales de los diferentes elementos, por lo cual casi siempre se sabe de antemano cuando pudiese llegar a ocurrir esta eventualidad.

### **INTERFERENCIA POR DISPERSIÓN POR PARTICULAS**

Cuando la solución aspirada hacia el quemador tiene un gran número de sólidos disueltos, es probable que se tenga interferencia por dispersión por partículas. Este tipo de interferencia se debe a que si el número de partículas sólidas que llegan al quemador es demasiado grande es posible que no ocurra en forma completa todos los pasos que producen la descomposición de las partículas que se encuentran en solución.

### **INTERFERENCIA POR TRASLAPAMIENTO DE BANDAS MOLECULARES.**

Por matriz de la muestra se entiende todo lo que acompaña al analito; el entorno en que se encuentra éste. Por ejemplo: en una muestra de agua, la matriz es el agua y todos los demás sólidos disueltos y en suspensión que se encuentran en la misma. El analito, es el elemento que se va a cuantificar.

Se dice que la matriz es muy compleja ya que tiene gran cantidad de componentes químicos y de sólidos disueltos y/o en suspensión. La

interferencia por bandas moleculares ocurre cuando la matriz tiene en cantidades grandes, compuestos moleculares sumamente complejos; por ejemplo: una muestra de orina o de sangre. Al quemarse la muestra en la flama, los componentes orgánicos que se encuentran en la matriz de la muestra producen compuestos y radicales que son potenciales absorbedores de radiación electromagnética. Si las bandas de absorción de estos compuestos caen dentro del rango de la línea de absorción del elemento a determinar, se tendrá una interferencia de tipo espectral, ya que se registrará una falsa absorbancia. (Bugay, 2001).

## **INTERFERENCIAS NO ESPECTRALES**

Las interferencias no espectrales son aquellas que causan errores y que pueden dar origen a lecturas mayores o menores a los valores normales.

Las interferencias de este tipo son las que se detallan a continuación:

- **INTERFERENCIA POR IONIZACIÓN.-** Como ya se ha mencionado con anterioridad, en la flama ocurren una serie de eventos que conducen a la formación de átomos a partir de compuestos en solución, sin embargo, cuando la temperatura de la flama es muy alta y/o el elemento pierde fácilmente uno o más de sus electrones más exteriores ocurre la ionización. La ionización es indeseable debido al error que causa en las lecturas del analito. Considérese el caso del Sodio atómico y del Sodio ionizado; en este último caso el sodio ha perdido su electrón más externo y se encuentra cargado positivamente. Espectroscópicamente las dos formas de Sodio son completamente diferentes por lo que al hacer incidir radiación de longitud

de onda específica esta será absorbida por Sodio atómico más no por el sodio ionizado, ya que los niveles energéticos de este son diferentes. Obviamente esto conlleva a una subestimación en la lectura del analito. La ionización se presenta en los alcalinos, alcalinotérreos, lantánidos y algunos otros elementos de bajos potenciales de ionización.

- **INTERFERENCIA POR PROPIEDADES FISICAS DE LAS SOLUCIONES.-** Para que dos soluciones de la misma concentración den iguales lecturas de absorbancia deben tener la misma velocidad de aspiración hacia la flama y la proporción de líquido aspirado que finalmente llega al quemador debe ser constante. Considérese por ejemplo que se va a determinar contenido de calcio en una miel. Lógicamente la muestra sin diluir no puede ser aspirada directamente, ya que no puede ser succionada a través del capilar del nebulizador. Si esta se diluye se puede lograr que la muestra sea aspirada, pero al emplearse estándares de calcio preparados con alguna sal de calcio y agua destilada, la proporción de solución aspirada que llega al quemador es diferente en muestras y estándares. Para corregir por este efecto se emplea la técnica de adición de estándar con la finalidad de homogenizar las propiedades físicas de estándares y muestras.
- **INTERFERENCIAS POR VOLATILIZACIÓN DE SOLUTO.-** el solvente que acompaña al analito y de más sales, es evaporado en la cámara de nebulización o inmediatamente después de que ha alcanzado la

flama, por lo que ocurre en la parte más baja del quemador la formación de partículas sólidas que posteriormente se descompone hasta la formación de átomos y entidades más simples. Posteriormente a la solvatación y formación de partículas sólidas, ocurre la descomposición de las sales y la formación de átomos. Esto no siempre ocurre así, cuando las sales formadas son de carácter refractario, esto se resisten la descomposición a átomos y entidades más simples si la temperatura no es lo suficientemente alta. La formación de entidades químicas de resistencia a la volatilización en flamas comunes origina interferencias, ya que no permiten que el analito sea atomizado eficientemente.

## **INSTRUMENTACIÓN EN ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA INSTRUMENTOS DE UN SOLO HAZ.**

Un instrumento típico de haz sencillo consiste de una lámpara de cátodo hueco, una lámpara de deuterio para corrección por absorción no atómica, un modulador (chopper), un atomizador, un monocromador y un transductor (Figura 8).

Este instrumento es utilizado y está basado en los mismos principios teóricos que un espectrofotómetro convencional. Primero se aspira el blanco y se ajusta la lectura a 100% de Transmitancia; posteriormente se aspira la muestra problema y se hace la lectura de absorbancia o transmitancia.

La radiación de la lámpara de deuterio pasa en forma alterna con la radiación de la lámpara de cátodo hueco, para que el detector perciba alternadamente las dos señales. El chopper o cortador, consiste de cuadrantes huecos y cuadrantes con espejos, y es el mecanismo a través del cual es posible que el detector

reciba en forma alterna la señal de la lámpara de cátodo hueco y la de la lámpara de deuterio, con respecto al tiempo y compara las dos absorbancias.

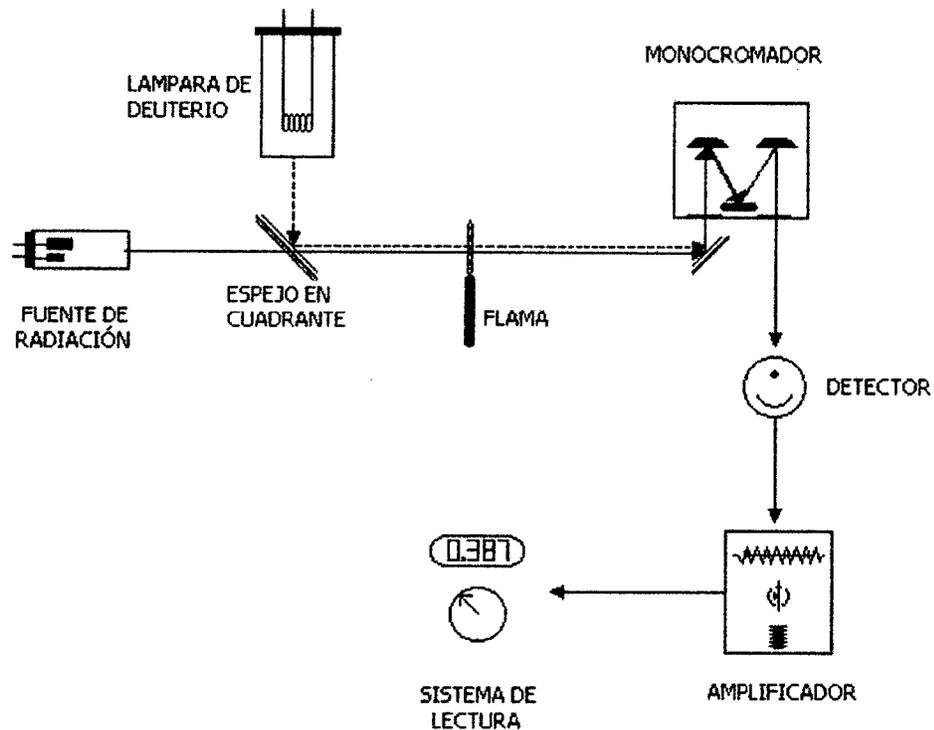


Fig.2.7: Instrumento típico de haz sencillo, con lámpara de deuterio para corrección por absorción no atómica.

## INSTRUMENTOS DE DOBLE HAZ

En un instrumento de doble haz, la radiación emitida por la fuente es dividida por un modulador con espejos. Este consiste de una pieza circular con secciones alternadas de espejo y partes huecas; esta pieza está girando, de manera que el haz de la fuente pasa alternadamente por el hueco del modulador y llega a la flama o choca con una sección de espejo del mismo y es reflejado.

Estos dos haces son recombinados en un espejo especial (half-silvered mirror) pasan a través de un monocromador y finalmente la señal es enviada por medio de un fotomultiplicador. Esta señal recibida por el sistema de lectura es la relación entre la señal de referencia y la señal de la muestra misma. Aún y cuando no se encuentre la lámpara de deuterio para corrección por absorción no atómica, el instrumento de doble haz la puede contener como accesorio opcional. La Figura 9 es representativa de un instrumento de doble haz. (Van Loon, 2002).

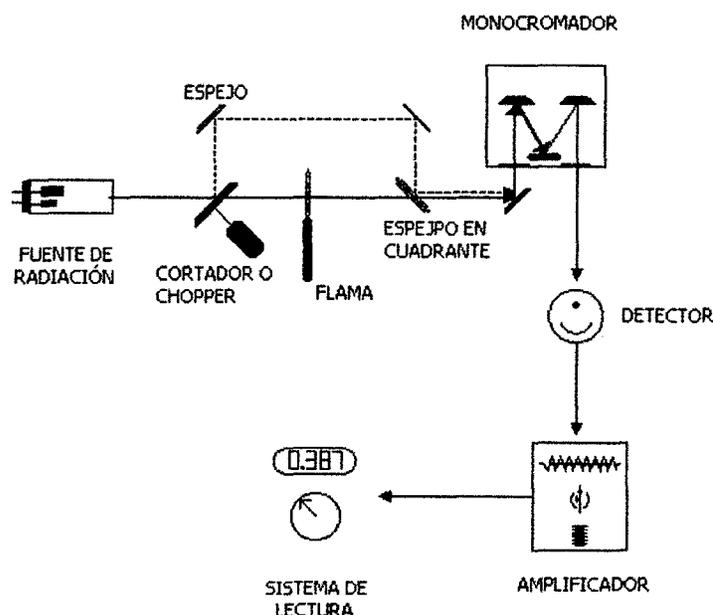


Fig. 2.8: Diagrama esquemático de un instrumento de doble haz.

## ANÁLISIS CUANTITATIVO

El análisis cuantitativo en espectroscopia de absorción atómica es semejante al realizado en espectroscopia UV y Vis. Para esto se prepara una serie de estándares y se hace una curva de calibración con base a esta gráfica se determina la concentración de las soluciones problema. (Slavin, 2000)

**TÉCNICA DE ADICIÓN DE ESTÁNDAR.-** Como se mencionó con anterioridad, las propiedades físicas de la solución que se aspira al quemador deberán ser similares entre muestras problemas y soluciones estándar, ya que de lo contrario la eficiencia en atomización de la solución será diferente y esto conducirá a resultados erróneos. Para corregir por este posible efecto se utiliza la técnica de adición de estándar. Esta técnica consiste en agregar volúmenes iguales de solución problema a muestras estándar de conocida pero diferente concentración del elemento a determinar. Otra técnica diferente consiste en agregar a volúmenes iguales de muestra, cantidades variables de estándar de una misma concentración. Existe aún más variaciones, pero todas ellas están encaminadas a homogenizar las propiedades físicas de las soluciones que se aspiran al quemador. (Slavin, 2000)

**APLICACIONES TÍPICAS.-** La espectrofotometría de absorción atómica ha desplazado casi completamente a la fotometría de flama, debido a que esta última es más susceptible de interferencias y la sensibilidad en ambos métodos es similar. La mayor aplicación de la fotometría de flama es en la detección de Sodio y Potasio. Por EAA es posible determinar más de 70 elementos.

La espectroscopia de fluorescencia atómica es más sensible que estas dos técnicas espectroscópicas, sin embargo, requiere de fuentes de radiación más intensas. Esta técnica produce mayores efectos de interferencia y este es otro factor limitante de la fluorescencia atómica. (Slavin, 2000)

## CAPÍTULO III

# DESCRIPCIÓN EXPERIMENTAL

Los ensayos que se indican en este capítulo del informe de experiencia profesional se desarrollaron en la Compañía Minera Huaron

### 3.1 ANALISIS CUANTITATIVO DE ELEMENTOS QUIMICOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA

#### 3.1.1. VALIDACIÓN DEL MÉTODO

Validar el Método de Análisis Cuantitativo de Elementos Químicos por Espectrofotometría de Absorción Atómica de Flama Aire Acetileno en diferentes matrices de mineral, lo cual obedece a la necesidad de poseer un método de ensayo consistente y reproducible como alternativa ante la falta de métodos normalizados de este tipo de muestras.

**a) Identificación del Método.**

Análisis Cuantitativo de Elementos Químicos por Espectrometría de Absorción Atómica de Flama Aire Acetileno.

**b) Justificación de la Validación**

Las zonas de explotación o de extracción de mineral en la unidad minera de Huaron y alrededores poseen características mineralógicas

propias que hacen que el mineral extraído también posean características particulares.

Los minerales extraídos (sulfurados y/u oxidados) y procesados en la planta concentradora de la unidad minera contienen elementos traza que podrían causar interferencias en la determinación de elementos específicos mayoritarios de interés para la empresa.

Asimismo, el mineral de exploración que requiere ser analizado para la determinación de su contenido químico elemental metálico tiene composición metalúrgica particular que también requiere que sean consideradas en la determinación de estos elementos.

Todo esto plantea la necesidad de contar con una metodología analítica específica y apropiada para el tipo de mineral ensayado y para determinar el contenido de elementos metálicos que son beneficiados por la unidad minera.

El presente estudio de validación muestra los pasos o actividades seguidos para alcanzar el propósito u objetivo mencionado.

### **3.1.2 CONCEPTOS FUNDAMENTALES**

**Mineral de Alimentación:** Mineral procedente de mina cuyo tamaño de partícula ha sido reducida para que ingrese al circuito de extracción y separación de elementos químicos metálicos de la planta concentradora.

**Concentrados:** Mineral que resulta del tratamiento de flotación, separación, espesado y concentración.

**Relave:** Mineral de baja ley que resulta del proceso de separación de elementos químicos metálicos luego del proceso de flotación.

**Mineral de Exploración:** Mineral extraído de mina el cual ingresa directamente al laboratorio para determinar en él su ley en elementos químicos metálicos.

### **3.1.3 DOCUMENTOS DE REFERENCIA**

- ❖ Norma Internacional ISO/IEC 17025:2005 “Requisitos Generales para la Competencia de Laboratorios de Calibración y Ensayo”
- ❖ Eurachem Guide. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. First Internet Versión, December 1998. First English Edition 1.0 - 1998
- ❖ ENAC. Guía Para Los Laboratorios Que Realizan Validaciones De Métodos De Análisis Químicos G-Csqs-02 Rev. 0 Octubre/96.
- ❖ Manual del Equipo Perkin Elmer Analyst 300-400.
- ❖ Quality Assurance and Quality Control in the Analytical Chemical Laboratory. A Practical Approach. by Taylor & Francis Group, LLC. 2009.

## **3.2 LABORATORIO QUÍMICO HUARÓN**

### **3.2.1 DISTRIBUCIÓN DE ÁREAS DE TRABAJO DEL LABORATORIO**

Dentro del Laboratorio se cuenta con diferentes áreas de trabajo:

Área de preparación de muestras de mina y exploraciones.

Área de preparación de muestras de planta.

Área de balanza.

Área de Digestión Química.

Área de digestión Química / Análisis vía Clásica.

Área de Análisis vía instrumental.

El plano de distribución se muestra en la figura 3.1

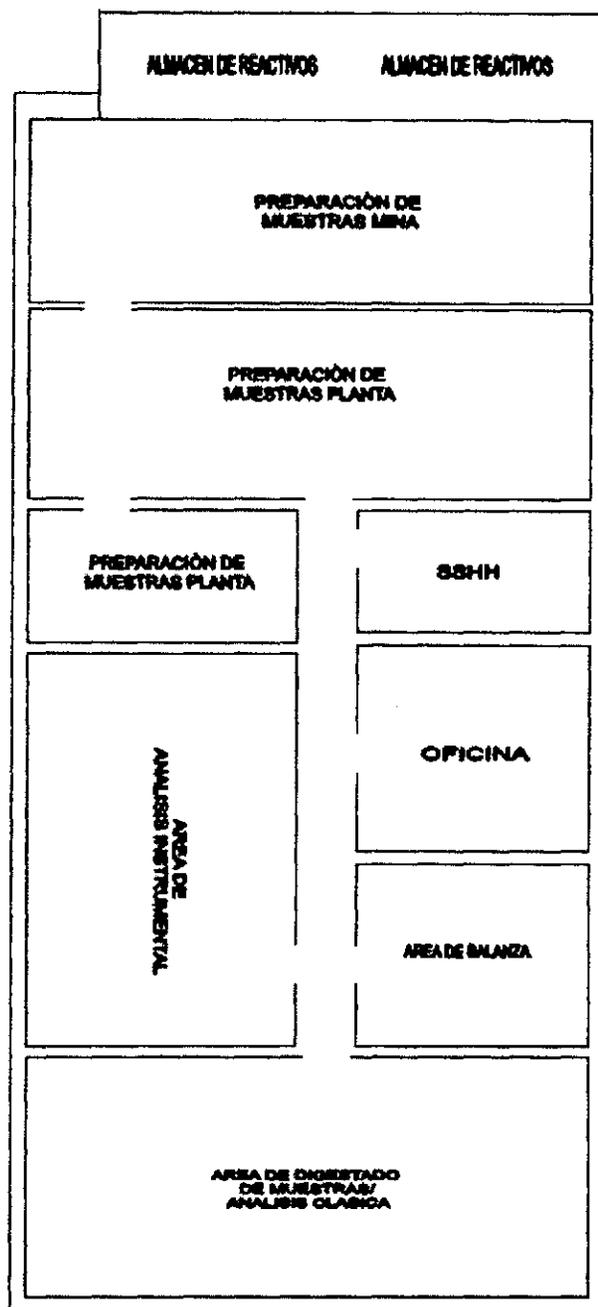


Figura 3.1 Plano de distribución del laboratorio

### 3.2.2 ORGANIZACIÓN DEL LABORATORIO

El laboratorio de la Compañía Minera Huaron S. A. C. está organizado de acuerdo al diagrama mostrado en la figura 3.2, que se muestra a continuación.

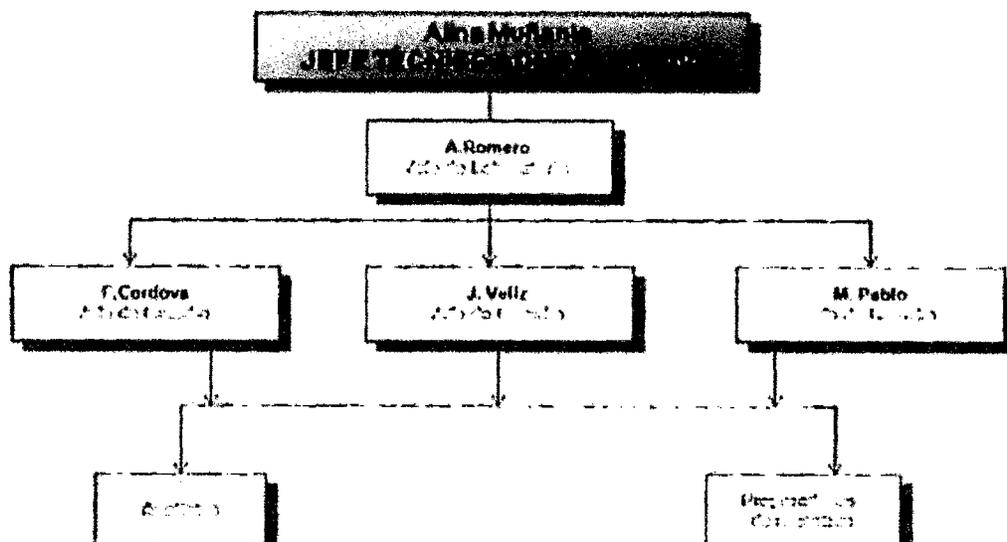


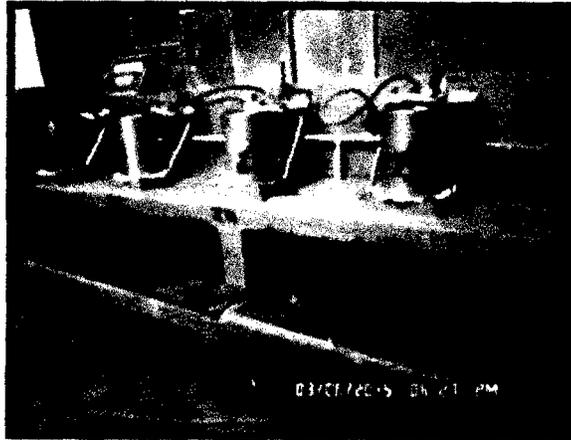
Figura 3.2 Organigrama del Laboratorio de la Cía. Minera Huaron S. A. C.

En las siguientes fotografías se muestra las áreas de trabajo del laboratorio:

#### CHANCADO Y PULVERIZADO



### FILTRADO DE MUESTRAS



### PESADO DE MUESTRAS



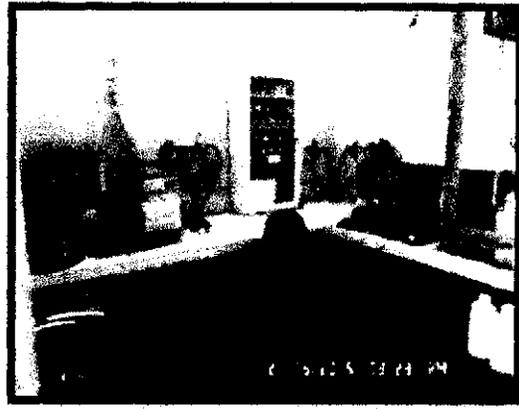
### DIGESTADO DE MUESTRAS



## ANÁLISIS VÍA CLÁSICA



## ANÁLISIS VÍA INSTRUMENTAL



### 3.3 PLANIFICACION DEL PROCESO ANALÍTICO

#### Tipos Muestras de Minerales:

El método es aplicable a muestras de:

- Planta Concentradora: Mineral de Alimentación, Concentrados (Zn, Pb y Cu), Relave y
- Mineral de Exploración.

#### Analitos y Concentraciones:

- Zinc :  $\leq 15\%$
- Plomo :  $\leq 20\%$
- Cobre :  $\leq 20\%$
- Plata :  $\leq 8000 \text{ g/t}$

### **3.4 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO ANALÍTICO**

Este proceso presenta los siguientes aspectos específicos para el método a validar.

#### **3.4.1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA.**

- Las muestras de minerales de planta concentradora son preparadas de acuerdo al Instructivo LH-I-07; **Muestreo manual y automático en planta concentradora.**
- Las muestras de minerales de exploración o geoquímicas se preparan de acuerdo al instructivo LH-I-03 **Preparación de muestras de Exploratorias - Geología.**
- En ambos casos la muestra preparada debe poseer un tamaño de partícula de >95% en malla de 140 de su totalidad. Así son colocadas en sobres de plástico y trasladadas a la sala de balanzas donde son entregadas al analista para el desarrollo de los ensayos.

#### **3.4.2. ENSAYO**

- La determinación de la concentración de los elementos metálicos en el mineral requiere que para cada tipo de matriz se pese una cantidad en particular de muestra ya que el contenido en ley de los mismos varía de acuerdo a su naturaleza.
- El ataque químico, para ser completo, debe culminar con la digestión de la muestra hasta alcanzar un estado "pastoso" de la muestra, aspecto

particular para el proceso de digestión en el Laboratorio Químico de SGS-Huaron.

### 3.4.3 APARATOS Y EQUIPOS

- Balanza analítica. Mettler Toledo Alcance: 0.0000 g – 220.0000 g
- Pesas patrón. Alcance: 1 mg – 200 g
- Planchas de Calentamiento. Alerta Técnica. Alcance: 5°C a 300°C.
- Espectrofotómetro de absorción Atómica. Perkin Elmer AAnalyst 300-400.

### 3.4.4 MATERIALES Y REACTIVOS

#### Digestión:

Bandeja de metal para transportar muestras pesadas

Fiolas de 50 mL, 100 mL, 200 mL

Pizetas de 1000 ml.

Tubos de ensayos de 18 mm x 150 mm

Pinzas,

Gradillas para tubos de ensayos de 18 mm x 150 mm

Platillos para pesado

Ácido nítrico :  $\text{HNO}_3$

Peróxido de Hidrógeno :  $\text{H}_2\text{O}_2$

Ácido Clorhídrico :  $\text{HCl}$

Agua destilada :  $\text{H}_2\text{O}$

#### Absorción Atómica:

Diluciones de materiales de referencia para la curva de calibración, específica para cada elemento a determinar.

### 3.4.5 MATERIALES DE REFERENCIA

Los materiales empleados en el laboratorio de la Compañía Minera Huaron S.

A. C. se muestra en la Tabla 3.1.

Tabla N° 3.1 **ESTANDAR PRIMARIO**

N°	Elemento	Símbolo	Concentración (ppm)	Lote Certificado
01	Zinc	Zn	999 +/- 2	HC271200
02	Plomo	Pb	1000 +/- 2	HC813336
03	Cobre	Cu	1000 +/- 2	H0257998
04	Plata	Ag	1000 +/- 2	HC258020
05	Fierro	Fe	1000 +/- 2	PANREAC313182.1210
06	Manganeso	Mn	1001 +/- 2	HC067180
07	Arsénico	As	1000 +/- 10	HC268085

### 3.4.6 PREPARACION DE LOS APARATOS Y EQUIPOS

Los equipos usados son verificados cada vez que se ensaya en los parámetros que reportan (masa, temperatura, humedad relativa, absorbencias):

- Balanza analítica. Verificación diaria. CClas.
- Plancha de calentamiento. Verificación diaria. Reg. LH-85-T

### 3.4.7 INTERFERENTES

El método de Absorción Atómica es una técnica con pocas interferencias, es una técnica muy selectiva. Las interferencias más conocidas se describen a continuación así como la ejecución de su control rutinario:

#### **Interferencias espectrales.**

**Solapamiento de líneas.** En absorción atómica es raro. Dado que las líneas de emisión de las fuentes de cátodo hueco son muy estrechas es rara la interferencia debida a la superposición de las líneas, para que exista esta interferencia la separación entre las dos líneas tiene que ser menor a  $0,1 \text{ \AA}$ .

**Dispersión de radiación emitida.** La muestra no se puede disolver completamente. Parte de la radiación emitida no llega porque es dispersada. El problema se soluciona cambiando la longitud de onda para que el elemento que antes era dispersante ahora no lo sea (elección de la longitud de onda específica del elemento a determinar).

**Interferencias químicas.** La reacción del elemento a determinar con otra especie química puede afectar la absorción en el equipo. Los elementos presentes en la muestra y que acompañan a los elementos de interés (As, Bi, Fe, Mn, PbOx, ZnOx, Au) en la disolución (después de la digestión) se encuentran totalmente dispersos y sus espectros son específicos. La elección correcta de los parámetros instrumentales para cada elemento según el fabricante minimiza esta interferencia).

**Interferencia por ionización.** El calentamiento excesivo puede producir la ionización de las especies. Cada elemento o material de

referencia (y sus diluciones) posee una concentración característica, que es verificada antes de iniciar el ensayo. La recuperación en la curva de calibración detecta esta interferencia.

***Interferencia física o de matriz.*** Una temperatura de la disolución por debajo de 15° C afectan las absorbancias (se reducen) lo cual es detectado al verificar los estándares de la curva (punto medio). La sala de AA cuenta con temperatura controlada. Se soluciona dejando que la disolución de la muestra se atempere.

### 3.4.8 PROCEDIMIENTO

#### PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

La muestra recibida o muestreada es tratada de la siguiente manera:

- **Muestras de Guardia** (cabeza, relave, concentrados de zinc, plomo y cobre): Estas muestras son prensadas con aire comprimido para eliminar de ellas la mayor cantidad de agua. En esta operación se coloca un papel kraft en la base de la prensa para que sobre ella se colecte la muestra
- ✓ Del prensado se retira la muestra en su papel kraft y son colocadas en bandejas para luego ser colocadas en estufa para su secado a aproximadamente 300°C por un lapso de aproximadamente 15 minutos.
- ✓ Ya secas son llevadas a homogenizar en la mesa de la campana extractora de polvos
- ✓ Seguidamente son pulverizadas hasta conseguir un tamaño de partícula de > 95 % malla 140.

- **MUESTRAS GEOQUÍMICAS**

- ✓ Las muestras son colocadas en bandejas que tienen papel kraft en su superficie interna.
- ✓ Luego son colocadas en estufa a aproximadamente 120°C para su secado por aproximadamente 4 horas y retiradas para su enfriamiento a medio ambiente
- ✓ Ya enfriadas, las muestras son chancadas para conseguir un tamaño de partícula > 80 % malla 10.
- ✓ Terminado el chancado, la muestra es pulverizada para obtener un tamaño de partícula de > 95 % malla 140.
- ✓ Las muestras así obtenidas son colocadas en bolsas debidamente rotuladas y trasladadas a la sala de balanza notificando al analista el requerimiento de ensayo.

- **PESADO**

- ✓ Colocar en una bandeja fioles de 100 ml, limpios, secos, rotulados y ordenados numéricamente.
- ✓ Verificar la balanza con pesas calibradas.
- ✓ Pesar la cantidad de muestra según el elemento a determinar y muestra a ensayar:

Tabla N° 3.2

**PESOS DE MUESTRA**

<b>Elemento</b>	<b>Muestra</b>	<b>Peso</b>
Pb, Zn, Cu, Ag	Cabeza, Relave,	1.000 g
Pb, Zn, Cu, Ag	Conc. de Pb, Zn, Cu	0.250 g
Pb, Zn, Cu, Ag	Muestras geoquímicas	0.250 g

- ✓ Colocar la muestra pesada en la fiola debidamente rotulado. Repetir este procedimiento para cada muestra.
- ✓ Llevar la bandeja con las fiolas conteniendo la muestra pesada a la mesa de ataque en la sala de digestión química.
- ✓ Antes de proceder al ataque verificar que los equipos y reactivos para el proceso de digestión se encuentren en la sala o funcionen correctamente (ácidos y equipo extractor de gases)

- **DIGESTIÓN**

- ✓ La digestión se inicia agregando 7 ml de ácido nítrico y 3 ml de ácido clorhídrico en cada fiola que contiene la muestra y colocando cada uno de ellos sobre la plancha de calentamiento.
- ✓ La plancha debe estar a 300° C +/- 10°C.
- ✓ Esperar hasta que se eliminen todos los gases nitrosos.
- ✓ Luego agregar a cada fiola, aún en la plancha, 25 ml de ácido clorhídrico.
- ✓ Esperar aproximadamente 5 minutos y retirar las fiolas de la plancha con la ayuda de una pinza y en forma ordenada.
- ✓ Agregar agua destilada en las fiolas.

- **AFORADO**

1. Aforar las fiolas conteniendo la muestra con agua destilada y proceder a agitar vigorosamente.
2. A partir de estas, realizar diluciones:
  - Para cabeza: tomar alícuota de 5 ml a fiola de 100 ml, además 5 ml en fiola de 50.

- Para concentrado de Cu y Pb : tomar alícuota de 5 ml a fiola de 50 ml, además 5 ml en fiola de 50.
- Para relave: tomar alícuota de 5 ml a fiola de 100 ml además 5 ml en fiola de 50.
- Para concentrado de Zn tomar alícuota de 5 ml a fiola de 100 ml además 5ml en fiola de 100.
- Aforar con ácido clorhídrico al 5 % y agitar vigorosamente.
- Trasladar las fiolas de ensayo a la sala de Absorción Atómica para su lectura.

### **LECTURA EN ABSORCIÓN ATÓMICA**

Antes de iniciar las lecturas verificar que la temperatura de la sala de absorción atómica está por encima de 20°C

- Encender el equipo y seguir las instrucciones del manual de instructivos de uso de equipos.
- Leer el blanco reactivo verificando que la lectura del elemento a determinar sea menor a su LDM.
- Calibrar el equipo (linealidad) y verificar con estándar para el punto medio de la curva según el elemento a determinar (porcentaje de recuperación: +/- 5%).
- Introducir el capilar del equipo a las muestras (en los tubos de ensayos) y proceder a la lectura.
- Registrar en la data de CClas, las absorvancias para cada concentración de la curva de calibración y para las muestras, las diluciones realizadas y la lectura de la concentración proporcionada por el equipo (ppm).

- Ejecutar los cálculos respectivos para reportar en porcentaje para los elementos Zn, Pb, Cu (y otros) y de g/t para el elemento Ag.
- Reportar al Jefe de Laboratorio para su V°B° y emisión de resultados

### **Emisión de Resultados**

El Jefe de Laboratorio revisa el reporte del analista y luego de verificar los controles en la prueba, da su V°B° en el registro y emite el resultado al cliente.

#### **i. Parámetros de Validación.**

Los parámetros de validación a desarrollar incluyen:

#### **ii. Preparación de muestras:**

##### **a. Homogeneización de la muestra**

La muestra que ingresa al laboratorio o es muestreada, se reduce (homogeneizada, cuarteada y pulverizada) a una porción de aproximadamente 50g a 100g. En este proceso de reducción una parte de la muestra es eliminada y la misma denominada "rechazo".

Una correcta homogeneización garantizará que la porción de muestra eliminada o rechazada contenga similar ley que la porción que ingresa al ensayo.

##### **b. Granulometría**

##### **Chancado**

La reducción gradual del tamaño de partículas (muestras de geoquímica) debe ser hasta un diámetro > 80 % malla #10. Esto permite, luego, un proceso de pulverizado óptimo para la obtención de la muestra a ensayar.

**Pulverizado**

El tamaño de partícula de la muestra a ensayar debe ser > 95 % malla #140. Esto permitirá una excelente liberación y disolución de los elementos de interés y acompañantes en el proceso de digestión y asimismo la eliminación de interferencias de tipo químico en el análisis.

**iii. Ensayos****a. Sensibilidad**

Es el cambio en la respuesta de un instrumento de medición dividido por el correspondiente cambio del estímulo. O es la pendiente de la curva de respuesta adicionalmente ya que la sensibilidad puede expresarse en términos de concentración (concentración característica) la determinación de cada una de estas para cada elemento representará la mínima concentración que se puede detectar.

**b. Límite de Detección (LDM)**

Concentración más baja del analito detectada pero no necesariamente cuantificable con aceptable precisión y veracidad.

Asimismo, es la concentración más baja (cantidad más pequeña) de un analito que puede ser detectado usando un procedimiento analítico dado.

**c. Límite de Cuantificación (LCM)**

Concentración más baja del analito que puede detectarse y cuantificarse con aceptable precisión y veracidad.

**d. Linealidad: Función de respuesta instrumental**

Es la relación entre la concentración del analito y la respuesta del método.

**e. Intervalo de trabajo o Rango Dinámico**

Función de respuesta del método: precisa el intervalo en el que los resultados tienen un nivel apropiado de precisión, veracidad, linealidad y proporcionalidad.

**f. Veracidad**

Es la proximidad de concordancia entre el valor promedio obtenido de una serie grande de resultados de prueba y un valor de referencia aceptado.

**g. Precisión**

**Repetibilidad**

Precisión de los resultados obtenido en un corto intervalo de tiempo: con el mismo analista, equipo, método y muestra.

**Precisión Intermedia**

Precisión de los resultados obtenidos dentro del mismo laboratorio con diferente analista y/o diferente equipo y/o en diferente momento

**Reproducibilidad**

Precisión de los resultados obtenidos con el mismo u otros analistas la misma muestra en igual condición.

**h. Incertidumbre**

Parámetro asociado al resultado de una medida que caracteriza el intervalo de valores que puede ser razonablemente atribuidos al mensurando.

**Justificación de Parámetros Desarrollados**

▪ **Selectividad /Especificidad.**

El método de Absorción Atómica es Selectivo y Especifico dado que los parámetros instrumentales que son verificados antes de iniciar el proceso de análisis en el equipo de EAA son propios para cada elemento.

Asimismo, como ya se ha explicado las interferencias que podrían presentarse, sobre todo la interferencia de tipo químico debido a la presencia de especies no deseables pero propias del material mineral a ensayar, son minimizadas mediante la correcta verificación de los parámetros instrumentales antes del ensayo. Por otro lado las interferencias de tipo físico o de matriz, para nuestro caso se solucionan bajo el control permanente de las condiciones ambientales de la sala de ensayo.

- **Robustez**

El material mineral ensayado tiene características particulares que nos han hecho optar por un método propio y específico. Todos los pasos o etapas del proceso de análisis son cumplidos rutinariamente.

#### **iv. Criterios Propuesto para cada Parámetro de Validación**

##### **Preparación de Muestras**

- ❖ **Homogeneizado**

La Diferencia Relativa Porcentual del contenido de elementos entre la porción de muestra a ensayar y la porción de "rechazo" no deben exceder el 10%

##### **Granulometría**

La granulometría en el chancado debe pasar la malla #10 en un 80%

La granulometría en el pulverizado debe pasar la malla #140 en un 95%

- ❖ **Ensayos**

- **Sensibilidad.**

Concentración Característica propia del elemento en el equipo de EAA del Laboratorio Químico de Huaron SGS del Perú SAC

- **Límite de Detección:** 0.01 %
- **Límite de Cuantificación:** 0.1 %

**Linealidad:** Coeficiente de Correlación Lineal ( $R^2$ ):  $\geq 0.995$

- **Rango Dinámico.**

Fijar con Recuperación de 90%-110% para cada nivel de la curva. Para el nivel más bajo (< 1ppm) asumir 80%-120% de recuperación

- **Veracidad por elemento.**

Promedio experimental (exp) < Promedio +/- 2 desviación estandar de los resultados de Laboratorios Externos.

- **Precisión:**

**Repetibilidad:** % CVr exp < % CVr teórico para todos los niveles

**Precisión Intermedia:** Análisis de Varianza: F calculado < F tabla

**Reproducibilidad:** < Límite de Reproducibilidad de Laboratorios externos 'o porcentaje de recuperación

- **Incertidumbre.**

Aplicado a cada resultado

### **3.5 EJECUCION DE PRUEBAS DESARROLLO EXPERIMENTAL**

Las pruebas para la validación se ejecutaron de la siguiente forma:

#### **3.5.1. PREPARACION DE MUESTRAS**

Se ejecutaron los ensayos bajo el siguiente esquema:

##### **BLANCOS.**

El agua usada como blanco o blanco reactivo es controlada en su contenido de metales a determinar: < a 0.01% (límite de detección), para garantizar

cualquier tipo de interferencia. El blanco reactivo es analizado antes de iniciar las pruebas.

Se prepararon 05 blancos por analista (03). Total 15 blancos

## MUESTRAS DE REFERENCIA CERTIFICADOS PARA LA CURVA DE CALIBRACION

**Tabla N° 3.3 ESTANDAR PRIMARIO**

N°	ELEMENTO	SIMBOLO	CONCENTRACION (ppm)	LOTE CERTIFICADOS
01	Zinc	Zn	999 +/- 2	HC271200
02	Plomo	Pb	1000 +/- 2	HC813336
03	Cobre	Cu	1000 +/- 2	H0257998
04	Plata	Ag	1000 +/- 2	HC258020
05	Fierro	Fe	1000 +/- 2	PANREAC313182.1210
06	Manganeso	Mn	1001 +/- 2	HC067180
07	Arsénico	As	1000 +/- 10	HC268085

Se ejecutaron diluciones de los materiales de referencia:

- Para Cobre : 0.2 ppm; 1.0 ppm; 5.0 ppm; 10.0 ppm
- Para Plata : 0.2 ppm; 1.0 ppm; 3.0 ppm; 5.0 ppm
- Para Zinc : 0.2 ppm; 1.0 ppm; 1.5 ppm; 2.0 ppm
- Para Plomo : 0.5 ppm; 5.0 ppm; 10.0 ppm; 20.0 ppm

Las diluciones fueron preparadas por un solo analista y fueron utilizadas para calibrar el equipo de EAA antes de cada ensayo.

Incluido el blanco se tuvieron 05 puntos por cada curva de calibración para cada elemento. Estas fueron leídas 05 veces para cada punto.

**Total: 4 puntos x 5 lecturas x 3 analistas = 75 lecturas**

### **MUESTRA DE REFERENCIA INTERNOS.**

Asimismo, se prepararon muestras de referencia internos para cada matriz representativa del mineral en las cuales se determinó los 04 elementos principales.

- Muestra de alimentación : 05 submuestras
- Concentrado de Cu : 05 submuestras
- Concentrado de Zinc : 05 submuestras
- Concentrado de Pb : 05 submuestras
- Relave : 05 submuestras

Estas submuestras fueron analizadas por EAA para cada elemento a determinar.

**Total : 25 submuestras x 03 analistas = 75**

### **3.5.2. PROCEDIMIENTO DE VALIDACIÓN**

Para la Validación, los blancos reactivos y las diluciones de las muestras de referencia certificados para la curva de calibración fueron preparados y leídos directamente, sin mediar tratamiento alguno.

Los materiales de referencia internos fueron tratados en forma completa de acuerdo al método: peso de muestra, digestión, dilución (si era necesario) y lectura.

Cada analista contó con un mismo juego y número de muestras para el ensayo: 25 lecturas (blancos:5 y, diluciones del material de referencia para la curva de calibración: 20)

25 ensayos en los materiales de referencia interno: 5 submuestras por cada matriz

Los ensayos se realizaron en días diferentes en las instalaciones del Laboratorio Químico de la unidad minera de Huaron SGS del Perú SAC

El esquema de trabajo por analista, para cada elemento a determinar se resume a continuación:

**Tabla N° 3. 4 ESTANDAR SECUNDARIO**

<b>LECTURA DIRECTA</b>	<b>DESARROLLO DE METODO COMPLETO</b>
BK	Relave mineral
MRC1	Mineral de alimentación
MRC2	Concentrado de Zn
MRC3	Concentrado de Pb
MRC4	Concentrado de Cu

### **3.5.3. LECTURA.**

Se Realizaron las lecturas en las unidades correspondientes: ppm y luego transformadas a porcentaje, excepto la plata que se expresa en g/t (gramos por tonelada)

### 3.5.4 RESULTADOS

#### Parámetros de Preparación de muestras

#### A. Homogeneizado de las muestras de Planta Concentradora

Tabla N° 3.5: MUESTRAS DE PLANTA

Cód Int.	COBRE	PLATA	PLOMO	ZINC	
SP1	1.49	1.57	14.32	1.69	Rechazo
SP2	1.65	1.75	15.25	1.69	
SP3	1.64	1.73	15.55	1.72	
Promedio	1.59	1.68	15.04	1.70	
P1	1.67	1.92	15.72	1.73	Prueba
P2	1.62	1.78	15.7	1.72	
P3	1.61	1.68	15.3	1.72	
Promedio	1.63	1.73	15.57	1.72	

DRP (Diferencia Relativa Porcentual) 10.00 (%)

DRP	10.00	10.00	10.00	10.00
-----	-------	-------	-------	-------

	COBRE	PLATA	PLOMO	ZINC
DRP exp	2.48	6.33	3.48	1.36

*Muestra de Mineral de Alimentación. Se toma esta muestra por su mayor heterogeneidad entre las muestras de guardia. Ensayado por EAA entre el 25 de junio y el 30 de junio. Estos datos sirvieron asimismo para la competencia técnica del Preparador de Muestras.*

La DRP para todos los elementos analizados es menor al valor propuesto de 10%.

## B. Homogeneizado de las muestras de Geoquímica

**Tabla N° 3.6: MUESTRAS DE GEOQUIMICA**

i	Cód Int.	COBRE	PLATA	PLOMO	ZINC
Pulv	10008	0.4423	64	6.17	19.27
Pulv	10009	0.4251	62	6.16	18.77
Pulv	10011	0.4383	65	6.01	18.91
	Promedio	0.44	63.67	6.11	18.98
Chanc	10012	0.4667	70	6.3	19.27
Chanc	10013	0.4598	72	6.58	19.07
Chanc	10014	0.4755	69	6.57	19.36
	Promedio	0.47	70.33	6.48	19.23

DRP (Diferencia Relativa  
Porcentual)

**10.00 %**

DRP	<b>10.00</b>	<b>10.00</b>	<b>10.00</b>	<b>10.00</b>
-----	--------------	--------------	--------------	--------------

	COBRE	PLATA	PLOMO	ZINC
DRP exp	<b>7.11</b>	<b>9.95</b>	<b>5.87</b>	<b>1.31</b>

*Muestra de Mineral de Exploración. Ensayado por EAA entre el 25 de junio y el 30 de junio. Estos datos sirvieron asimismo para la competencia técnica del Preparador de Muestras.*

La DRP para todos los elementos analizados es menor al valor propuesto de 10%.

**b- Granulometría.**

Para la comprobación granulométrica una de las muestras de geoquímica fue sometida a esta prueba. Los resultados fueron:

Muestra chancada (malla #10)

Masa de prueba : 100.00 g

Masa retenida : 23.25 g

**% de Pasante : 76.75%**

Muestra pulverizada (malla#150)

Masa de prueba : 100.00 g

Masa retenida : 3.42 g

**% de Pasante : 96.58%**

Estas pruebas se realizan diariamente

**3.6 Parámetros de los Ensayos:**

La ejecución de pruebas en blancos reactivos, materiales de referencia certificados, materiales de referencia internos, muestras de rutina (de planta concentradora y geoquímica) y sus resultados se presenta a continuación:

## RESULTADOS PARA EL ELEMENTO COBRE

**Tabla N° 3.7 EVALUACION DE LA CURVA DE CALIBRACION Y CALCULO DE  
PARAMETROS DE VALIDACION**

RESULTADOS Y EVALUACION DE DATOS PARA VALORES ATIPICOS

LECTURAS AA: absorvancias

NIVEL ppm	Analista AND	Analista JCA	Analista JES	PROM ABS
BLANCO 0.0000	0.0000	0.0002	0.0006	0.0002
	0.0002	0.0003	0.0000	
	0.0003	0.0002	0.0001	
	0.0004	0.0000	0.0001	
MR1 NIVEL 1 0.20	0.0263	0.0248	0.0239	0.0250
	0.0257	0.0251	0.0235	
	0.0261	0.0252	0.0244	
	0.0264	0.0247	0.0240	
MR2 NIVEL 2 1.00	0.1252	0.1201	0.1148	0.1202
	0.1267	0.1201	0.1157	
	0.1266	0.1199	0.1145	
	0.1248	0.1190	0.1171	
MR3 NIVEL 3 5.00	0.5774	0.5472	0.5319	0.5510
	0.5761	0.5398	0.5297	
	0.5766	0.5483	0.5281	
	0.5795	0.5415	0.5282	
MR4 NIVEL 4 10.00	1.0270	0.9796	0.9515	0.9895
	1.0190	0.9930	0.9564	
	1.0244	0.9886	0.9624	
	1.0291	0.9843	0.9618	
	1.0238	0.9850	0.9573	

TEST DE GRUBBS PARA 15 DATOS			
VALORES:			
1%	2.805	ATIPICO	
		REZAGADO	
5%	2.549	ACEPTADOS	

menor valor	0.0000	mayor valor	0.0006
Gm=	1.236	GM=	2.240

menor valor	0.0235	mayor valor	0.0264
Gm=	1.590	GM=	1.484

menor valor	0.1145	mayor valor	0.1267
Gm=	1.258	GM=	1.425

menor valor	0.5281	mayor valor	0.5795
Gm=	1.118	GM=	1.390

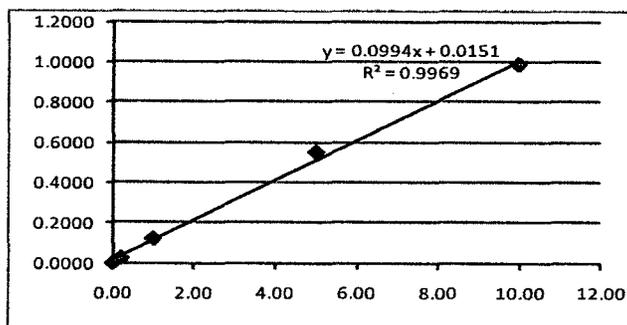
menor valor	0.9515	mayor valor	1.0291
Gm=	1.329	GM=	1.382

Luego de evaluar los datos obtenidos con el test de Grubbs se observa que en ninguno de los grupos de datos (15 datos por nivel) existe algún valor atípico o errático lo cual permite usar la mayor cantidad de datos. A partir de estos datos se determinaron otros parámetros:

**Tabla N° 3.8: CONCENTRACION vs ABSORBANCIA**

LINEALIDAD

	c (ppm)	abs practica
BK	0.00	0.0002
MRC1	0.20	0.0250
MRC2	1.00	0.1202
MRC3	5.00	0.5510
MRC4	10.00	0.9895



Criterio Propuesto:  $R^2 \geq 0.995$

Criterio Obtenido :  $R^2 = 0.9969$ .

C: La curva de calibración posee un  $R^2$  mayor al propuesto. La linealidad está comprobada

**Tabla N° 3.9: LIMITE DE DETECCION Y LIMITE DE CUANTIFICACION**

NIVEL ppm	Analista AND	Analista JCA	Analista JES	PROM ABS
BLANCO 0.0000	0.0000	0.0002	0.0006	0.0002
	0.0002	0.0003	0.0000	
	0.0003	0.0002	0.0001	
	0.0004	0.0000	0.0001	
	0.0003	0.0004	0.0001	

**Tabla N° 3.10: LIMITE DE DETECCION Y CUANTIFICACION**

LIMITE DE DETECCION

$3.3 * \text{DESVEST (Bk)} / \text{pendiente}$

LDM	Abs	0.0057
LDM	ppm	0.094
LDM	%	0.01

LIMITE DE CUANTIFICACION

$3 * \text{LDM}$

LCM	ppm	0.28
LCM	%	0.03

**LDM**

**LCM**

Criterio Propuesto : 0.01%

0.1%

Criterio Obtenido : 0.01%

0.03%

El LDM y el LCM determinado cumplen con los criterios propuestos.

La referencia tomada para el cálculo es la indicada como N° 6 en el ítem 2 de Documentos de Referencia.

**Tabla N° 3.11: RANGO DINAMICO**

	ppm T	ppm P	% Recup
LD	0.09	***	
MR1	0.20	0.10	49.80
LC	0.28	***	
MR2	1.00	1.06	105.75
MR3	5.00	5.39	107.83
MR4	10.00	9.80	98.03

LCM 

0.280
-------

MR4 

10.000
--------

% Recup Optimo: 90% - 110%

El rango dinámico es un parámetro determinado experimentalmente y que será considerado permanentemente para la ejecución de los ensayos.

El LCM y la concentración mayor que alcanza un porcentaje de recuperación práctico entre 90% y 110% son los límites de este rango.

## **SENSIBILIDAD**

### **Concentración Característica**

Se usó como material de referencia certificado aquel de concentración media en la curva de calibración: 5 ppm

Se ha establecido que éste parámetro sea cumplido antes de iniciar el ensayo (lecturas) y después de la calibración del equipo.

El criterio establecido para la verificación de la concentración característica es de +/- 5% el valor obtenido en la prueba ejecutada en la validación para 5 ppm cuya concentración característica es de 0.040 (0.038 - 0.042).

**Tabla N° 3.12: CURVA DE COBRE**

Concentrac ppm	Absorbancia	Concentrac Característica
1.00	0.1202	0.037
5.00	0.5510	0.040
10.00	0.9895	0.044
PROMEDIO		<b>0.040</b>

Para valores de concentración de la curva diferente a 5 ppm (1ppm ó 10 ppm) se aceptará una variación máxima del 10% la concentración característica de 5 ppm (0.036 – 0.044).

**Tabla N° 3.13: EVALUACIÓN DEL MATERIAL DE REFERENCIA INTERNO Y CÁLCULO DE PARÁMETROS DE VALIDACIÓN**

NIVEL	CONCENTRACIONES ppm			PROM CONC	DESVEST CONC
	Analista AND	Analista JCA	Analista JES		
	0.0170	0.024			
	0.0180	0.023	0.0277		
<b>M1</b>		0.023	0.0253	<b>0.023</b>	<b>0.004</b>
<b>RELAVE</b>	0.0170	0.023	0.0256		
		0.025	0.0265		
	0.2110	0.187	0.1928		
	0.2060	0.187	0.1882		
<b>M2</b>	0.2110	0.178	0.1883	<b>0.196</b>	<b>0.014</b>
<b>CABEZA</b>	0.2130		0.1851		
	0.2240	0.178	0.1962		
	0.7640	0.680	0.7100		
	0.7300	0.683	0.6885		
<b>M3</b>	0.7390	0.692	0.7180	<b>0.706</b>	<b>0.029</b>
<b>CONC Zn</b>	0.7360	0.668	0.6898		
	0.7320	0.666	0.6873		
	1.1480	1.072	1.0920		
	1.1500	1.024	1.0880		
<b>M4</b>	1.1000	1.012	1.0720	<b>1.085</b>	<b>0.049</b>
<b>CONC Pb</b>	1.1380	1.012	1.0640		
	1.1430	1.032	1.1240		
	28.1000	25.612	26.4760		
	27.6320	25.532	26.1280		
<b>M5</b>	28.3680	25.360	26.4200	<b>26.658</b>	<b>1.119</b>
<b>CONC Cu</b>	28.0680		26.2560		
	27.7480	25.072	26.4440		

TEST DE GRUBBS: OUTLIERS

15 datos: 10 datos  
2.549 2.29

menor valor	0.017	mayor valor	0.028
Gm=	<b>1.617</b>	GM=	<b>1.299</b>

CONCLUSION: NO HAY DATOS ATIPIICOS

menor valor	0.178	mayor valor	0.224
Gm=	<b>1.279</b>	GM=	<b>1.935</b>

CONCLUSION: NO HAY DATOS ATIPIICOS

menor valor	0.666	mayor valor	0.764
Gm=	<b>1.356</b>	GM=	<b>1.983</b>

CONCLUSION: NO HAY DATOS ATIPIICOS

menor valor	1.012	mayor valor	1.150
Gm=	<b>1.473</b>	GM=	<b>1.322</b>

CONCLUSION: NO HAY DATOS ATIPIICOS

menor valor	25.072	mayor valor	28.368
Gm=	<b>1.418</b>	GM=	<b>1.528</b>

CONCLUSION: NO HAY DATOS ATIPIICOS

Luego de evaluar los datos obtenidos con el test de Grubbs se observa que en ninguno de los grupos de datos evaluados (10 a 15 datos por nivel) existe algún valor atípico o errático lo cual permite usar la mayor cantidad de datos.

A partir de estos datos se determinaron:

### PRECISION

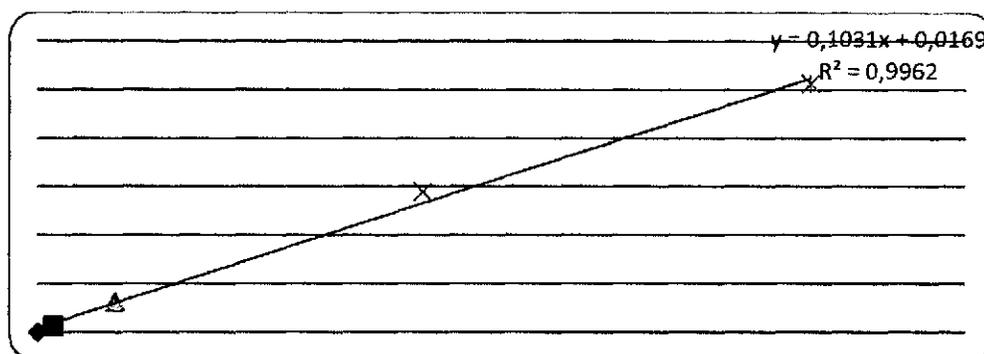
Tabla N° 3.14: REPETIBILIDAD

MRI	Conc de Refer	$CV_R = 2^{(1-0.5 \cdot \log C)}$	CVR (%)	$CVr: 0.66 \cdot CV_R$	CVr
Relave	0.031		6.75		4.453
Cabeza	0.193		5.12		3.382
Conc Zn	0.683		4.24		2.796
Conc Pb	1.103		3.94		2.601
Conc Cu	26.297		2.45		1.614

	Analista 1	Analista 2	Analista 3	CVr	Conclusión
<b>PROM M1</b>	<b>0.017</b>	<b>0.024</b>	<b>0.026</b>		<b>Analistas Precisos</b>
Desvest Repet	<b>0.001</b>	<b>0.001</b>	<b>0.001</b>		
CV	0.305	0.310	0.302	0.453	
<b>PROM M2</b>	<b>0.213</b>	<b>0.182</b>	<b>0.190</b>		<b>Analistas Precisos</b>
Desvest Repet	<b>0.007</b>	<b>0.005</b>	<b>0.004</b>		
CV	0.337	0.395	0.293	0.382	
<b>PROM M3</b>	<b>0.740</b>	<b>0.678</b>	<b>0.699</b>		<b>Analistas Precisos</b>
Desvest Repet	<b>0.014</b>	<b>0.011</b>	<b>0.014</b>		
CV	0.358	0.343	0.345	0.296	
<b>PROM M4</b>	<b>1.136</b>	<b>1.030</b>	<b>1.088</b>		<b>Analistas Precisos</b>
Desvest Repet	<b>0.021</b>	<b>0.025</b>	<b>0.023</b>		
CV	0.305	0.302	0.292	0.260	
<b>PROM M5</b>	<b>27.983</b>	<b>25.394</b>	<b>26.345</b>		<b>Analistas Precisos</b>
Desvest Repet	<b>0.295</b>	<b>0.239</b>	<b>0.148</b>		
CV	0.053	0.041	0.032	0.036	

**Tabla 3.15: CONCENTRACION vs ABSORVANCIA**

Conc (mg/L)	Lecturas Abs					Abs prom
0.00	0.0000	0.0002	0.0003	0.0004	0.0003	0.0002
0.20	0.0263	0.0257	0.0261	0.0264	0.0261	0.0261
1.00	0.1252	0.1267	0.1266	0.1248	0.1260	0.1259
5.00	0.5774	0.5761	0.5766	0.5795	0.5776	0.5774
10.00	1.0270	1.0190	1.0244	1.0291	1.0238	1.0247



**Figura: 3.3 Absorbancia vs Concentración**

**Tabla 3.16: RESULTADOS PARA LAS MUESTRAS REFERENCIALES**

ppm	Relave	Alimentación	Conc Zn	Conc Pb	Conc Cu
M1	0.17	1.12000	7.3	0.275	7.025
M2	0.18	1.15000	7.36	0.284	6.908
M3	0.17	1.13000	7.32	0.285	6.937
<b>PROMEDIO</b>	<b>0.17</b>	<b>1.13</b>	<b>7.33</b>	<b>0.28</b>	<b>6.96</b>
<b>DESVEST</b>	<b>0.0058</b>	<b>0.0153</b>	<b>0.0306</b>	<b>0.0055</b>	<b>0.0609</b>
<b>DESVEST(%)</b>	<b>0.0006</b>	<b>0.0015</b>	<b>0.0031</b>	<b>0.0006</b>	<b>0.0061</b>
<b>RAIZ (3)</b>	<b>1.7321</b>	<b>1.7321</b>	<b>1.7321</b>	<b>1.7321</b>	<b>1.7321</b>
<b><math>u_{Rep}</math></b>	<b>0.0033</b>	<b>0.0088</b>	<b>0.0176</b>	<b>0.0032</b>	<b>0.0352</b>

**Tabla 3.17: RESUMEN DE RESULTADOS ESTADÍSTICOS**

<b>Parámetro</b>	<b>Criterio Propuesto</b>	<b>Criterio Obtenido</b>
Homogeneización	DRP < 10%	P: 2.48; 6.33; 3.48; 1.36
		Ch: 7.11; 9.95; 5.87; 1.31
Granulometría	Chancado: > 70%	76.75%
	Pulverizado: > 95%	96.58%
Linealidad	$R^2 \geq 0.995$	$R^2 = 0.9969$
Límite de Detección	0.01%	0.01%
Límite de Cuantificación	0.1%	0.03%
Rango Dinámico	----	0.28 ppm – 10 ppm (en la curva)
Sensibilidad	----	Conc Caract Cu: 0.04+/- 0.002 (5 ppm)
		Conc Caract Cu: 0.04+/- 0.004 (dif a 5 ppm)
		Pendiente: 0.0994 (Abs/Conc)
Precision		
*Repetibilidad (CVr)	Relave : 4.453	3.331 ; 3.610 ; 4.103
	Cabeza : 3.382	3.132 ; 2.995 ; 2.298
	Conc Zn : 2.796	1.858 ; 1.643 ; 2.041
	Conc Pb : 2.601	1.809 ; 2.402 ; 2.128
	Conc Cu : 1.614	1.053 ; 0.941 ; 0.562
*Precision Intermedia	F mayor: 19.25	F mayor: 3.97
	F menor: 6.39	F menor: 1.07
*Reproducibilidad (LR)	Relave : 0.023	Difer Lab Ext – LQCH : 0.008
•	Cabeza : 0.016	0.002
•	Conc Zn : 0.041	0.023
•	Conc Pb: 0.058	0.019
•	Conc Cu: 0.977	0.269
Incertidumbre	----	Según nivel de cobre en la muestra

De acuerdo a los resultados obtenidos se establece que el método de Espectrofotometría por Absorción Atómica para la determinación de cobre en diferentes matrices de minerales trabajados en el Laboratorio Químico de Huarón resulta válido para el alcance de 0.03% a 30%.

**Tabla 3.18: RESULTADOS PARA EL ELEMENTO PLOMO**

RESULTADOS Y EVALUACION DE DATOS PARA VALORES ATIPICOS

LECTURAS AA: absorvancias

NIVEL ppm	Analista AND	Analista JCA	Analista JES	PROM ABS
BLANCO 0.0000	0.0010	0.0002	0.0000	0.0005
	0.0006	0.0009	0.0005	
	0.0001	0.0004		
	0.0010	0.0010	0.0001	
	0.0001	0.0008		
MR1 NIVEL 1 0.60	0.0158	0.0127	0.0129	0.0139
	0.0164	0.0126	0.0128	
	0.0145	0.0126	0.0135	
	0.0156	0.0138	0.0146	
	0.0149	0.0128	0.0132	
MR2 NIVEL 2 5.00	0.1344	0.1045	0.1023	0.1149
	0.1336	0.1058	0.1040	
	0.1332	0.1068	0.1081	
	0.1346	0.1067	0.1029	
	0.1330	0.1055	0.1075	
MR3 NIVEL 3 10.00	0.2386	0.1921	0.1823	0.2059
	0.2381	0.1927	0.1854	
	0.2382	0.1927	0.1829	
	0.2360	0.1920	0.1978	
	0.2396	0.1909	0.1891	
MR4 NIVEL 4 20.00	0.3930	0.3202	0.3554	0.3581
	0.3937	0.3176	0.3616	
	0.3945	0.3209	0.3512	
	0.3949	0.3206	0.3619	
	0.3940	0.3208	0.3705	

TEST DE GRUBS PARA 15 DATOS			
			VALORES:
1%	2.806	ATIPICO	
5%	< 2.549	ACEPTADOS	

menor valor	0.0000	mayor valor	0.0010
Gm=	1.317	GM=	1.239

menor valor	0.0126	mayor valor	0.0164
Gm=	1.014	GM=	1.919

menor valor	0.1023	mayor valor	0.1346
Gm=	0.902	GM=	1.417

menor valor	0.1823	mayor valor	0.2396
Gm=	0.987	GM=	1.410

menor valor	0.3176	mayor valor	0.3949
Gm=	1.282	GM=	1.167

Por lo tanto, el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica para la determinación de plata en diferentes matrices de minerales trabajados en el Laboratorio Químico de la Cía. Panamericansilver-Huarón, resulta válido para el alcance de 0.05 g/TM hasta 2000 g/TM.

### **3.6. CONTROL DE CALIDAD**

El documento incluye el control de calidad el cual se realizara con diferentes periodos de aplicación según los parámetros a evaluar, se lleva a cabo un seguimiento de los parámetros de control más críticos.

### **3.7. REGISTROS**

El método validado y los documentos generados en el proceso, serán conservados por un periodo de 5 años.

### **3.8. REVALIDACION.**

Cualquier cambio en el documento o en el método de ensayo sea de forma (personal, cambio de ambientes o equipos de trabajo) o de fondo (cambio en las características intrínsecas del método), así como cualquier resultado que este influenciado por errores sistemático del procedimiento, origina la necesidad de revalidar el método. De conservarse todas las características iniciales será revalidado cada 5 años.

## **CAPÍTULO IV**

# **EXPERIENCIA PROFESIONAL Y APORTES**

En este capítulo se presenta una relación en las que laboré desde el año 1981 hasta la fecha:

**1. MINERA YAULI**

Planta Concentradora

**2. MINERA CENTRAMINAS**

Planta Concentradora

**3. MINERA SANTA RITA**

Planta Concentradora

**4. CERQUIME**

**Analista Químico**

Realizando ensayos, de minerales, concentrados, metales ferrosos y no ferrosos, relaves por colorimetría, vía clásica y absorción atómica con equipo PYE UNICAM SP 99.

Analizando toda clase de metales, aleaciones, soldaduras, análisis de todo tipo de soluciones y agua.

Asesoramiento a laboratorios de Compañías Mineras.

**5. MINERA YAULI**

**Supervisor de Laboratorio**

Control de Personal

Realizando ensayos de minerales, concentrados, relaves, agua de mina y reactivos de planta por vía clásica y absorción atómica con equipo PYE UNICAM SP 99.

Cambio de métodos de ensayos para plomo de molibdato de amonio por EDTA III, cinc de ferrocianuro de potasio por EDTA III y cobre de permanganato de potasio a yodometría

Control de calidad y despachos de concentrados.

## **6. FUNDECONSA**

### **Supervisor de Laboratorio**

Control de Personal

Realizando ensayos de materia prima (concentrados de Pb, caliza, sílice, pellets de Fe, etc.)

Productos intermedios (espuma de Cu, Sb, Bi, Zn, Ag, etc., metales y Speiss de Cu, Bullion de Ag, Doré de Ag, lodos anódicos, etc.) y productos finales (Pb refinado, Ag refinado Au Bullion), por vía clásica y absorción atómica con un equipo PERQUIN ELMER 2380.

Control de calidad de materias primas y productos finales.

## **7. CENTROMIN - PERU S.A. - La Oroya**

### **Supervisor de Laboratorio**

Control de Personal.

Realizando ensayos de muestras especiales y verificación de resultados de sus diferente unidades de producción.

Realizando ensayos de todo tipo de insumos y productos de la fundición y refinerías por Colorimetría, Rayos X, Espectrografía, Espectrometría, Vía Clásica y Absorción Atómica con equipo PERQUIN ELMER 403 y 503.

## **8. NEGOCIACION MINERA LIZANDRO PROAÑO**

### **Jefe de Laboratorio**

Control de Personal.

Realizando ensayos de minerales, concentrados, relaves, agua de mina y reactivos de planta por Vía Clásica.

Cambio de métodos de análisis para plomo de molibdato de amonio a EDTA III .

Realizando pruebas metalúrgicas para la recuperación de oro por medio de selección selectiva de pirita y arsenopirita y otros tipos de pruebas.

Apoyando en la supervisión de la planta concentradora, control de calidad y manipulación de concentrados.

Despachos de concentrados.

Elaboración del inventario general de laboratorio y pedidos de materiales de trabajo.

## **9. INDUSTRIAS MILITARES (FABLE)**

### **Jefe de Laboratorio Químico**

Control de Personal

Realizando ensayos de latones por vía clásica, por colorimetría y espectrometría con EQUIPO BAIRD 10000.

Control de calidad de los productos finales.

## **10. EMPRESA MINERA SAN JUAN DE LUCANAS**

### **Jefe de Laboratorio**

Control de Personal

Realizando ensayos de minerales, concentrados, relaves y reactivos de planta por Vía Clásica.

Control de calidad, manipulación y transporte de concentrados.

Estudio y prueba para la flotación selectiva de Pb-Ag-Au, y Zn-Ag-Au.

Mejoramiento en la infraestructura para facilitar las operaciones.

#### **11. CIA. MINERA SANTA LUISA S.A.**

##### **Jefe de Ensayes Químicos.**

Control de Personal.

Realizando ensayos de agua de mina, reactivos de planta, minerales, concentrados, relaves por Vía Clásica y Absorción Atómica con equipos de PERQUIN ELMER 308 y 3030.

Control de calidad en despachos de concentrados.

Estudio de prueba metalúrgica para el mejoramiento en la recuperación de Cinc.

Mejoramiento en la infraestructura para facilitar las operaciones.

#### **12. SOCIEDAD MINERA SANTA RITA - CAROLINA**

##### **Jefe de Laboratorio**

Control de Personal

Realizando ensayos de aguas de mina, reactivos de planta, minerales, concentrados, relaves por Vía Clásica y Absorción Atómica con equipo PYE UNICAM SP 99.

Control de calidad y manipulación de concentrados, despachos de concentrados.

Mejoramiento en la infraestructura para facilitar las operaciones.

#### **13. SERGAL SAC**

##### **Jefe de control de calidad**

Control del personal.

Realizando ensayos de : Materia Prima (tierras de batería, chatarra de plomos, etc.); Productos Intermedios (espumas de Fe, Cu, Sb, Sn, etc.); Productos Finales (Pb refinado) y Productos Galvanizado (Al, Zn, Pb, soluciones, etc.)

#### **14. COMPAÑIA MINERA SAN VALENTIN S.A.**

##### **Jefe de Laboratorio**

Control del personal.

Realizando ensayos de muestras de Mina, Planta, Aguas por Absorción Atómica con un Equipo PERKIN ELMER AAnalyst 100.

Control de calidad y despacho de concentrados.

Apoyo a Planta con ensayos de CuOx, PbOx, ZnOx y análisis de mallas para que optimicen sus operaciones.

Elaboración de Inventario General.

Mejoramiento en la infraestructura para facilitar las operaciones.

#### **15. COMPAÑIA MINERA PANAMERICAN SILVER S.A.C.-HUARON**

##### **Asistente de Laboratorio**

Control del personal.

Realizando ensayos de muestras de Mina, Planta, Aguas por Absorción Atómica con un Equipo PERKIN ELMER AAnalyst 300.

Control de calidad y despacho de concentrados.

Apoyo a Planta con ensayos de PbOx, ZnOx y análisis de mallas para que optimicen sus operaciones

Elaboración de Inventario General.

Mejoramiento en la infraestructura para facilitar las operaciones.

**16. COMPAÑIA MINERA PODEROSA S.A.**

**Asistente de Laboratorio**

Supervisión

Operación de equipo de Absorción Atómica con Equipo PERKIN ELMER AAnalyst 300.

**17. COMPAÑIA MINERA PANAMERICAN SILVER S.A.C.-ARGENTUM**

**Encargado de Laboratorio**

Control del personal.

Realizando ensayos de muestras de Mina, Planta, Aguas por Absorción Atómica con un Equipo PERKIN ELMER AAnalyst 300.

Control de calidad y despacho de concentrados.

Apoyo a Planta con ensayos de PbOx, ZnOx y análisis de mallas para que optimicen sus operaciones

Elaboración de Inventario General.

Mejoramiento en la infraestructura para facilitar las operaciones.

**18. COMPAÑIA MINERA AUSTRIA DUVAZ S.A.**

**Jefe de Laboratorio**

Control del personal.

Cambio de métodos de ensayos volumétricos del Molibdato de amonio y Ferrocianuro de potasio por el EDTA

Instalación y operación de equipo de Absorción Atómica con Equipo THERMO ELECTRON

## **19. SGS - HUARON**

### **Jefe de Laboratorio**

Control del personal.

Realizando ensayos de muestras de Mina, Planta, Aguas por Absorción Atómica con un Equipo PERKIN ELMER AAnalyst 300. y AAnalyst 400

Certificación y Recertificación del Laboratorio con la ISO 9001-2008.

Supervisión y Control de Calidad de despachos de concentrados.

Apoyo a Planta con ensayos de PbOx, ZnOx y análisis de mallas para que optimicen sus operaciones

Elaboración de Inventario General.

Mejoramiento en la infraestructura para facilitar las operaciones

## CONCLUSIONES

- El método de Espectrofotometría de Absorción Atómica para la determinación de plata en diferentes matrices de minerales trabajados en el Laboratorio Químico de la Cía. Minera Huaron S. a. A., resulta válido para el alcance de 0.05 g/TM hasta 2000 g/TM.
- De acuerdo a los resultados obtenidos se establece que el método de Espectrofotometría por Absorción Atómica para la determinación de cobre en diferentes matrices de minerales trabajados en el Laboratorio Químico de Huaron resulta válido para el alcance de 0.03% a 30%.
- El método de Espectrofotometría de Absorción Atómica para la determinación de plata en diferentes matrices de minerales trabajados en el Laboratorio Químico de la Cía. Panamericansilver Huaron, resulta válido para el alcance de 0.05 g/TM hasta 2000 g/TM.
- Los equipos usados deben ser verificados cada vez que se ensaya en los parámetros que reportan (masa, temperatura, humedad relativa, absorbencias):
- El ataque químico, para ser completo, debe culminar con la digestión de la muestra hasta alcanzar un estado “pastoso” de la muestra, aspecto particular para el proceso de digestión en el Laboratorio Químico de Huaron-SGS del Perú SAC.

## RECOMENDACIONES

- Se usó como material de referencia certificado aquel de concentración media en la curva de calibración: 5 ppm.
- La preparación de equipos para el ensayo debe tener mayor precisión.
- En el análisis de matrices la obtención de los resultados debe ser eficaz
- La ecuación proporciona la incertidumbre resultante de cálculo de la concentración del analito como respuesta del equipo.
- El perfil del Personal debe reunir un perfil de Analista con bastante experiencia.
- Los Materiales de Referencia deben ser Validados por Laboratorios Acreditados.
- Las Balanzas Analíticas deben ser Calibrados al menos una vez al año.
- Los Termohigrómetros de las salas de Balanza y de Absorción Atómica, para medir las Condiciones Ambientales, también deben estar Calibrados.

## REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA

- 8.1 Standard Methods of Chemical Analysis , FURMAN N.H. , Volume I , Sixth Edition, . Robert E. Krieger Publishing , Company Malaber, Florida USA 1985, pag 395 - 423
- 8.2 Química Analytical Quantitative , Arthur I. Vogel . Editorial Kapelusz, Argentina 1960 , pag 463-479.
- 8.3 ISO 10378:1994 Copper, lead and zinc Ores and Concentrates – Determination of copper content - Titrimetric methods.
- 8.4 Norma Internacional ISO/IEC 17025:2005 "Requisitos Generales para la Competencia de Laboratorios de Calibración y Ensayo"
- 8.5 Eurachem Guide. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. First Internet Versión, December 1998. First English Edition 1.0 - 1998
- 8.6 ENAC. Guía Para Los Laboratorios Que Realizan Validaciones De Métodos De Análisis Químicos G-Cs-q-02 Rev. Octubre/2013
- 8.7 Manual del Equipo Perkin Elmer AAnalyst 300-400. 2012
- 8.8 Quality Assurance and Quality Control in the Analytical Chemical Laboratory. A Practical Approach. by Taylor & Francis Group, LLC. 2009.

**ANEXOS**  
**INSTRUCTIVOS, INSTRUCTIVOS OPERATIVOS Y**  
**METODOS**

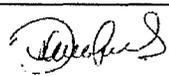


**REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO**

<b>Título</b>	<b>Código</b>	<b>Revisión</b>	<b>Fecha de aprobación (Mes/Año)</b>	<b>Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)</b>
CODIFICACIÓN DE MUESTRAS	LH-I-01	02	SETIEMBRE 2014	SETIEMBRE 2014

<b>ELABORADO POR:</b>	<b>FIRMA</b>	<b>FECHA</b>
ANGEL ROMERO		Septiembre 2014
PAOLO BERMUDEZ		Septiembre 2014

<b>REVISADO POR:</b>	<b>FIRMA</b>	<b>FECHA</b>
----------------------	--------------	--------------

ANGEL ROMERO		Septiembre 2014
ALINA MUÑANTE		Septiembre 2014
CARLOS QUISPE		Septiembre 2014

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		Septiembre 2014

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de OI

## 1. OBJETIVO

Se ha establecido una instrucción para garantizar la codificación de las muestras durante la atención de una orden de ensayo y asegurar que se guarde trazabilidad durante los ensayos y el almacenamiento respectivo.

## 2. CAMPO DE APLICACIÓN

La presente instrucción es de aplicación en el Laboratorio Químico SGS – Huarón.

## 3. RESPONSABILIDADES

3.1 El Jefe y/o Asistente de Laboratorio Químico es el responsable de implementar, mantener y verificar que se cumpla con lo establecido en la presente instrucción.

3.2 Los preparadores de muestras son responsables de aplicar la presente instrucción para la ejecución de los ensayos.

## 4. INSTRUCCIONES

### 4.1 SISTEMA DE CODIFICACIÓN DEL SERVICIO DE ENSAYO

4.1.1 El sistema de codificación que se adopta a lo largo de todo el ensayo es alfa numérico de 9 dígitos, los dos primeros alfabéticos identifican a Laboratorio Huaron a través de “LH” y los 7 dígitos siguientes son numéricos: los dos primeros dígitos identifica el año y los últimos el correlativo de las órdenes de ensayo.

Ejemplo:

LH1401053

Donde:

LH : Laboratorio Huaron

14 : Año 2014

01053 : es el numero correlativo de ingreso como orden de ensayos para laboratorio

4.1.2 Los documentos utilizados durante la atención del servicio adoptan esta codificación. Los reportes finales al cliente indican el código de la muestra indicado por el cliente mas el código de la orden de ensayo generado por el CCLAS.

4.1.3 Al momento de generar la orden de ensayo se tiene automáticamente Worksheet y las etiquetas en donde se detalla lo siguiente:

- Código interno generado por el CCLAS
- Fecha de ingreso al laboratorio
- Descripción o código del cliente
- Identificación del Cliente.

## **4.2 SISTEMA DE CODIFICACIÓN DE LAS MUESTRAS PARA EL ENSAYO**

**4.2.1** Cuando se recepciona una o más muestras por orden de ensayo, la codificación que se utiliza es la siguiente:

Se emplea la codificación de la orden de ensayo , seguida del correlativo del número de muestra en forma ascendente y ordenada. Según el envío del cliente.

Ejemplo:

Si la orden es para el ensayo de 3 muestras , estas se codifican de la siguiente manera:

LH1400411/01

LH1400411/02

LH1400411/03

**4.2.2** Esta codificación debe permanecer durante todo el ensayo y en el reporte final de resultados en donde también se considera el código interno del cliente tal cual es emitido.

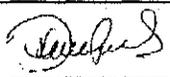
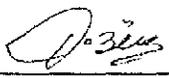
Nota: Para el caso de las contramuestras se imprimirá etiqueta.

**4.2.3** Cuando finaliza el ensayo, las muestras se llevan al almacén conservando esta misma codificación ubicándolos en los niveles correspondientes del estante y por fechas.

**SGS**

### REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

Título	Código	Revisión	Fecha de aprobación (Mes/Año)	Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)
PREPARACIÓN DE MUESTRAS EXPLORATORIAS-GEOLOGIA	LH-I-03	03	SETIEMBRE 2014	SETIEMBRE 2014

ELABORADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		Septiembre 2014
PAOLO BERMUDEZ		Septiembre 2014

REVISADO POR:	FIRMA	FECHA
---------------	-------	-------

ANGEL ROMERO		Septiembre 2014
ALINA MUÑANTE		Septiembre 2014
CARLOS QUISPE		Septiembre 2014

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		Septiembre 2014

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de OI

## 1. OBJETIVO

Se han establecido todas las actividades que involucra la preparación de muestras para obtener las características de tamaño de partícula establecidas bajo normas de seguridad y buenas prácticas de Laboratorio.

## 2. CAMPO DE APLICACIÓN

La presente instrucción es de aplicación en el área de preparación de muestras del Laboratorio Químico SGS Huarón.

## 3. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

- LH-I-01: Codificación de Muestras
- LH-I-04: Homogenizado y Reducción de muestras por Divisor Riffle
- LH-I-09: Entrega y Recepción de Muestras.

## 4 RESPONSABLES

4.1 El Jefe y/o Asistente de Laboratorio es el responsable de implementar, mantener y hacer cumplir lo establecido en la presente instrucción.

4.2 Los preparadores de muestra son responsables de conocer, aplicar e implementar la presente instrucción bajo normas de calidad y seguridad.

## **5. NORMAS DE SEGURIDAD.**

5.1 EPP básico (Lentes de seguridad, tapones auditivos, guantes de cuero, zapatos de seguridad, mameluco, mascarilla de media cara con filtros para polvo, casco, guantes de látex).

## **6. INSTRUCCIÓN**

### **6.1 RECEPCIÓN DE MUESTRAS:**

6.1.1 El cliente envía sus muestras codificadas durante el día a los ambientes de preparación.

6.1.2 El operador que recibe las muestras verifica la existencia de los códigos, si hay faltantes o no coinciden los códigos se notifica a la persona que deja la muestra y se deja como pendiente el ingreso de dichas muestras.

6.1.3 Si todo es conforme o se corrigió el error, se registra el ingreso de muestras en el formato Registro de Ingreso de Muestras D-LH-I-05-01.

### **6.2 CODIFICACIÓN**

6.2.1 Los preparadores de muestras proceden a ordenar las muestras para ingresarlas al CCLAS. Se ingresan los datos generales de la orden (cliente, producto, # de muestras, código de orden del cliente y marcará incluir controles.

6.2.2 El preparador de muestras coloca papel Kraft en las bandejas de secado que están sobre la mesa de trabajo, luego vierte las muestras en las bandejas, las mismas que serán colocado posteriormente en la estufa de secado.

6.2.3 Luego proceden a capturar los códigos de muestra con el escáner y verifican en el sistema si los códigos capturados son los que se registraron en el file de Recepción de muestras por el personal de geología de mina Huaron. Una vez completado, se apertura la orden de trabajo que asigne el sistema.

6.2.4 Las etiquetas que identifican a las muestras, deberán incluirse dentro de la bandeja de secado de tal manera que nos permita realizar la trazabilidad de la muestra teniendo cuidado que no se deterioren.

6.2.5 En el Job, en la orden aperturada, se deberá ingresar los métodos y la fecha de ingreso (registrada en el formato de recepción de muestras) y se generará la orden. El sistema asigna el código de la orden.

6.2.6 Se procede a imprimir el Presheet y las etiquetas desde el CCLAS.

### **6.3 SECADO**

6.3.1 Una vez que se generó la orden en el CCLAS, las bandejas conteniendo las muestras húmedas son ingresadas a la estufa de secado a una temperatura de secado de 120°C +/- 10 °C.

6.3.2 Se verificará la temperatura de trabajo de la estufa con ayuda del Termómetro Digital Calibrado, registrar los datos obtenidos en el registro D-LH-IO-01-01 Registro de Verificación de Operatividad de Estufa de Secado.

6.3.3 Finalizado el secado, el operador verifica que las muestras se encuentran secas introduciendo una espátula en la muestra, si se adhieren partículas significa que está húmeda y deben dejar la muestra más tiempo. Una vez secas las muestras, se ordenan las bandejas para pasar a la etapa siguiente:

### **6.4 CHANCADO:**

#### **6.4.1 CHANCADO PRIMARIO:**

6.4.1.1 El responsable de chancado primario verifica la entrega de la totalidad de muestras y procede con la operación de chancado primario. El chancado se realiza para obtener una granulometría aproximada de +/- ¼, la limpieza se realiza con aire comprimido entre muestra y muestra.

6.4.1.2 En cada orden se deberá realizar tres limpiezas con cuarzo al inicio, intermedio y al final de cada orden y cuando el criterio se lo indique (ejemplo, si se quedara muestras entre las quijadas de la chancadora, etc.) Se mantendrá el Registro D-LH-IO-02-01 de Control de Limpieza – Chancado Primario.

**Nota:**

El chancado primario se realiza en caso las muestras tengan una granulometría superior a las 3 pulgadas, esto con la intención de que el equipo no se sobre esfuerce y pudiera dañarse. En caso que la granulometría estuviera por debajo de las 3 pulgadas, se puede obviar el chancado primario y se procedería directamente con el chancado secundario.

#### **6.5.1 CHANCADO SECUNDARIO:**

- 6.5.1.1 Finalizado el chancado primario, se procede a realizar el chancado secundario, El chancado se realiza para obtener una granulometría aproximada de +/- 2 mm. (con el criterio de aceptación de  $\geq 80\%$  a malla 10) []
- 6.5.1.2 La verificación granulométrica se realiza al 2% del total de las muestras de la orden generada. Esto se realiza en el Registro de Verificación de Granulometría de Chancado Secundario a malla 10, D-LH-IO-02-03.
- 6.5.1.3 En esta etapa se debe realizar una limpieza inicial, intermedia y final con cuarzo, cabe resaltar que entre muestra y muestra, el operador debe realizar la limpieza de la chancadora con aire comprimido y con cuarzo cuando el criterio se lo indique. Se mantendrá el Registro D-LH-IO-02-02 Control de Limpieza – Chancado Secundario.
- 6.5.1.4 Además se realiza el control de pérdida de peso de muestra al 2% del total de muestras por cada orden, por lo que el operador registrará el peso inicial (muestra antes de chancar) y peso final (muestras después de chancar) así también calculará la pérdida en el registro D-LH –IO-02-04 Control de Pérdida de Muestra en la Etapa de Chancado.

## **6.6 DIVISIÓN POR RIFFLE:**

- 6.6.1 Terminado el chancado secundario se homogenizará la muestra pasando dos veces toda la muestra por el divisor riffle y luego se procederá a reducirla hasta obtener un peso aprox. de 150 gramos, luego son embolsadas en los sobres de polietileno identificados con etiquetas con códigos de barras, una vez vertida la muestra en el sobre, se enrollan y se colocan en forma ordenada para su posterior pulverizado.
- 6.6.2 En el caso que el operador observe que las muestras contienen algo de humedad deberá realizar secado preventivo, vertiéndola en bandejas pequeñas de aluminio que previamente han sido cubiertas con papel kraft identificando en una de las esquinas la orden de análisis y el correlativo de la muestra, una vez secas se procede al pulverizado directo.
- 6.6.3 Una vez finalizado con la división de la muestra, los rechazos se van acumulando en una carretilla para su posterior traslado y desecho en la faja de alimentación en planta concentradora.

## **6.7 PULVERIZADO:**

- 6.7.1 El pulverizado se realiza hasta obtener una granulometría  $>95\%$  a –

Malla 140, la limpieza se realiza con aire comprimido entre muestra y muestra y arena silicosa cada 5 muestras o cuando el operador observe que el mineral está pegado a la olla, Se debe de registrar la limpieza inicial, intermedia y final en el formato D-LH-IO-03-02 Control de Limpieza – Pulverizado. El tiempo de pulverizado es de 2 a 3 minutos.

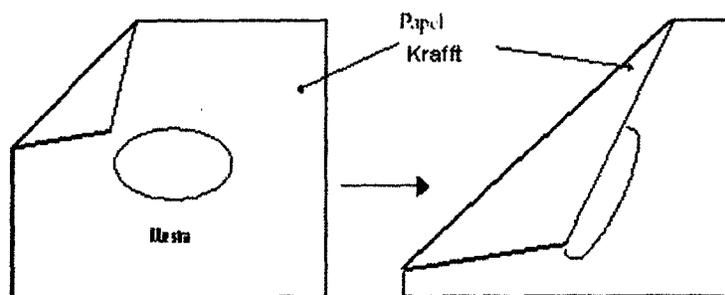
6.7.2 En caso que se presenten rasgos de material que no este totalmente pulverizado, es necesario re-pulverizar toda la muestra teniendo cuidado de que no se compacte a la olla.

6.7.3 La muestra fina (>95% malla –140) es colocada sobre el papel glassine, para homogenización, lo cual consiste en coger una esquina del papel, tirar suavemente en dirección de la diagonal del papel, haciendo que la muestra se mezcle poco a poco, este paso se repite igual 4 veces por cada esquina. (Esquema 1).

6.7.4 Si el cliente solicita un sobre adicional como contra muestra, se procede a formar una torta circular de la muestra pulverizada mediante manteos, la cual es dividida en cuatro partes iguales donde se toma dos extremos opuestos para una bolsa y el restante para la otra bolsa, previamente cada sobre deberá estar identificado con los mismos códigos. (se realiza la misma operación en caso de los Duplicados).

6.7.5 La verificación de granulometría se realizará al tacto y además con la malla de trabajo 140 al 2% del número total de muestras por cada orden y se registrará en el formato D-LH-IO-03-01 Registro de Verificación de Granulometría – Pulverizado (malla 140).

Esquema 1.



6.7.6 En esta etapa también se realiza el control de pérdida de peso de muestra, por esto el operador procederá a tomar los pesos, registrar y

calcular los datos en el formato D-LH-IO-03-03 Control de Pérdida de Muestra en la Etapa de Pulverizado [].

## 6.8 CONSIDERACIONES DE SEGURIDAD Y MEDIO AMBIENTE.

El uso de los EPP es obligatorio en todas las áreas del Laboratorio. Tener en cuenta el compromiso de Prevención de la contaminación en todas las actividades. Si se van a realizar tareas nuevas se hará un Análisis de Riesgo de las tareas a realizar.

## 6.9 REGISTRO Y ARCHIVOS

<u>Código</u>	<u>Nombre/ Título</u>	<u>Categoría</u>	<u>Responsable</u>	<u>Lugar</u>	<u>Clasificación</u>	<u>Tiempo de retención</u>
D-LH-IO-01-01	Registro de Verificación Operativa – Estufa de Secado	A	<u>Preparador de Muestra y/o Analista</u>	<u>Laboratorio SGS Huaron</u>	<u>Por mes</u>	<u>Anual</u>
D-LH-IO-02-01	Control de Limpieza- Chancado Primario / Secundario	B	<u>Preparador de Muestra y/o Analista</u>	<u>Laboratorio SGS Huaron</u>	<u>Por mes</u>	<u>Anual</u>
D-LH-IO-02-03	Registro de Verificación de Granulometría: Chancado (malla 10)	A	<u>Preparador de Muestra y/o Analista</u>	<u>Laboratorio SGS Huaron</u>	<u>Por mes</u>	<u>Anual</u>
D-LH-IO-02-04	Control de Pérdida de muestras en la Etapa de Chancado	A	<u>Preparador de Muestra y/o Analista</u>	<u>Laboratorio SGS Huaron</u>	<u>Por mes</u>	<u>Anual</u>
D-LH-IO-03-01	Registro de Verificación de Granulometría: Pulverizado(malla	A	<u>Preparador de Muestra y/o Analista</u>	<u>Laboratorio SGS Huaron</u>	<u>Por mes</u>	<u>Anual</u>

	140)					
D-LH-IO-03-02	Control de Limpieza-Pulverizado	B	<u>Preparador de Muestra y/o Analista</u>	<u>Laboratorio SGS Huaron</u>	<u>Por mes</u>	<u>Anual</u>
D-LH-IO-03-03	<u>Control de Pérdida de muestras en la Etapa de Pulverizado</u>	A	<u>Preparador de Muestra y/o Analista</u>	<u>Laboratorio SGS Huaron</u>	<u>Por mes</u>	<u>Anual</u>
D-LH-I-09-01	Registro de Recepción de Muestras de geología	B	<u>Preparador de Muestra y/o Analista</u>	<u>Laboratorio SGS Huaron</u>	<u>Por mes</u>	<u>Anual</u>
D-LH-IO-01-01	Hoja preliminar PRESHEET	B	<u>Preparador de Muestra y/o Analista</u>	<u>Laboratorio SGS Huaron</u>	<u>Por documento</u>	<u>Anual</u>

## REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

Título	Código	Revisión	Fecha de aprobación (Mes/Año)	Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)
HOMOGENIZADO Y REDUCCIÓN DE MUESTRAS POR DIVISOR RIFLE	LH-I-04	03	MARZO 2015	MARZO 2015

ELABORADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
PAOLO BERMUDEZ		MARZO 2015

REVISADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
ALINA MUÑANTE		MARZO 2015
CARLOS QUISPE		MARZO 2015

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		MARZO 2015

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de OI

1. **OBJETIVO**

- 1.1 Se ha establecido una instrucción para garantizar la reducción de tamaño de las muestras y la obtención de una sub-muestra homogénea y representativa.

2. **CAMPO DE APLICACIÓN**

- 2.1 La presente instrucción es de aplicación en el área de Preparación de Muestras del Laboratorio SGS – Huarón.

3. **DOCUMENTOS DE REFERENCIA**

- 3.1 LH-I-01 Codificación de documentos y muestras.

4. **RESPONSABLES**

- 4.1 El Jefe de Laboratorio y/o asistente es el responsable de implementar, mantener y verificar que se cumpla con lo establecido en la presente instrucción.
- 4.2 Los preparadores de muestra son responsables de conocer, aplicar e implementar la presente instrucción bajo normas de calidad y seguridad.

5. **NORMAS DE SEGURIDAD**

- 5.1 EPP básico (Lentes de seguridad, tapones auditivos, guantes de cuero, zapatos de seguridad, mameluco, mascarilla de media cara con filtros para polvos, casco, guantes de látex).

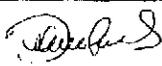
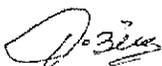
6. **INSTRUCCIONES**

- 6.1 Encender el equipo de extracción de polvos.
- 6.2 Asegurar que la instalación esté completamente limpia, especialmente que no exista restos de muestra entre las cañas y bandejas colectoras para ello limpiar bien con aire comprimido.
- 6.3 Colocar en los extremos del divisor las bandejas vacías que colectarán el material a homogenizar.

- 6.4 Verter las muestras a homogenizar en dos bandejas.
- 6.5 Alimentar el producto por el centro de las cañas cuidadosamente evitando derrames al exterior de las bandejas colectoras.
- 6.6 Retirar las bandejas colectoras de los extremos del divisor y reemplazarlos por las otras dos bandejas y repetir 2 veces con el fin de homogenizar antes de la división.
- 6.7 Luego, dividir la muestra unos 150 g aproximadamente.
- 6.8 Vaciar el contenido dividido en un sobre de papel kraft codificado de acuerdo a la instrucción LH-I-01.
- 6.9 El resto desechar y si el cliente lo solicita regresar el resto de la muestra a su bolsa original, amarrarla con rafia teniendo el cuidado de que se pueda ver el código del cliente para una rápida identificación y colocarla en sacos inmediatamente. []

## REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

Título	Código	Revisión	Fecha de aprobación (Mes/Año)	Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)
PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE CONCENTRADOS DE MINERALES (DESPACHO) Y DETERMINACION DE HUMEDAD	LH-I-05	08	MARZO 2015	MARZO 2015

ELABORADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
PAOLO BERMUDEZ		MARZO 2015

REVISADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
ALINA MUÑANTE		MARZO 2015
CARLOS QUISPE		MARZO 2015

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		MARZO 2015

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de OI

## **1. OBJETIVO**

Se ha establecido un procedimiento para la preparación de muestras de concentrados despachadas bajo normas de calidad, seguridad y cuidando el medio ambiente.

## **2. CAMPO DE APLICACION**

La presente Instrucción se aplica en el área de preparación de muestras del Laboratorio SGS Huaron.

## **3. RESPONSABILIDADES**

El Jefe y/o asistente de laboratorio es responsable de implementar, mantener y hacer cumplir la presente instrucción.

Los preparadores de muestras son los responsables de conocer y aplicar la presente instrucción.

## **4. NORMAS DE SEGURIDAD**

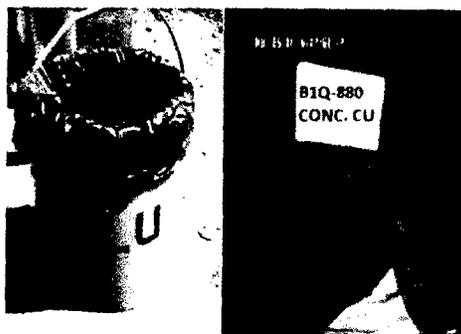
EPP básico (Lentes de seguridad, tapones auditivos, guantes de cuero, botas de jebe con punta de acero, mameluco, mascarilla de media cara con filtros para polvos, casco, guantes de látex).

## **5. INSTRUCCION**

### **5.1 INGRESO DE LA MUESTRA DE CONCENTRADO DE MINERALES:**

5.1.1 Las muestras son extraídas del área de despacho de concentrados con un peso mínimo de 25 a 35 kg aproximadamente para concentrados de Plomo y Zinc de los baldes identificados por producto y con etiqueta de identificación dentro de la bolsa (Ver LH-I-02)

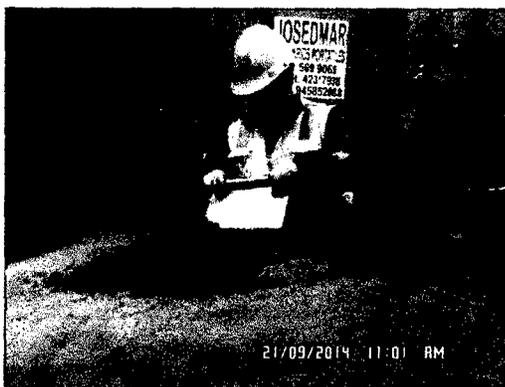
5.1.2 Para el concentrado de cobre la cantidad de muestra extraída es de aproximadamente 35 a 40 kg aproximadamente, esta se encuentra dentro de baldes identificados por producto y con etiqueta de identificación dentro de cada bolsa (Ver Fig 1)).



**Figura 1**

## **5.2 HOMOGENIZADO Y DIVISION:**

- 5.2.1 Vaciar la muestra en la lona correspondiente (por producto)
- 5.2.2 Homogenizar la muestra por la técnica del coneo como mínimo 5 veces usando una espátula metálica, romper todos los grumos para obtener una muestra homogénea (Ver Fig. 2).



**Fig. 2**

- 5.2.3 Extender la muestra en forma rectangular, dividirla en cuadrículas y tomar incrementos de cada una (cada incremento es de 5 gramos aproximadamente) la cual se pondrá en una bolsa codificada y se lleva al laboratorio para su análisis. (Ver fig. 3)  
Del restante tomar incrementos en forma alternada para obtener una muestra de 3 kg., aproximadamente en una bolsa codificada

y se lleva al laboratorio Químico para la determinación de la humedad por duplicado (1.5 kg. aproximadamente cada uno)



**Fig. 3**

### **5.3 ACTIVIDADES PREVIAS**

- 5.3.1 Realizar la verificación de la balanza y anotar en el REGISTRO DE OPERATIVIDAD DE BALANZA en el CCLAS.
- 5.3.2 Pesar e identificar las bandejas a usar, anotar los pesos en el registro de Humedad D-LH-I-05-01.

### **5.4 DETERMINACION DE HUMEDAD:**

- 5.4.1 Con la muestra contenida y etiquetada se coloca las muestras en sus respectivas bandejas (3 bandejas por concentrado o camión, uno para análisis y 2 para humedad).
- 5.4.2 Pesar las bandejas con la muestra humedad y anotar en el registro D-LH-I-05-01 y también rellenar todos los espacios del registro.
- 5.4.3 Verificar la temperatura con el termómetro digital y anotar en el registro CCLAS: Temperatura Mes-Año. Colocar las bandejas dentro de la estufa N° 4 durante 6 horas aproximadamente a una temperatura entre 105° C +/- 5°C. teniendo una verificación de peso constante pasada las 2 horas para asegurar el secado de la muestra, se debe considerar un criterio entre peso y repeso de no exceder el 0.1% entre uno y otro, también se debe considerar el criterio de 0.2% de diferencia entre la humedad de una

bandeja con otra para asegurar que se tomo una muestra homogénea.

- 5.4.4 Retirar las muestras de la estufa y dejar enfriar, registrar el peso seco.
- 5.4.5 Ingresar los pesos en el CCLAS, esquema MN\_H2O\_DESPACHO, para el cálculo de Humedades.
- 5.4.6 Cálculo:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Peso}_{\text{muestra húmeda+bandeja}} - \text{Peso}_{\text{muestra seca + bandeja}}}{\text{Peso}_{\text{muestra húmeda}}}$$

## 5.5 MUESTRA PARA ANÁLISIS QUÍMICO:

- 5.5.1 Colocar la bandeja en la estufa N° 4 durante 3 a 4 horas a una temperatura ente 95 a 105° C +/- 5°C.
- 5.5.2 Retirar las muestras de la estufa y dejar enfriar.
- 5.5.3 La muestra se coloca en papel Kraft  , se desmenuza los grumos con un rodillo de acero y luego se homogeniza . Extender la muestra en forma rectangular  y tomar incrementos de cada una (cada incremento es de 10 gramos aproximadamente). Obtener aproximadamente 150 gramos para Análisis Químico y el restante tomar incremento para una contra muestra para el cliente que debe tener un peso de 300 aproximadamente gramos.
- 5.5.4 Colocar la muestra con peso aproximado de 150 gramos en la olla y pulverizar por 30 segundos aproximadamente.
- 5.5.5 La muestra pulverizada se llena en la bolsa previamente identificado etiqueta generada por el sistema CCLAS.

## 6. REGISTROS Y ARCHIVOS

Código	Nombre/Título	Categoría	Responsable	Lugar	Clasificación	Tiempo de retención
D-LH-I-05-01	REGISTRO DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN MUESTRAS DE CONCENTRADOS	A	<input type="checkbox"/> Preparador de muestras y Analistas	Laboratorio SGS Huaron.	Por fecha	Anual

## REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

Título	Código	Revisión	Fecha (Mes/Año)	Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)
<b><u>DETERMINACION DE HUMEDADES Y CALCULO DE PORCENTAJE DE MALLAS EN MUESTRA DE ALIMENTACIÓN</u></b>	LH-I-06	04	AGOSTO 2012	AGOSTO 2012

ELABORADO POR:	FIRMA	FECHA
MIGUEL PABLO LUIS		

REVISADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		
ALINA MUÑANTE		
CARLOS QUISPE		

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		

## **1. OBJETIVO**

Se ha establecido una instrucción para determinar el contenido de humedad en minerales y concentrados bajo buenas prácticas de Laboratorio y normas de seguridad.

## **2. CAMPO DE APLICACIÓN**

La presente instrucción es de aplicación en el Laboratorio de Preparación de Muestras SGS – Huarón.

## **3. RESPONSABILIDADES**

3.1 El Jefe de Laboratorio de Preparación de muestras es el responsable de implementar, mantener y verificar que se cumpla con lo establecido en la presente instrucción.

3.2 Los preparadores de muestras son responsables de aplicar la presente instrucción.

## **4. INSTRUCCIONES PARA MINERALES:**

4.1 Pesar una bandeja limpia y seca (P1) y anotar en el cuaderno de humedades.

4.2 Vaciar toda la muestra en la bandeja.

4.3 Pesar la bandeja de secado y muestra húmeda (P2) y anotar en el cuaderno de humedades.

4.4 Colocar la bandeja en la plancha de secado por un periodo aproximado de 30 minutos a una hora.

4.5 Retirar la bandeja y dejar enfriar a temperatura ambiente.

4.6 Pesar la bandeja con la muestra seca (P3) y anotar en el cuaderno de humedades.

4.7 Ingresar los pesos al CCLAS en el esquema MN\_H2O\_CABEZA para el cálculo del % de humedad.

## 5. CALCULOS

$$\% \text{ de Humedad} = \frac{\text{Peso muestra húmeda} - \text{Peso muestra seca} \times 100}{\text{Peso muestra húmeda}}$$

P1 = Peso de bandeja con papel Kraft (g)

P2 = Peso de Bandeja con papel Kraft y muestra húmeda (g)

P3 = Peso de Bandeja con papel Kraft y muestra seca (g)

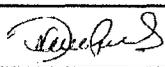
Peso de muestra húmeda = P2- P1 (g)

Peso de muestra seca = P3- P1 (g)

## REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

Título	Código	Revisión	Fecha de aprobación (Mes/Año)	Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)
CHANCADORA DE QUIJADA Marca: CITESA Modelo: RINHO TM	LH-IO-02	02	SETIEMBRE 2014	SETIEMBRE 2014

ELABORADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		Septiembre 2014
PAOLO BERMUDEZ		Septiembre 2014

REVISADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		Septiembre 2014
ALINA MUÑANTE		Septiembre 2014
CARLOS QUISPE		Septiembre 2014

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		Septiembre 2014

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de OI

## **1. OBJETIVO**

Se ha establecido una instrucción para garantizar la operación adecuada de la Chancadora de Quijada bajo normas de seguridad y buenas prácticas de Laboratorio.

## **2. CAMPO DE APLICACIÓN**

La presente instrucción es de aplicación a la Chancadora de Quijada Marca Citesa, modelo RINHO TM ubicada en el Laboratorio Químico SGS Huaron.

## **3. DOCUMENTOS DE REFERENCIA**

Para la aplicación de la presente instrucción operativa no se requiere consultar otro documento.

## **4. RESPONSABLES**

4.1 El jefe y/o Asistente de Laboratorio es responsable de implementar, mantener y hacer cumplir la presente instrucción.

Los preparadores de muestras son responsables de conocer y aplicar la presente instrucción.

## **5. NORMAS DE SEGURIDAD**

5.1 EPP básico (Lentes de seguridad, tapones auditivos, guantes de cuero, zapatos de seguridad, mameluco, mascarilla de media cara con filtros para polvos, casco, ).

## **6. INSTRUCCIONES**

### **6.1 ESPECIFICACIONES TÉCNICAS**

6.1.1 Motor: 6.6 HP.

6.1.2 RPM: 1730

6.1.3 Modelo Denver : Modelo TM : Transmisión indirecta de 2 fajas.

## **6.2 MATERIALES**

6.2.1 Bandeja colector.

6.2.2 Aire a presión.

6.2.3 Cuarzo de limpieza inerte

## **6.3 REQUISITOS DE INICIO**

6.3.1 Granulometría de Mineral:

La muestra a chancar debe tener como máximo 4" de diámetro y con apariencia seca. Las muestras de tamaño mayor a 4" se deben de romper previamente con un martillo.

6.3.2 Realizar verificación de las chancadoras al inicio de cada guardia y anotar en el registro D- D-LH-IO-02-05 Verificación de Chancadora.

6.3.3 Anotar en el Registro D-LH-I-03-04 Control de tiempo de equipos, la hora de inicio y término del chancado.

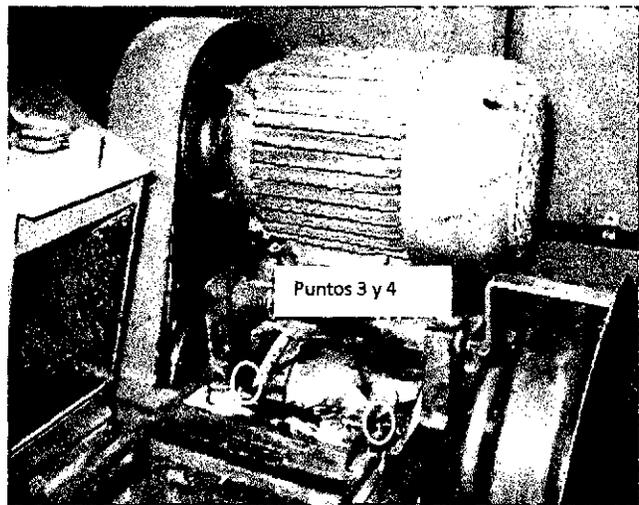
## **6.4 VERIFICACIÓN Y ENGRASE DE CHANCADORAS**

6.4.1 La verificación de las chancadoras se realizará al inicio de cada guardia.

6.4.2 El engrase de las chancadoras se realizará al inicio de la guardia, en caso en la guardia de noche no hayan muestras para chancar no se realizará el engrase.

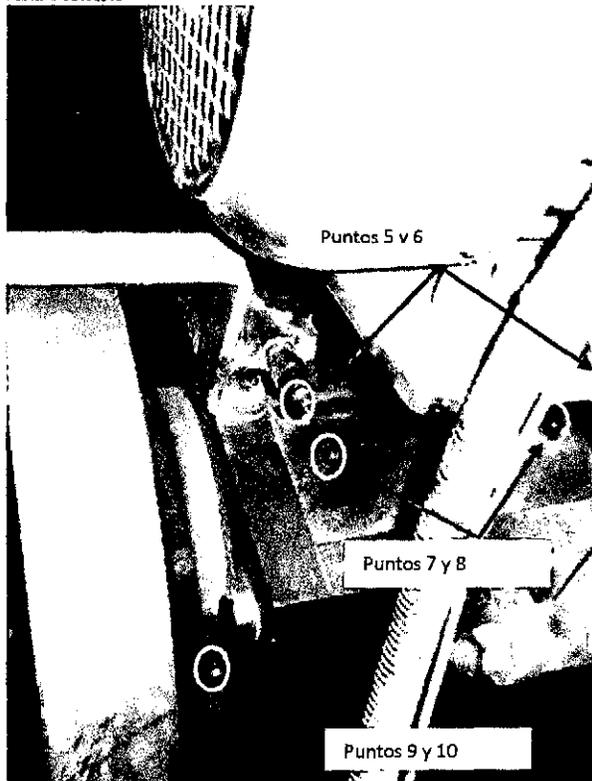
6.4.3 Para ambos casos se llevará el control en el registro D-LH-IO-02-05: Verificación de chancadoras.

**Nota:** El engrase se realiza en diez puntos que se encuentran identificados en las chancadoras (Ver esquema).



PUNTO 1	GRASERA DERECHA DEL FLANGER DEL EJE EXCÉNTRICO DEL MARCO PRINCIPAL
PUNTO 2	GRASERA IZQUIERDA DEL FLANGER DEL EJE EXCÉNTRICO DEL MARCO PRINCIPAL
PUNTO 3	GRASERA 1/8 NPT DE LA PARTE SUPERIOR DERECHA DE LA MORDAZA MOVIL
PUNTO 4	GRASERA 1/8 NPT DE LA PARTE SUPERIOR IZQUIERDA DE LA MORDAZA MOVIL

Vista Posterior



PUNTO 5	GRASERA 1/8 NPT
PUNTO 6	GRASERA 1/8 NPT
PUNTO 7	GRASERA 1/8 NPT
PUNTO 8	GRASERA 1/8 NPT
PUNTO 9	GRASERA DERECHA DEL IMPULSOR
PUNTO 10	GRASERA IZQUIERDA DEL IMPULSOR

## 6.5 PASOS A SEGUIR

- 6.5.1 Prender el equipo de extracción de polvos.
- 6.5.2 Asegurarse que toda la instalación esté limpia, especialmente que no exista nada entre las mandíbulas. Limpiar bien con aire comprimido.
- 6.5.3 Colocar la bandeja colectora para el depósito del material procesado.
- 6.5.4 Presionar el botón de arranque (color verde). Esperar que se estabilice el equipo por lo menos unos 60 segundos en funcionamiento.
- 6.5.5 Antes de iniciar con la reducción de tamaño realizar la limpieza de las quijadas con aprox. 500g de cuarzo estéril (el cual será descartado) y aire a presión, anotar en el registro D-LH-IO-02-01. Una vez realizada la limpieza, alimentar el producto a ser procesado muy cuidadosamente, nunca debe llenarse totalmente el espacio entre las quijadas.
- 6.5.6 Verificar la granulometría de la muestra > 80% malla -10 y registrar en el D-LH-IO-02-03.
- 6.5.7 Después de procesar la muestra, realizar limpieza con aire comprimido antes de procesar otra muestra y en caso que la limpieza con aire sea insuficiente complementar la limpieza con cuarzo estéril. Seguir estos pasos hasta que se complete la orden que se esta trabajando.
- 6.5.8 Realizar tres limpiezas con cuarzo en cada orden; al inicio, intermedio y final de la orden, estas muestras serán guardadas y registradas para su posterior análisis de control, (el supervisor determinara el tiempo de archivado y el posterior

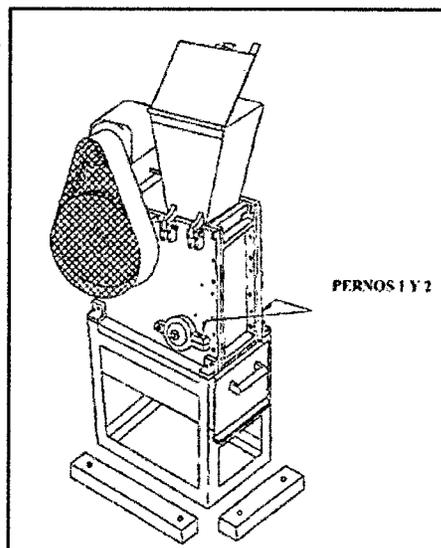
descarte).

6.5.9 Al terminar el trabajo de un lote u orden completa, limpiar toda la chancadora usando aire comprimido.

6.5.10 Apagar la chancadora presionando el botón de parada (color rojo)

6.5.11 Limpiar todo el ambiente. Apagar el equipo de extracción de polvos.

6.5.12 Si el mineral chancado se encontrara fuera del criterio de aceptación, se deberá ajustar los pernos 1 y 2 (Ver figura 1) con una llave Allen hexagonal (L).



## 6.6 RECOMENDACIONES

6.6.1 En caso de producirse algún ruido extraño, apagar inmediatamente el equipo y avisar al supervisor y/o encargado de área.

6.6.2 Si se obstruye mineral en las mandíbulas: Apague el equipo, presione el botón de emergencia y proceda a limpiar abriendo las quijadas de ser necesario. Nunca introduzca la mano entre las mandíbulas cuando el equipo está en funcionamiento.

6.6.3 Evitar todo tipo de distracción al preparador de muestras que realiza esta operación.

## 6.7 REGISTROS

CODIGO	NOMBRE / TITULO	CATEGORIA	RESPONSABLES	LUGAR	CLASIFICACION
D-LH-IO-02-01	Control de Limpieza- Chancado Primario / Secundario	A	Encargado de Preparación de muestras / Jefe de laboratorio	Laboratorio SGS Huaron.	Por fecha
D-LH-IO-02-03	Registro de Verificación de Granulometría: Chancado (malla 10)	A	Encargado de Preparación de muestras / Jefe de laboratorio	Laboratorio SGS Huaron.	Por fecha
D-LH-IO-02-04	Control de Pérdida de muestras en la Etapa de Chancado	A	Encargado de Preparación de muestras / Jefe de laboratorio	Laboratorio SGS Huaron.	Por fecha
D-LH-IO-02-05	Verificación de Chancadoras	A	Encargado de Preparación de muestras / Jefe de laboratorio	Laboratorio SGS Huaron.	Por fecha

## REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

Título	Código	Revisión	Fecha de aprobación (Mes/Año)	Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)
PULVERIZADOR DE ANILLOS Y MASA CENTRAL	LH-IO-03	02	SEPTIEMBRE 2014	SEPTIEMBRE 2014

ELABORADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		Septiembre 2014
PAOLO BERMUDEZ		Septiembre 2014

REVISADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		Septiembre 2014
ALINA MUÑANTE		Septiembre 2014
CARLOS QUISPE		Septiembre 2014

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		Septiembre 2014

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de OI

## **1 OBJETIVO**

Se ha establecido una instrucción operativa para garantizar el uso adecuado del Pulverizador de anillos y de masa central bajo normas de seguridad y buenas prácticas de Laboratorio.

## **2 CAMPO DE APLICACIÓN**

La presente instrucción es de aplicación al Pulverizador de anillos y masa ubicado en el Laboratorio Químico SGS Huaron.

## **3 RESPONSABILIDADES**

3.1 El Jefe y/o Asistente de Laboratorio es responsable de implementar, mantener y hacer cumplir la presente instrucción.

3.2 Los preparadores de muestras son responsables de conocer y aplicar la presente instrucción.

## **4 NORMAS DE SEGURIDAD**

4.1 **EPP básico** (Lentes de seguridad, tapones auditivos, guantes de cuero, zapatos de seguridad, mameluco, mascarilla de media cara con filtros para polvos, casco).

## **5 INSTRUCCIONES**

### **5.1 MATERIALES**

5.1.1 Brocha de 2"

5.1.2 Espátulas

5.1.3 Bolsa de polietileno

5.1.4 Manguera con aire a presión,

5.1.5 Arena Silicosa libre de Oro y Plata.

5.1.6 Papel Kraff.

5.1.7 Etiquetas

## **5.2 REQUISITOS DE INICIO**

- 5.2.1 Acondicionar el Área de trabajo para tener facilidad de manipular las ollas y tener acceso a la pulverizadora sin problemas.
- 5.2.2 Para realizar este proceso las muestras tienen que encontrarse completamente secas.
- 5.2.3 La presión del pulverizador deberá ser mayor a 80 psi, de lo contrario informar al supervisor para que comunique a mantenimiento.
- 5.2.4 Encender el sistema de extracción de polvos.
- 5.2.5 Realizar verificación de los pulverizadores al inicio de cada guardia y anotar en el registro de Verificación del Pulverizador D-LH-IO-03-05

## **5.3 PASOS A SEGUIR**

- 5.3.1 Verificar que el equipo se encuentre totalmente limpio internamente, de lo contrario con ayuda de una brocha retirar las partículas que hayan quedado impregnadas dentro del equipo.
- 5.3.2 Revisar si el equipo está en condiciones de uso dando un previo pulverizado como limpieza con arena silicosa en las ollas de pulverizado (descartar esta limpieza).
- 5.3.4 Verificar que la olla a utilizar esté totalmente limpia y la tapa de la misma presente el o ring que asegurará el sellado hermético (completo y adherido), programar el tiempo a pulverizar.
- 5.3.5 Añadir a la olla aprox. 250g de muestra u otro peso requerido por el cliente, uniformemente repartida entre anillos o masa central.
- 5.3.6 Colocar la tapa de la olla. Poner la olla en el equipo girándola un poco para asegurarse que encajó bien.
- 5.3.7 Bajar la tapa del equipo.

- 5.3.8 Girar y levantar la llave a "ON" , pulsar el botón de arranque (color verde) hasta que comience a funcionar el equipo.
- 5.3.9 Al transcurrir el tiempo seleccionado el equipo se detendrá automáticamente.
- 5.3.10 Cuando deje de vibrar retirar la olla, extraer la muestra pulverizada sobre una hoja de papel kraff y recuperar los finos con la ayuda de una brocha.
- 5.3.11 Siendo la primera muestra pulverizada hacer un control granulométrico y anotar en el registro D-LH-IO-03-01 Verificación de Granulometría – pulverizado malla 140 para verificar si el tiempo programado fue suficiente, de no ser así proceder a colocar nuevamente la olla en el pulverizador hasta obtener el tiempo que se va utilizar como referencia para las siguientes muestras para trabajar, de esta manera fijar el tiempo adecuado en el TIMER.
- 5.3.12 Realizar la limpieza del equipo con aproximadamente 150g de sílice durante el tiempo que operador crea necesario para garantizar la limpieza de la olla y desechar junto al papel Kraff que se utilizó para homogenizar la muestra pulverizada. Luego eliminar los residuos de sílice que pudiera quedar impregnadas en la olla y masa con la inyección del aire a presión, guardar y anotar la limpieza inicial, intermedia y final de la orden trabajada en el Registro D-LH-IO-03-02 Control de Limpieza de Pulverizado.
- 5.3.13 Se deberá monitorear las mallas de trabajo con mallas patrón dos veces al mes y registrar en el registro D-LH-IO-03-01 Verificación de Granulometría – pulverizado malla 140.

## **5.4 RECOMENDACIONES**

- 5.4.1 Nunca abrir la tapa del equipo durante el pulverizado.

- 5.4.2 Usar unas gotas de alcohol en las muestras arcillosas y a las muestras que el operador crea necesario, para que estas no queden impregnadas a la olla.
- 5.4.3 Al cambiar de una muestra a otra, limpiar la olla de pulverizado con sílice para luego descartarla y los residuos limpiarlos con aire comprimido.
- 5.4.4 De producirse algún ruido extraño o anomalía, presionar inmediatamente hacia abajo la llave a "OFF" (botón rojo), **es la única forma de apagar el equipo** antes de que transcurra el tiempo seleccionado, es por ello que la llave de encendido, siempre debe estar en su lugar.
- 5.4.5 Al término de cada turno hacer una revisión previa para verificar que el equipo y el área de trabajo está quedando tal como la encontró al inicio de sus operaciones.

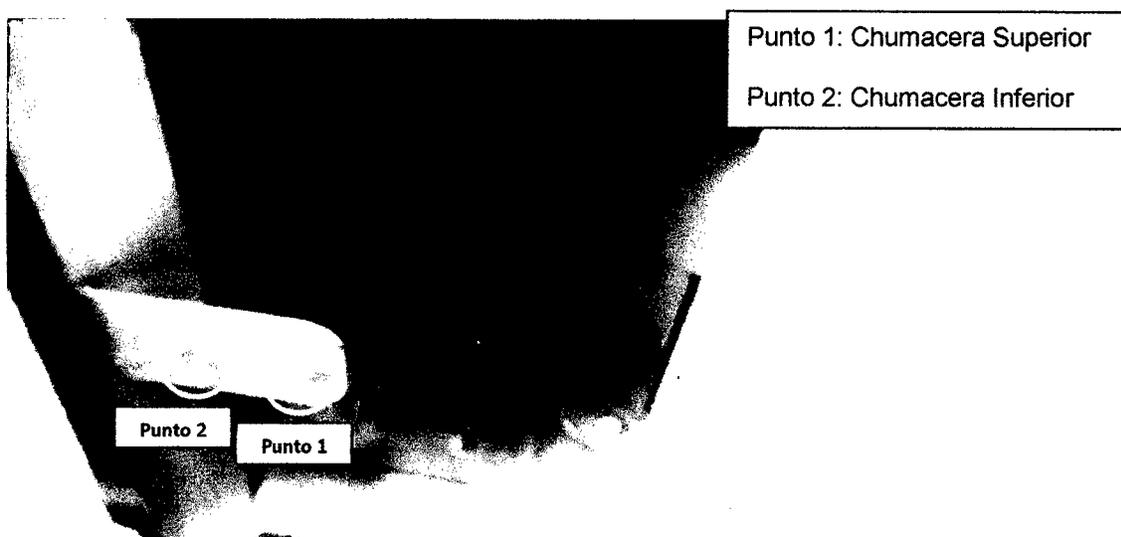
## 5.5 ENGRASE MENSUAL(LUBRICACIÓN)

- 5.51 El engrase de los pulverizadores se realizará una vez al mes de la siguiente manera:
- a. Desconectar el suministro eléctrico y neumático al pulverizador.
  - b. Retirar el gabinete para tener mejor acceso al equipo y los cuatro pernos (dos por lado) que sujetan el gabinete al marco de la base.
  - c. Desconectar la manguera neumática de 6mm, del lado derecho del Pulverizador.
  - d. Desconectar el enchufe eléctrico, que está en la parte interna de la Pulverizador.
  - e. Levantar el gabinete del Pulverizador y colóquelo a un costado del mismo.
  - f. Inyectar grasa en los seis engrasadores.
    - > Árbol de la transmisión (4 puntos de engrase)
    - > Cojinetes del árbol de la Polea (2 puntos de engrase)
  - g. Mientras se expone el Pulverizador, verifique la tensión de las fajas.

h. El montaje es a la inversa del procedimiento mencionado.

5.5.2 Anotar cada vez que realice el engrase en el registro D-LH-IO-03-05  
Verificación de pulverizador.

Nota: El engrase se realizará en los dos puntos que se encuentran identificados en los pulverizadores Figura 1. el mantenimiento y engrase de los demás puntos se realizará por el personal de mantenimiento de SGS durante las visitas programadas a los Laboratorios.



## PROBLEMAS FRECUENTES CON EL PULVERIZADOR – CAUSAS POSIBLES:

### 5.5.3 NO ENCIENDE

- Falta de suministro eléctrico.
- Botón de parada activado.
- Contáctores eléctricos defectuosos.
- Interruptor térmico accionado o defectuoso.
- Cable eléctrico del motor dañado o defectuoso.
- Interruptor de puesta en marcha defectuoso.
- Suministro de aire interrumpido.

- Interruptor de presión de aire, defectuoso o ajuste incorrecto
- Tapa del gabinete abierta.
- Cronómetro no ajustado o defectuoso.
- Interruptor de seguridad de la tapa defectuoso.
- Pérdida de aire en la mordaza neumática.
- Electro válvula (solenoides) defectuosa.
- Componentes del circuito neumático han sido dañados por contaminación con agua.
- Correas en "V" rotas.
- Árbol de la polea, roto.

#### **5.4.10 PARADAS PREMATURAS E INTERMITENTES**

- Suministro neumático inadecuado.
- Componentes neumáticos dañados, contaminación con agua.
- Falla en la instalación eléctrica – contacto intermitente.
- Interruptor térmico no ajustado correctamente o defectuoso.
- Interruptor de seguridad de la tapa mal ajustado.
- Correas en "V" flojas.

#### **5.4.11 PÉRDIDA DE MUESTRA:**

- Sello de la tapa del cabezal dañado o no instalado.
- Presión de aire muy baja.
- Regulador de descarga dañado por el agua.

#### **5.4.12 CALENTAMIENTO DE CABEZAL:**

Ninguna falla. Esta condición indica funcionamiento eficaz. Si el cabezal se calienta demasiado para poder ser manipulado, se sugiere el uso de dos o más cabezales para facilitar su enfriamiento.

#### **5.4.13 DESPLAZAMIENTO HACIA ARRIBA DURANTE OPERACIÓN:**

- El cardan trabaja en su fin de carrera.
- Cojinete del cardan (cruz) defectuoso.

## 5.5 REGISTROS

CÓDIGO	NOMBRE/TÍTULO	CATEGORÍA	RESPONSABLE	LUGAR	CLASIFICACIÓN	TIEMPO DE RETENCIÓN
D-LH-IO-03-01	Registro de Verificación de Granulometría: Pulverizado(malla 140)	A	Preparador de muestras / Jefe de laboratorio	Laboratorio SGS Huaron	Por fecha	Anual
D-LH-IO-03-02	Control de Limpieza- Pulverizado	A	Preparador de muestras / Jefe de laboratorio	Laboratorio SGS Huaron	Por fecha	Anual
D-LH-IO-03-03	Control de Pérdida de muestras en la Etapa de Pulverizado	A	Preparador de muestras / Jefe de laboratorio	Laboratorio SGS Huaron	Por fecha	Anual
D-LH-IO-03-05	Verificación de Pulverizador	A	Preparador de muestras / Jefe de laboratorio	Laboratorio SGS Huaron	Por fecha	Anual

## REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

Título	Código	Revisión	Fecha de aprobación (Mes/Año)	Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)
BALANZAS	LH-IO-04	02	MARZO 2015	MARZO 2015

ELABORADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
PAOLO BERMUDEZ		MARZO 2015

REVISADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
ALINA MUÑANTE		MARZO 2015
CARLOS QUISPE		MARZO 2015

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		MARZO 2015

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de OI

## **1 OBJETIVO**

Contar con una instrucción operativa que permita garantizar el manejo adecuado de la balanzas que se encuentran en las instalaciones del Laboratorio SGS Huaron, dentro del contexto de las buenas prácticas de Laboratorio.

## **2 CAMPO DE APLICACIÓN**

Aplicable al uso adecuado para las balanzas del Laboratorio Químico – SGS- Huaron

## **3 DOCUMENTOS DE REFERENCIA**

Manuales de las balanzas: INSTRUCCIONES DE MANEJO DE METTLER TOLEDO

## **4 RESPONSABLES**

El Jefe y/o asistente del Laboratorio SGS Huaron es el responsable de verificar que se cumpla con lo establecido en la presente instrucción.

El personal involucrado es responsable de conocer , aplicar e implementar la presente instrucción operativa.

## **5 INSTRUCCIONES**

### **ESPECIFICACIONES TÉCNICAS**

#### **BALANZA : LH-10-T**

Marca : TOLEDO METTLER

Modelo : XS 204S

Alcance de Indicación : 0g a 220g

División Mínima : 0,1 mg

Control digital

#### **BALANZA : LH-78-T**

Marca : TOLEDO METTLER

Modelo : XS204

Alcance de Indicación : 0g a 220g

División Mínima : **0,1 mg**

Control digital

**BALANZA : LH-58-T**

Marca : **TOLEDO METTLER**

Modelo : **SB-8001**

Alcance de Indicación : 0g a 8100g

División Mínima : **100 mg**

Control digital

Para todas las balanzas fuente eléctrica de 220 V

## **5.1 MATERIALES**

5.1.1 Espátula y/o pinza

5.1.2 Franela o papel toalla

5.1.3 Pesas patrón en diferentes niveles según trabajo

5.1.4 Pincel

## **5.2 REQUISITOS DE INICIO**

5.2.1 Verificar que todas las conexiones mecánicas y eléctricas se encuentren en buen estado.

5.2.2 Equilibrar la balanza con el nivel (burbuja) que se encuentra en la parte externa.

5.2.3 Verificar que el voltaje de la fuente de suministro corresponda al del equipo (220V) y conectar la balanza.

### **5.2.4 ACTIVACIÓN DE LA BALANZA**

Pulsar brevemente "On/Off" de la barra de control

Tan pronto aparece la indicación de peso normal, la balanza está preparada para pesar.

## 5.2.5 VERIFICACIÓN

5.2.5.1 Asegurarse de que el platillo esté descargado y limpio.

5.2.5.2 Esperar hasta que aparezca la indicación "CAL DONE" al final del proceso automático, confirmando de esta manera la calibración.

5.2.5.3 Continuar la verificación con las pesas patrón externas según balanza a usar.

5.2.5.4 Registrar los pesos obtenidos en el formato de verificación de operatividad de la balanza que se encuentra en el CCLAS /Data Entry/ Balanzas Mes Año. Esta verificación se realiza según lo establecido en los registros de operatividad de cada balanza.

5.2.5.5 Las condiciones ambientales de la sala de balanzas, tanto temperatura y humedad relativa, se registran diariamente en el CCLAS/DataEntry /BAL-COND-AMB-Mes Año (Año: los dos últimos dígitos del año) en el esquema CCLAS: sala bal, para esto utilizar un termohigrómetro calibrado.

## 5.3 PROCEDIMIENTO

5.3.1 Colocar el recipiente de tara en el platillo y este debe estar limpio.

5.3.2 Pulsar brevemente "on/off" de la barra de control, el indicador cambiará a "0,0000" indicando proceso de tara terminado. En caso contrario, volver a pulsar.

5.3.3 Añadir carga hasta el peso deseado.

5.3.4 Esperar hasta que el símbolo circular en la pantalla se apague (equilibrio alcanzado).

5.4.5 Registrar el peso.

5.4.6 Para desactivar la balanza, pulsar la barra "on/off" hasta que aparezca en la pantalla el mensaje "off".

## 5.5 RECOMENDACIONES

5.5.1 Mantener la balanza sobre base firme, lo más exenta posible de vibraciones

Registrar el peso en los registros relacionados.

Limpiar la balanza con paño de agua jabonosa. No usar disolventes fuertes.

Las cargas y recipiente deben encontrarse a la temperatura ambiente.

Usar pincel para limpieza de la Balanza.

Informar inmediatamente al Jefe del laboratorio , Asistente o persona encargada en el caso de detectarse alguna anomalía durante la ejecución de la presente instrucción.

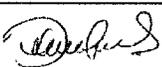
## 6. REGISTROS Y ARCHIVOS

CÓDIGO	NOMBRE/TÍTULO	CATEGORÍA	RESPONSABLE	LUGAR	CLASIFICACIÓN	TIEMPO DE RETENCIÓN
Esquema : bal_código de balanza	Registro de Verificación de Operatividad de Balanza	A	Analistas / Jefe de laboratorio	CCLAS/Da ta Entry/Bala nzas Mes Año	Por fecha	Anual
Esquema : sala bal	Registro de Condiciones Ambientales	A	Analistas / Jefe de laboratorio	CCLAS /DataEn try /BAL- COND- AMB- Mes Año	Por mes	Anual

## REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

Título	Código	Revisión	Fecha de aprobación (Mes/Año)	Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)
CONCENTRADO DE PLOMO: PLOMO- VOLUMÉTRIA	SGS-LH-ME-01	04	MARZO 2015	MARZO 2015

ELABORADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
PAOLO BERMUDEZ		MARZO 2015

REVISADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
ALINA MUÑANTE		MARZO 2015
CARLOS QUISPE		MARZO 2015

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		MARZO 2015

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de OI

## **1. OBJETIVO**

Se ha establecido el método de ensayo volumétrico para determinación del contenido de plomo en concentrado de plomo.

## **2. PRINCIPIO DEL MÉTODO:**

Precipitación de Plomo como Sulfato de Plomo, disolución de este con solución extractiva (Acetato de Amonio y Ácido Acético Glacial) y titulación con solución de Ácido Etilendiamino tetraacetico sal di sódica (EDTA).

## **3. APARATOS Y MATERIALES:**

- 3.1 Balanza de analítica 0.1 mg
- 3.2 Bureta de 50 ml  $\pm$  0.05 ml
- 3.3 Vaso de 400 ml
- 3.4 Papel Pinzas para vasos
- 3.5 Luna de reloj
- 3.6 Gotero
- 3.7 Embudo de 7.4 cm de diámetro

## **4. REACTIVOS:**

- 4.1 Agua destilada o desionizada
- 4.2 Ácido Nítrico densidad: 1.4 g/ml .( 65% -70 % de pureza)
- 4.3 Ácido Clorhídrico densidad 1.19g/ml.( 35% –38 % de pureza)
- 4.4 Ácido Sulfúrico 1.84 g/ml (96% - 97% de pureza)
- 4.5 Ácido Acético Glacial
- 4.6 Acetato de Amonio
- 4.7 Naranja de Xilenol
- 4.8 Plomo metálico, mínimo 99.9%.
- 4.9 **Solución de Ácido Etilendiaminotetraacetico, sal di sódica dihidrato. (EDTA) al 1%**  
Pesar 200 g. de EDTA y disolver en 20 L de agua destilada. Homogenizar y dejar reposar durante un día. Guardar en un lugar no expuesto al sol.

### **Estandarización de la solución**

Pesar por triplicado aprox. 0.100 g de plomo metálico y transferir a un vaso de 400 ml.

Atacar con solución nítrica 3:1 hasta quedar completamente seco.  
Bajar Enfriar.

Lavar la luna de reloj, las paredes del vaso y agregar 30 ml de solución de Acetato de Amonio o Solución extractiva de Plomo.

Llevar a la plancha y hervir. Agregar agua caliente hasta aprox. 200 ml y titular con Sol.EDTA usando como indicador Xilenol Orange

#### **4.10 Solución extractiva de plomo ( Solución Acetato de Amonio)**

Pesar 250 g de Acetato de amonio en un vaso de 1 litro, agregar 25 ml de Ácido acético glacial concentrado y disolver con 1 litro de agua destilada. Homogenizar y guardar en frasco.

#### **4.11 Solución 0.5% Xilenol Orange**

Pesar 0.25 g de Xilenol Orange y disolver en 50 ml de agua.

## **5. PROCEDIMIENTO**

- 5.1 Pesar 0,25 g de muestra y transferir a un Vaso de 500 ml.
- 5.2 Añadir 5 ml ácido Nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) y 3 ml de ácido Clorhídrico concentrado (HCL) llevar a la plancha y digerir hasta pastoso.
- 5.3 Agregar 5 ml de ácido Sulfúrico concentrado, tapar con luna de reloj y dejar sulfatar durante 30 minutos aproximadamente (presencia de humos blancos). Luego retirar de la plancha y enfriar.
- 5.4 Lavar la luna de reloj y los bordes de vaso con 80 ml de agua aproximadamente, llevar a plancha de ataque caliente y hervir por 5 minutos aproximadamente.
- 5.5 Enfriar y filtrar con papel Whatman N° 40. Colocar el papel filtro en el embudo con agua destilada y agregar pulpa de papel, filtrar poco a poco la solución.
- 5.6 Lavar y filtrar cuatro veces el precipitado con 50 ml de agua destilada aproximadamente cada vez.
- 5.7 Adicionar 20 ml de solución extractiva de Plomo junto con el papel de filtro que es trozado cuidadosamente, enjuagar con agua destilada los bordes del vaso hasta un volumen total de 100 ml

- 5.8 Tapar la muestra y llevara a plancha durante cinco minutos.
- 5.9 Retirar de la plancha, enjuagar con agua destilada los bordes del vaso y la luna de reloj, llevar a 250 ml aproximadamente y dejar enfriar en baño Maria.
- 5.10 Agregar 3 gotas de indicador naranja de Xilenol.
- 5.11 Titular en con solución EDTA hasta viraje de grosella a amarillo intenso. Los datos de gastos de la solución de EDTA, deben ser registrados en el cuaderno de volumetría y respectivamente al CCLAS
- 5.12 Llevar patrón en cada lote de ensayo.

## **6. CALCULO:**

$$\%Pb = (V \times F \times 100)/W$$

**Donde:**

% Pb = Porcentaje de plomo

V = Volumen de EDTA gastado en ml.

F = Factor EDTA Peso plomo metalico(g) / Vol. Sol. EDTA gastado (ml)

W = Peso de la muestra (g)

## **7. CONSIDERACIONES DE SEGURIDAD Y MEDIO AMBIENTE.**

- 7.1 El uso de los EPP es obligatorio en todas las áreas del Laboratorio Químico.
- 7.2 Tener en cuenta el compromiso de Prevención de la contaminación en todas las actividades.
- 7.3 Si se van a realizar tareas nuevas se hará un Análisis de Riesgo de las tareas a realizar.

## REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

Título	Código	Revisión	Fecha de aprobación (Mes/Año)	Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)
CONCENTRADO DE ZINC: ZINC- VOLUMÉTRIA	SGS-LH-ME-02	05	MARZO 2015	MARZO 2015

ELABORADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
PAOLO BERMUDEZ		MARZO 2015

REVISADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
ALINA MUÑANTE		MARZO 2015
CARLOS QUISPE		MARZO 2015

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		MARZO 2015

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de OI

## 1. OBJETIVO

Se ha establecido un método volumétrico de ensayo para realizar la determinación del contenido de Zinc en concentrado de Zinc.

## 2. PRINCIPIO DEL MÉTODO:

El zinc es determinado por titulación complexométrica con solución de ácido Etilendiaminotetraacético, sal di sódica dihidratado (EDTA)

## 3. APARATOS Y MATERIALES:

- 3.1 Balanza de analítica 0.1 mg
- 3.2 Agitador magnético.
- 3.3 Vasos de precipitación de 600 ml.
- 3.4 Fiolas de 200 ml.
- 3.5 Luna de reloj.
- 3.6 Embudo de 7.4cm de diámetro
- 3.7 Gotero
- 3.8 Papel filtro N° 4
- 3.9 Magneto y varilla magnética
- 3.10 Potenciómetro.
- 3.11 Bureta graduada de 50.0 ml

## 4. REACTIVOS:

- 4.1 Agua destilada o desionizada
- 4.2 Ácido Nítrico densidad: 1,4 g /ml (65% de pureza)
- 4.3 Ácido Clorhídrico densidad 1.19g/ml (37% de pureza)
- 4.4 Ácido Clorhídrico al 50%
- 4.5 Hidróxido de Amonio 0.89 g / ml
- 4.6 **Naranja de Xilenol**  
Pesar 0.25 g de naranja de xilenol en una fiola de 50 ml, enrasar con agua destilada y homogenizar. Guardar en gotero.
- 4.7 **Azul de Bromotimol al 0.4%**  
Pesar 0.2 g de azul de Bromotimol en una fiola de 50 ml, enrasar con Alcohol y homogenizar. Guardar en gotero.

**4.8 Purpura de Bromocresol al 0.4%**

Pesar 0.2 g de Purpura de Bromocresol en una fiola de 50 ml, enrasar con Alcohol y homogenizar. Guardar en gotero.

**4.9 Paranitronefol al 0.4%**

Pesar 0.2 g de Paranitronefol en una fiola de 50 ml, enrasar con Alcohol y homogenizar. Guardar en gotero.

**4.10 Zinc metálico, mínimo 99.9%.**

**4.11 Persulfato de Amonio al 10%**

Pesar 100 g de Persulfato de Amonio y disolver en un litro de agua destilada, homogenizar y almacenar en frasco de vidrio.

**4.12 Solución de Ácido Etilendiaminotetraacético, sal di sódica dihidrato. (EDTA) al 1%**

Pesar 200 gr. de EDTA para disolver en 20 L de agua destilada. Homogenizar y dejar reposar por un día. (Guardar el frasco en un lugar que no esté expuesto al sol).

**Estandarización de la solución**

Pesar por triplicado aprox. 0.025g de zinc metálico y transferir a un matraz de 500 ml.

Atacar con solución clorhídrica 1:1 hasta disolución del zinc metálico. Bajar. Enfriar.

Adicionar 25 ml de Cloruro de Amonio al 25% y 5 ml de Hidróxido de Amonio.

Lavar las paredes del matraz y agregar 150 ml de agua destilada y 30 de solución extractiva. Proseguir de igual manera desde el ítem 5.11 – 5.15

**4.13 Solución extractiva o Amoniacal (Cloruro de Amonio al 25%)**

Pesar 250 g de Cloruro de Amonio y disolver en 1 L de agua, homogenizar y almacenar.

**4.14 Buffer de Zinc**

a) Pesar 250 g de Acetato de Amonio y 100 g de Tiosulfato de Sodio pentahidratado y 5 g de Fluoruro de Sodio, disolver con un litro de agua destilada caliente, homogenizar. []

b) Pesar 5 g de Ácido Ascórbico, 80 g de Thiourea y 20 ml

de ácido acético (1:1), disolver con un litro de agua destilada caliente, homogenizar

c) Mezclar a) y b), homogenizar y guardar en frascos.

## 5. PROCEDIMIENTO:

- 5.1 Pesar 0.25 g de muestra y transferir a una fiola de 200 ml.
- 5.2 Añadir 5 ml de ácido Clorhídrico concentrado, llevar a plancha de calentamiento y dejar hasta sequedad.
- 5.3 Agregar 5 ml de ácido nítrico concentrado, llevar a plancha de calentamiento y dejar hasta sequedad.
- 5.4 Agregar 5 ml de ácido Clorhídrico concentrado, llevar a plancha de calentamiento y dejar hasta reducir el volumen a la mitad aproximadamente. La muestra tomará un color caramelo.
- 5.5 Agregar 5 ml de Persulfato de Amonio al 10% y 50 - 80 ml de agua destilada aproximadamente. Hervir durante 20 minutos.
- 5.6 Adicionar 25 ml de Cloruro de Amonio al 25% y 5 ml de Hidróxido de Amonio.
- 5.7 Retirar de la plancha y dejar enfriar.
- 5.8 Enrasar con agua destilada y homogenizar.
- 5.9 Filtrar la solución con papel filtro Nro. 4 o equivalentes y tomar una alícuota de 50 ml en un matraz de 500 ml.
- 5.10 Agregar 25 ml de Buffer de zinc y agua destilada hasta 300 ml aproximadamente
- 5.11 Agregar 2 gotas de azul de Bromotimol(ó Purpura de Bromocresol, ó Paranitronefol) y colocar el vaso sobre un agitador magnético.
- 5.12 Adicionar gota a gota ácido Clorhídrico [(1:1) hasta acidificar o hasta que cambie de color.(De no contar con los indicadores azul de Bromotimol, Purpura de Bromocresol o Paranitronefol, usar el pHmetro, llevarlo hasta un pH de 5.4 - 5.6)
- 5.13 Adicionar 3 gotas de indicador naranja de Xilenol. Los datos de gastos de la solución de EDTA, deben ser registrados en el cuaderno de volumetría y respectivamente al CCLAS.
- 5.14 Titular con EDTA hasta obtener coloración amarillo intenso.

5.15 Llevar patrón por cada lote de ensayo.

d) **CALCULO:**

$$\%Zn = (V \times F \times 100)/W$$

**Donde:**

% Zn = Porcentaje de Zinc.

V = Volumen de EDTA gastado en ml.

F = Factor EDTA Peso zinc metalico(g) / Vol. Sol. EDTA gastado (ml)

W = Peso de la muestra (g)

e) **CONSIDERACIONES DE SEGURIDAD Y MEDIO AMBIENTE.**

- El uso de los EPP es obligatorio en todas las áreas del Laboratorio Químico.
- Tener en cuenta el compromiso de Prevención de la contaminación en todas las actividades.
- Si se van a realizar tareas nuevas se hará un Análisis de Riesgo de las tareas a realizar.

## REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

Título	Código	Revisión	Fecha de aprobación (Mes/Año)	Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)
DETERMINACION PLATA, PLOMO, COBRE Y ZINC EN MUESTRAS DE SONDAJE POR ABSORCION ATOMICA	SGS-LH-ME-04	04	MARZO 2015	MARZO 2015

ELABORADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
PAOLO BERMUDEZ		MARZO 2015

REVISADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
ALINA MUÑANTE		MARZO 2015
CARLOS QUISPE		MARZO 2015

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		MARZO 2015

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de OI

## 1. **OBJETIVO**

Se ha establecido un método de ensayo para determinar el contenido de Plata, Plomo, Cobre y Zinc en muestras de sondaje por Absorción Atómica.

## 2. **PRINCIPIO DEL MÉTODO**

La muestra es digerada con una mezcla de ácido clorhídrico y ácido nítrico, finalmente el medio es 25% HCL. Luego la solución es aspirada dentro de la llama y atomizada en el equipo de absorción atómica.

## 3. **APARATOS Y MATERIALES**

- 3.1 Plancha de calentamiento
- 3.2 Balanza analítica 0.1 mg
- 3.3 Fiola de 100 ml
- 3.4 Fiola de 50 ml
- 3.5 Pipeta volumétrica de 5 ml
- 3.6 Pipeta volumétrica de 2 ml
- 3.7 Bombilla de succión
- 3.8 Pizeta

## 4. **REACTIVOS QUÍMICOS**

- 4.1 Ácido clorhídrico concentrado densidad 1.19g/ml (aprox. 37% de pureza)
- 4.2 Ácido Nítrico concentrado densidad 1.416 g/ml (aprox. 68 – 70 % de pureza)
- 4.3 Agua destilada

### **4.1 Ácido Clorhídrico al 5%**

- 4.1.1 Verter 9.5 litros de agua destilada en un recipiente.
- 4.1.2 Adicionar 500 ml de Ácido Clorhídrico concentrado, homogenizar y guardar en un frasco de 25 litros.

## 5. PROCEDIMIENTO

- 5.1 Pesar 0.5 g de muestra en fiola de 100 ml.
- 5.2 Agregar 5 ml de Ácido Nítrico concentrado y 3 ml de Ácido Clorhídrico concentrado.
- 5.3 Llevar a la plancha y atacar hasta pastoso.
- 5.4 Retirar de la plancha y dejar enfriar.
- 5.5 Agregar 25 ml de Ácido Clorhídrico concentrado.
- 5.6 Colocar en la plancha y dejar hasta que observe cambio de color a amarillo claro.
- 5.7 Retirar de la plancha y agregar 40 ml de agua destilada aproximadamente.
- 5.8 Dejar enfriar a temperatura ambiente.
- 5.9 Enrasar con agua destilada y homogenizar. Solución MATRIZ.
- 5.10 Diluir de acuerdo al cuadro siguiente:

Muestras de Sondaje: Leer en la solución MATRIZ: Plata, Cobre, Plomo

	Origen de la alícuota	Volumen de alícuota	Volumen de Aforo	Medio	Elemento a leer:
1ra. Dilución	Solución Matriz	5 ml	50 ml	HCL 5%	Zinc

- Para la determinación del elemento Zinc se usara el cabezal de 5 cm.
- Para la determinación del elemento Ag, Cu y Pb se usara el cabezal de 10 cm.

## 6. **CÁLCULO Y EXPRESION DE RESULTADOS**

Calculo de gr/TM Ag

$$\text{gr/TM Ag} = \text{Lectura} \times V \times F / W \text{ muestra}$$

Cálculo del % Pb, Zn, Cu:

$$\% \text{ Pb} = \frac{\text{lectura} \times V \times F}{W \text{ Muestra} \times 10000}$$

Donde:

$$\% \text{ Pb} = \text{Determinación Pb en \%}$$

<b>Lectura</b>	=	absorbancia
<b>V</b>	=	Volumen de aforo (ml)
<b>W Muestra</b>	=	Peso de muestra (g)
<b>F</b>	=	Factor de dilución, (V aforo/V alícuota).

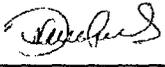
## **7. CONSIDERACIONES DE SEGURIDAD Y MEDIO AMBIENTE.**

- 7.1 El uso de los EPP es obligatorio en todas las áreas del Laboratorio Químico.
- 7.2 Tener en cuenta el compromiso de Prevención de la contaminación en todas las actividades.
- 7.3 Si se van a realizar tareas nuevas se hará un Análisis de Riesgo de las tareas a realizar.

## REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

Título	Código	Revisión	Fecha de aprobación (Mes/Año)	Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)
DETERMINACIÓN DE ÓXIDOS EN MINERAL POR ABSORCIÓN ATÓMICA	SGS-LH-ME-06	04	MARZO 2015	MARZO 2015

ELABORADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
PAOLO BERMUDEZ		MARZO 2015

REVISADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
ALINA MUÑANTE		MARZO 2015
CARLOS QUISPE		MARZO 2015

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		MARZO 2015

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de OI

## 1. OBJETIVO

Se ha establecido un método de ensayo para determinar el contenido de Óxidos de Plomo y Zinc en mineral por Absorción Atómica.

## 2. PRINCIPIO DEL MÉTODO

La muestra es disuelta y aspirada dentro de la llama y atomizada en el equipo de absorción Atómica.

## 3. APARATOS Y MATERIALES

- 3.1 Plancha de calentamiento
- 3.2 Balanza analítica 0.1 mg
- 3.3 Fiola de 200 ml
- 3.4 Pizeta
- 3.5 Papel Filtro Nro. 42

## 4. REACTIVOS QUÍMICOS

### 4.15 Cloruro de Amonio al 25%

- 4.15.1 Pesar 250 gramos de Cloruro de Amonio (99.5 %), adicionar un litro de agua y calentar para disolver.
- 4.15.2 Homogenizar y guardar en un frasco de vidrio.
- 4.15.3 Ácido Clorhídrico densidad 1.19g/ml (aprox. 37% de pureza)
- 4.15.4 Agua destilada

### 4.16 Buffer de Plomo

- 4.16.1 Pesar 250 gramos de Acetato de Amonio (98 %) en un vaso de litro.
- 4.16.2 Agregar 25 ml de Ácido Acético concentrado y disolver con un litro de agua destilada.
- 4.16.3 Homogenizar y guardar en un dosificador de vidrio.

## 5. PROCEDIMIENTO

- 5.1 Pesar 0.5 g de muestra en fiola de 200 ml.
- 5.2 Agregar 15 ml de acetato al 25% y 20 ml de cloruro de amonio al

25% y 5 ml de ácido acético.

- 5.3 Llevar a plancha tibia y atacar durante 20 minutos hasta reducir el volumen a la mitad.
- 5.4 Retirar de la plancha y adicionar 30 ml de agua destilada aproximadamente.
- 5.5 Filtrar con papel Whatman Nro. 42 o equivalente en Albett a una fiola de 100 ml.
- 5.6 Agregar 5 ml de Ácido Clorhídrico concentrado al filtrado y sacar una alícuota de 10x
- 5.7 Enrasar con agua destilada y homogenizar.
- 5.8 Leer en el equipo de Absorción Atómica.

## 6. CÁLCULO Y EXPRESION DE RESULTADOS

Cálculo del % PbOx, ZnOx:

$$\% \text{ PbOx} = \frac{\text{lectura} \times V}{W \text{ Muestra} \ 10000}$$

Donde:

- |                  |   |                         |
|------------------|---|-------------------------|
| <b>% PbOx</b>    | = | Determinación PbOx en % |
| <b>Lectura</b>   | = | absorbancia             |
| <b>V</b>         | = | Volumen de aforo (ml)   |
| <b>W Muestra</b> | = | Peso de muestra (g)     |

## 7. CONSIDERACIONES DE SEGURIDAD Y MEDIO AMBIENTE.

- 7.1 El uso de los EPP es obligatorio en todas las áreas del Laboratorio Químico.
- 7.2 Tener en cuenta el compromiso de Prevención de la contaminación en todas las actividades.
- 7.3 Si se van a realizar tareas nuevas se hará un Análisis de Riesgo de las tareas a realizar.



## REGISTRO DE APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

Título	Código	Revisión	Fecha de aprobación (Mes/Año)	Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)
Determinación del porcentaje de Cal Útil Método ASTM C 25-11 Ítem 28 Standard Test Method for Chemical Analysis of Limestone, Quicklime and Hydrated Lime	SGS-LH-ME-14	01	MARZO 2015	MARZO 2015

ELABORADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
PAOLO BERMUDEZ		MARZO 2015

REVISADO POR:	FIRMA	FECHA
ANGEL ROMERO		MARZO 2015
ALINA MUÑANTE		MARZO 2015
CARLOS QUISPE		MARZO 2015

APROBADO POR:	FIRMA	FECHA
CLAUDIO LIZARBE		MARZO 2015

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de OI

## 1. OBJETIVO

Se ha establecido usar el método ASTM C 25 ítem 28 para determinar el porcentaje de CaO Útil de muestras de Cal. Se realizará la estandarización con Ácido Clorhídrico.

### 28. Índice de cal útil

**28.1 Alcance.-** El índice de cal útil en cal viva de alto contenido de calcio y cal hidratada presentan constituyentes que reaccionan bajo condiciones de este método específico, este método también es conocido como el método rápido de azúcar. La interpretación de los resultados obtenidos por este método podrían ser restringidos por esta definición.

**28.2 Resumen del Método.-** La muestra es apagada y dispersada con agua. La cal es solubilizada por reacción con azúcar para formar Sutrato de Calcio el cual luego es determinado por titulación ácido estándar usando Fenolftaleína como indicador.

#### 28.3 Soluciones Especiales:

**28.3.1 Ácido Clorhídrico Estándar (1.000 N).** Prepare una solución diluyendo 83 ml de HCl con 1 L de agua libre de CO<sub>2</sub>. La estandarización de la solución stock debería realizarse por lo menos una vez al mes. Para información de precisión y sesgo sobre la estandarización con Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> o Tri-Hidroximetil amino-Metano ver práctica E200.

##### 28.3.2 Estandarización de HCl con Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

**28.3.2.1** Transferir aproximadamente 20 g de estándar primario de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> anhidro en un plato de platino o crisol, secar a 250° C durante 4 horas, enfriar en un desecador.

**28.3.2.2** Pesar cuidadosamente 4.4 g con una aproximación de 0.1 mg de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> seco y transferir a un matraz de 500 ml. Agregar 50

ml de agua libre de CO<sub>2</sub>, agitar hasta disolver el Carbonato y agregar 2 gotas de solución de Rojo de Metilo o Anaranjado de Metilo 0.1 % en alcohol . Titular con solución de HCl hasta la primera aparición de color rojo y calentar cuidadosamente la solución hasta decoloración (Ver Nota 29). Enfriar a temperatura ambiente y continuar la titulación alternando entre la adición de HCl, calentamiento y enfriamiento hasta que la primera apariencia de color rojo no sea decolorada.

**28.3.2.3** Cálculos – Calcular la normalidad como sigue:

$$A = (B \times 18.87) / C$$

Dónde:

A	=	Normalidad de la solución de HCl
B	=	Peso de Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> usado,g
C	=	Volumen de solución de HCl usado, ml

Nota 33: La titulación también puede realizarse potenciométricamente con la ayuda de un electrodo de vidrio y un electrodo de calomel.

### **28.3.3 Estandarización de HCl con TRIS(THAM)- Tris Hydroxi Metil Amino Metano**

**28.3.3.1** Transferir una cantidad apropiada de estándar primario [ ]Tris Hidroxi Metil Amino Metano en un plato o crisol y secar en vacío a 70° C durante 24 horas (Refiérase a la Práctica E200). Como una alternativa, el Tris también puede secarse a 105°C (± 5°C) durante 2 horas en una estufa de secado de laboratorio. Enfriar en un desecador a temperatura ambiente.

**28.3.3.2** Preparación del indicador de mezcla – mezclar 100 mg de Verde de Bromocresol con 2 ml de 0.1 N de NaOH y diluir con agua libre de CO<sub>2</sub> a a100 ml. Disolver 100 mg de Rojo de Alizarin S en 100 ml de agua libre de CO<sub>2</sub>. Mezcle porciones iguales de soluciones de Verde de Bromocresol y Rojo de Alizarin S para formar el indicador de mezcla.

**28.3.3.3** Pesar aproximadamente 8 g de TRIS con una aproximación de 0.1 mg y disolver en 50 ml de agua libre de CO<sub>2</sub>. Agregar 6 gotas de indicador de mezcla (Ver Nota 30) y titular con ácido hasta amarillo brillante.

**Nota 30** – El papel filtro y el residuo de silica debe ser lavado libre de sales de perclorato para prevenir pequeñas explosiones que se produzcan el crisol cuando el papel de filtro es carbonizado y encendido.

**Nota 34** – La titulación también puede realizarse potenciométricamente usando un pHmetro a pH 4.7.

**28.3.3.4 Cálculos** – Calcule la Normalidad como sigue:

$$A = B / (0.121136 \times C)$$

Donde:

A = Normalidad de la solución de HCl  
B = Peso de Tris-hidroximetilamino – Metano usado, g  
C = Volumen de solución de HCl consumido, ml

**28.3.4 Indicador de Fenoltaleína [(0.5%)** –

Disolver 4 g de fenoltaleína seca en 100 ml de alcohol al 95%.

**28.3.5 Solución sucrosa** – (40 g de azúcar sólida pura puede ser usada por muestra en lugar de la solución de azúcar).

Prepare una solución al 40% (w/v) usando azúcar pura y agua libre de CO<sub>2</sub> en un vaso grande y agitar hasta disolución. Agregar varias gotas de solución indicadora de Fenoltaleína. Agregar solución de NaOH 0.1N gota a gota agitando hasta que persista el color rosado. Se puede preparar solución stock de azúcar de acuerdo a sus necesidades sin embargo no debería almacenarse por más de dos días. Una alternativa podría ser determinar la acidez de cada lote de azúcar y aplicar la corrección en la titulación.

## **28.4 Procedimiento**

### **28.4.1 Procedimiento para Cal Viva:**

**28.4.1.1** La muestra que es recibida en el laboratorio, debe ser mezclada vigorosamente y una muestra representativa con un mínimo de peso de 100

que debe ser tomada y pulverizada hasta pasar por malla No. 50 para análisis. Pesar rápidamente 2.804 g de la muestra finamente pulverizada, trasvase cuidadosamente dentro de un matraz erlenmeyer de 500 ml conteniendo aproximadamente de 40 ml de agua libre de CO<sub>2</sub> (Ver Nota 35) e inmediatamente tapar el frasco.

Nota 35 – No debería agregarse agua a la muestra, especialmente con cal viva porque hay la tendencia de formar una torta con grumos que dificultan luego la disolución completa de la solución de azúcar. De otra manera, si la cal es adicionada en poca cantidad de agua, ocurre una mejor dispersión de las partículas finas permitiendo una disolución más rápida de la muestra. Es posible que en el caso de la Cal, algunas acciones de apagado ocurran para facilitar las dispersión solución.

**28.4.1.2** Destapar, Colocar el frasco en una placa caliente e inmediatamente agregar 50 ml hirviendo libre de CO<sub>2</sub>. Agitar el frasco y hierva activamente durante 1 minuto para completar el apagado. Retirar de la plancha caliente, tapar el frasco sin ajustar y colocarlo en un baño de agua para enfriar a temperatura ambiente.

**28.4.1.3** Agregar 100 ml de solución de solución de Azúcar neutralizada (o 40 g aproximadamente de Azúcar pura). Tapar el frasco , agitar dejar reposar por 15 minutos para que reaccione. (El tiempo de reacción no debería ser menor a 10 minutos ni mayor a 20 minutos). Agitar a intervalos de 5 minutos durante la reacción. Destapar y agregar de 4 a 5 gotas de indicador de solución Fenoltaleína al [0.5% y lavar la tapa y paredes del frasco con agua libre de CO<sub>2</sub>.

**28.4.1.4** Cuando titule (Ver Nota 36), primero agregar aproximadamente el 90% del Ácido requerido desde una bureta de 100 ml. Termine la titulación cuidadosamente a una gota por segundo aproximadamente hasta la primera desaparición del color rosado que persiste por 3 segundos. Anote el punto final e ignore el punto final si el color retorna.

Nota 36 – Se podría usar un agitador mecánico durante la titulación si se desea. Coloque una barra de agitador magnético limpia dentro del matraz y poner el mismo sobre el agitador magnético. Ajuste la velocidad de agitación tan rápido como sea posible sin ocasionar pérdida por salpicadura. A menos

que el operador esté familiarizado con análisis previos de Cal según este método y en casos donde el contenido de Cal útil varía en los extremos, es una buena práctica realizar corridas preliminares del ensayo con titulación lenta para determinar el la cantidad adecuada de ácido requerido para neutralizar la muestra.

**28.4.2 Procedimiento para Cal Hidratada** – El procedimiento para determinar  $\text{Ca(OH)}_2$  es similar al de  $\text{CaO}$  con la excepción que se usa agua fría libre de  $\text{CO}_2$  y los pasos de ebullición y enfriamiento son omitidos.

### **28.5 Cálculos:**

#### **28.5.1 Calcular para $\text{CaO}$ como sigue:**

$$\text{Cal Útil como CaO, \%} = N \times V \times 2.804 / W$$

Donde:

N	=	Normalidad de la solución ácida
V	=	Volumen de estándar de HCl (1.000 N) usado, ml
W	=	Peso de la muestra, g
2.804	=	g $\text{CaO}$ , equivalen a 1 ml de ácido estándar x 100 o 1 ml de HCl estándar= 1% de $\text{CaO}$ si se pesó exactamente 2.804 g de muestra.

#### **28.5.2 Calcular para $\text{Ca(OH)}_2$ como sigue:**

$$\text{Cal útil como Ca(OH)}_2, \% = N \times V \times 3.704/W$$

Donde:

N	=	normalidad de la solución ácida
V	=	estándar de HCl 1.000 N, ml
W	=	peso de muestra, g

Mdit> 3.704 = g  $\text{Ca(OH)}_2$  equivalente a 1 ml de ácido estándar x 100 o 1 ml de ácido estándar = 1.32%  $\text{Ca(OH)}_2$  cuando se usó exactamente 2.804 g.

## 28.6 Precisión y sesgo:

**28.6.1** Veinticuatro laboratorios cooperaron en el ensayo de 3 muestras de Cal viva y una muestra de Cal hidratada con alto contenido de Calcio, obteniendo datos de repetibilidad (r) y reproducibilidad (R) (Práctica E 691) contenidos en la tabla 4.

**28.6.2** El usuario debe tener en cuenta que la repetibilidad y reproducibilidad son consideradas adecuadas para propósito de este método. Sin embargo niveles altos de MgO y CaO no reactivo incrementan ligeramente los valores de repetibilidad (dentro del laboratorios) y notablemente los valores de reproducibilidad (entre laboratorios).

**28.6.3** Debido a la carencia de estándar industrial reconocido, el sesgo de este método de ensayo no ha sido determinado.

Tabla 4.-Datos de Precisión (Resultados en % de Cal útil)

Material	Promedio	r	R
Cal Hidratada	71.967	0.367	0.963
Cal viva magnésica	88.495	0.479	1.784
Cal viva de Horno de eje	94.393	0.398	1.405
Cal viva de Horno rotatorio	94.438	0.337	1.092



**APROBACIÓN DEL DOCUMENTO**

<b>Título</b>	<b>Código</b>	<b>Revisión</b>	<b>Fecha (Mes/Año)</b>	<b>Fecha de solicitud de cambio (Mes/Año)</b>
<b>CONCENTRADO DE COBRE : COBRE - MÉTODO VOLUMÉTRICO</b>	SGS-LH-ME-15	00	JULIO 2012	JULIO 2012

<b>ELABORADO POR:</b>	<b>FIRMA</b>	<b>FECHA</b>
JOSE BALDEON CH.		
FREDY CORDOVA S.		

<b>REVISADO POR:</b>	<b>FIRMA</b>	<b>FECHA</b>
ANGEL ROMERO		
ALINA MUÑANTE		
CARLOS QUISPE		

<b>APROBADO POR:</b>	<b>FIRMA</b>	<b>FECHA</b>
CLAUDIO LIZARBE		
MONICA LARREA		

\* Este registro de aprobación se mantendrá en el archivo de QHSE

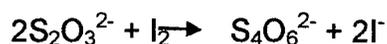
## 1. OBJETIVO

Establecer un método de ensayo para realizar la Determinación de Cobre (por método volumétrico) en Concentrado de Cobre.

## 2. PRINCIPIO DEL METODO

El método del Ioduro Es uno de los métodos mas exactos que se conoce para la determinación del cobre, y tiene la ventaja de ser aplicada en la determinación del cobre en minerales complejos .

El método se basa en que si se trata una solución de cal cúprica neutra o débilmente acida, con Ioduro de potasio en exceso se precipita todo en cobre en estado de yoduro cuproso y queda libre un átomo de yodo por cada átomo de cobre. El yodo liberado se valora con solución de tiosulfato de sodio.



## 3. APARATOS Y MATERIALES

- 3.1 Balanza analítica, resolución 0,1 mg
- 3.2 Agitador magnético
- 3.3 Bureta de 50 ml, clase A
- 3.4 Erlenmeyer de 300 ml
- 3.5 Gotero ámbar
- 3.6 Pro betas de 25 ml o dosificadores
- 3.7 Pinzas Y/O Manopla de goma para erlenmeyer
- 3.8 Espátula, peseta y pincel
- 3.9 Magneto y varilla magnética.

## 4. REACTIVOS

Durante el análisis, a menos que se especifique lo contrario usar reactivos de grado analítico y solamente agua destilada ó de mayor pureza.

Acido perclórico( $\text{HClO}_4$ , 69% -72% p.a.)

4.1 Hidróxido de Amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ , 28.5% – 30% )

4.2 Fluoruro de amonio (  $\text{NH}_4\text{F}$  p.a.)

4.3 Ácido acético glacial  $\text{CH}_3\text{COOH}$  1:1

4.4 Solución de Yoduro de Potasio , KI 25 %

Pesar 25 g de KI y diluir a 100 ml con agua.

4.5 Solución de Almidón al 0,25%

Pesar 2.5 g  $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$  y macerar con una cantidad pequeña de agua fría, luego agregar lentamente 100 ml de agua en ebullición y hervir por 2 minutos.

4.6 Solución de Tío cianato de amonio al 10%,  $\text{NH}_4\text{SCN}$  (o Tiocianato de Amonio al 10%)

Pesar 10g de Tiocianato de amonio , diluir a 1000ml de agua estilada.

4.7 Cobre metálico, mínimo 99.9% pureza

4.8 Solución de Tiosulfato de Sodio 1%

Pesar 10g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , disolver en agua recientemente hervida fría. Diluir a 1 litro de agua y homogeneizar.

#### Estandarización de la solución de Tiosulfato de Sodio 1 %

Pesar por triplicado aproximadamente 0.50 g de cobre metálico en matraz de 300 ml. Digestar con 5 ml de  $\text{HNO}_3$  hasta pastoso, luego adicionar 100 ml de agua hervir Enfriar, precipitar el % de FE con  $\text{NH}_4\text{OH}$  y la solución de ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ). Proseguir como la muestra, desde el punto 5.5.

## 5. PROCEDIMIENTO

5.1 Pesar aproximadamente 0,25 g de muestra y transferir a un matraz de 300 ml.

5.2 Añadir 2 ml  $\text{HClO}_4$  llevar a la plancha a una temperatura 250 C hasta la presencia de humos blancos luego se evapora hasta pastoso.

- 5.3** Enfriar, adicionar agua hasta aproximadamente 100 ml. Hervir hasta una disminución de volumen de 75 ml. Enfriar.
- 5.4** Adicionar  $\text{NH}_4\text{OH}$  hasta precipitación de Fe, no debe agregarse un gran exceso de amoniaco, luego agregar 5 ml de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  1:1. Adicionar 10 ml  $\text{NH}_4\text{F}$  al 10% hasta que se disuelva completamente el precipitado de Fe (enmascarar el Fe).
- 5.5** Lavar las paredes con agua. Adicionar 15 ml de solución de KI al 15%, homogeneizar en el agitador magnético y titular con el  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  hasta que la solución se torne amarillo pálido, luego agregar 5 ml de solución de almidón y continuar titulado hasta que el color azul comience a desaparecer, adicionar 5 ml de solución  $\text{NH}_4\text{SCN}$  al 10% , y de inmediato el color azul se intensifica y continuar titulado rápidamente hasta viraje amarillo patito.

## 6. CALCULO

$$\% \text{Cu} = (V \times F \times 100) / W$$

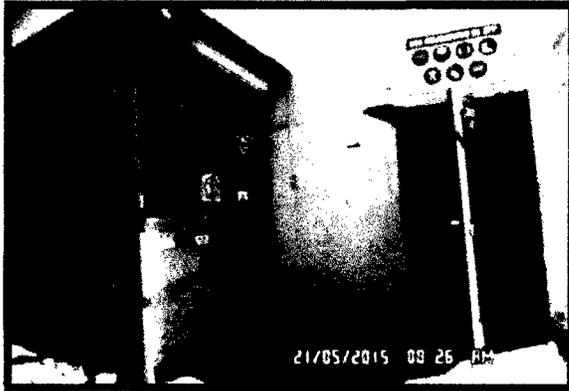
Donde:

- V = volumen titulante ,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- F = factor Del  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ( g de Cu metálico/ml de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  gastado)
- W = peso de la muestra (g)

## 7. CONSIDERACIONES DE SEGURIDAD Y MEDIO AMBIENTE:

- 7.1 El uso de los EPP es obligatorio en todas las áreas del laboratorio químico.
- 7.2 Tener en cuenta el compromiso de no contaminar el medio ambiente.
- 7.3 Si se van a realizar tareas nuevas se hará un Análisis de riesgos para las tareas a realizar.

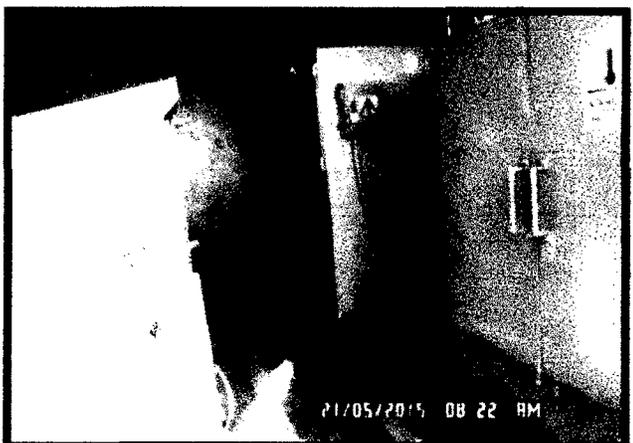
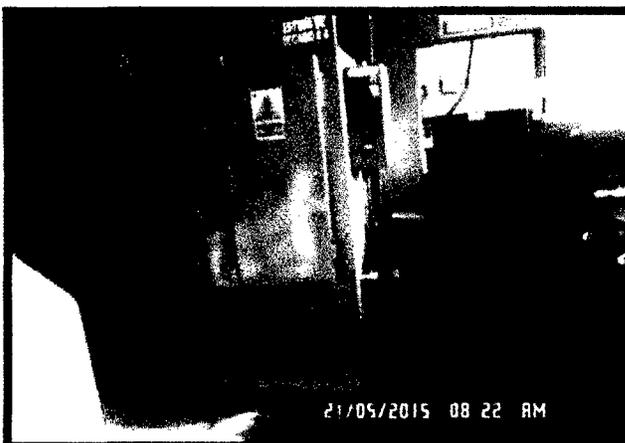
## ALMACEN DE REACTIVOS I



## SALA DE PREPARACION DE MUESTRAS GEOLOGIA

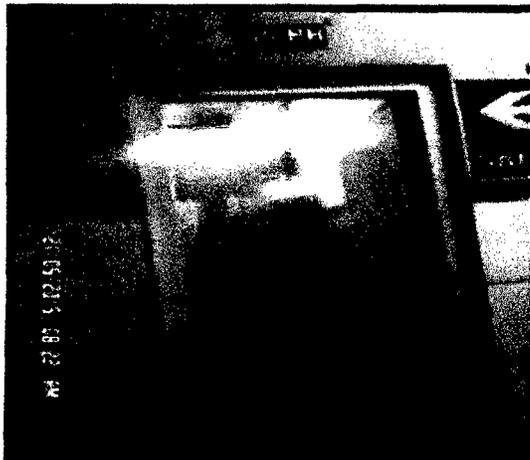


## SALA DE PREPARACION DE MUESTRAS PLANTA





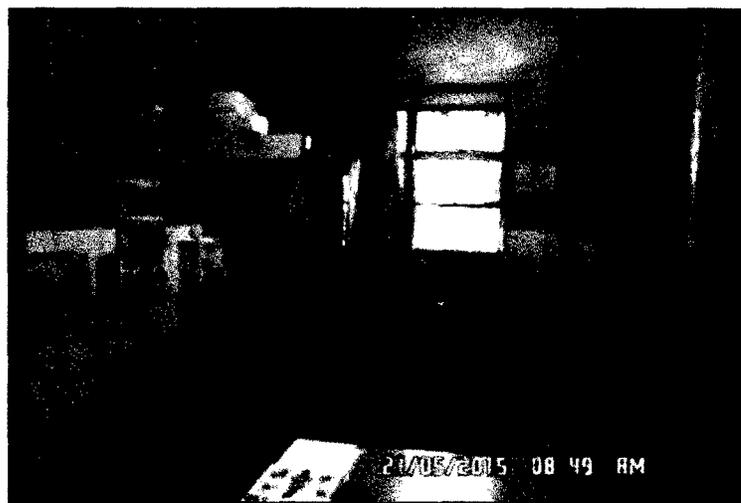
**SSH**



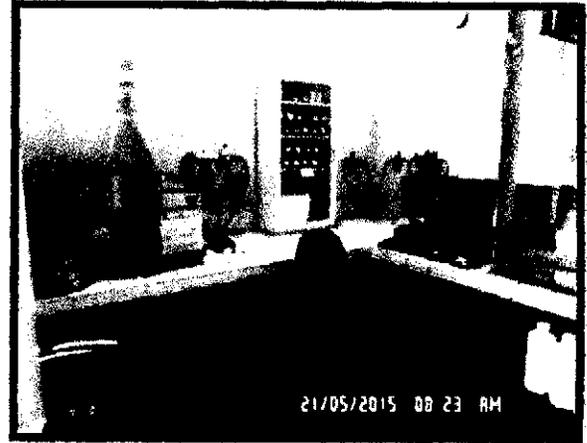
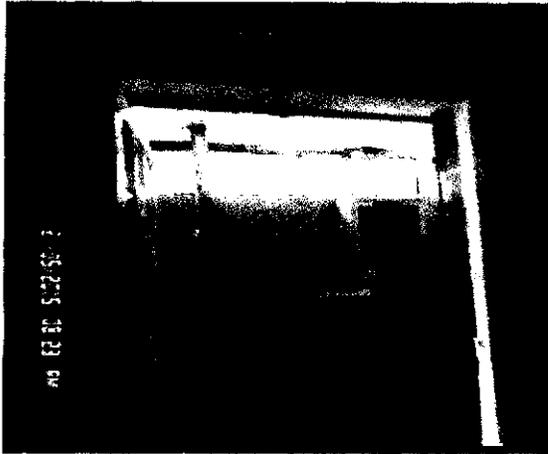
**PASADIZO**



**OFICINA JEFATURA**



## SALA DE ABSORCION ATOMICA



## SALA DE BALANZA



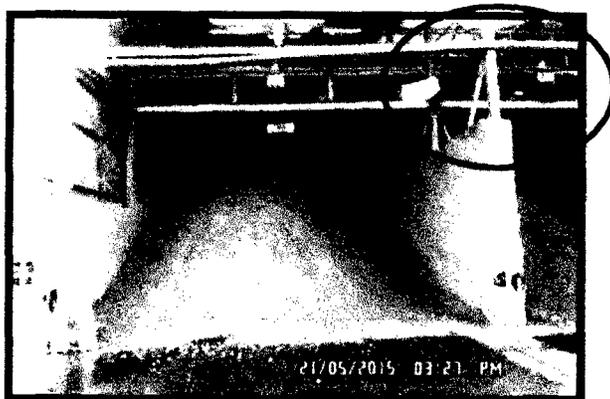
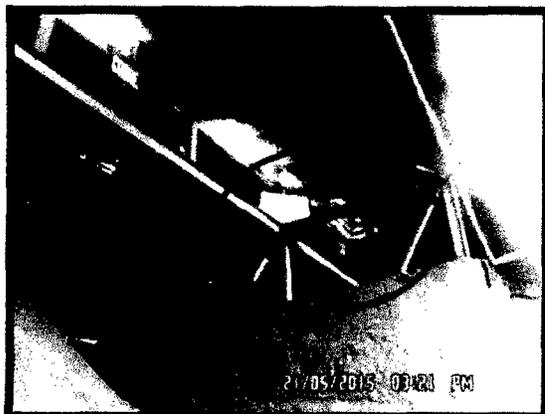
## SALA DE DIGESTION QUIMICA



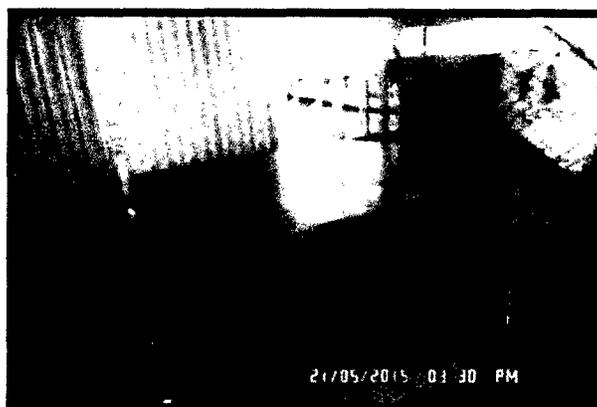
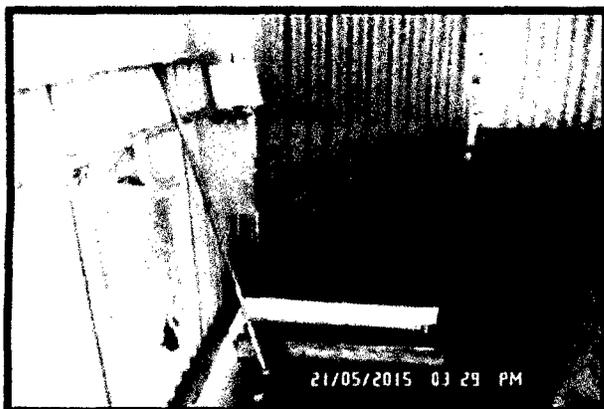
## ALMACEN DE REACTIVOS II



## CAMARA INSTALADA EN EL DEPOSITO DE CONCENTRADOS



## CABINA DE HOMOGENIZADO DE MUESTRAS DE DESPACHO



BIBLIOTECA E INFORMACION  
CULTURAL  
U.N.S.C.H.