



EL SABER DE MIS HIJOS  
HARÁ MI GRANDEZA

# UNIVERSIDAD DE SONORA

---

---

DIVISIÓN DE INGENIERÍA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA  
Y METALURGIA

## ESTANDARIZACIÓN DE ANÁLISIS SECUENCIAL DE COBRE SOLUBLE EN CIANURO

Memoria de prácticas profesionales

Que para obtener el título de:

**INGENIERO QUÍMICO**

Presenta

**MERARY CECILIA ZAVALA ALVAREZ**

Hermosillo, Sonora

Marzo 2019

# Universidad de Sonora

Repositorio Institucional UNISON



“El saber de mis hijos  
hará mi grandeza”



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco de todo corazón a aquellas personas que me impulsaron a culminar esta etapa, en especial a mis padres y a mis hermanos que gracias a su paciencia y su cariño fue una constante motivación para mí.

A mis abuelos maternos y paternos, por ser mi inspiración y siempre brindarme su apoyo.

Gracias a Pablo Jiménez por creer en mí, por su apoyo incondicional y por estar durante toda esta etapa.

Un agradecimiento especial a mis maestros sinodales quienes fueron mis guías para que esto fuera posible.

A mis mejores amigos: Melina, Karelia, Cecilia y Daniel, por estos años en los que compartimos el mismo sueño, creciendo al mismo tiempo como personas y como profesionistas, sin ellos no hubiera sido lo mismo.

## ÍNDICE DE CONTENIDO

<b>AGRADECIMIENTOS</b> .....	II
<b>ÍNDICE DE CONTENIDO</b> .....	III
<b>ÍNDICE DE FIGURAS</b> .....	IV
<b>ÍNDICE DE TABLAS</b> .....	VI
<b>RESUMEN</b> .....	VIII
<b>I. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS</b> .....	1
1.1. Introducción .....	2
1.2. Justificación del proyecto.....	4
1.3. Objetivos del proyecto .....	5
<b>II. ANTECEDENTES</b> .....	6
2.1. Espectroscopia de absorción atómica.....	7
2.2. Aplicaciones.....	10
2.3. Análisis de cobre secuencial .....	10
<b>III. METODOLOGÍA</b> .....	20
<b>IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b> .....	27
<b>V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b> .....	40
<b>VI. BIBLIOGRAFÍA</b> .....	44

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Comportamiento de los átomos según su emisión y absorción de radiación [1].	3
<b>Figura 2.</b> Niveles de energía de un electrón en un átomo.	7
<b>Figura 3.</b> Diagrama de componentes básicos de un equipo de absorción atómica.	8
<b>Figura 4.</b> Diagrama del proceso de atomización en una llama.	11
<b>Figura 5.</b> Estructura de la llama.	13
<b>Figura 6.</b> Representación de la estructura de un quemador utilizado en equipos de absorción atómica.	14
<b>Figura 7.</b> Diagrama del proceso general que se realiza para analizar los barrenos de mina.	21
<b>Figura 8.</b> Diagrama de consideraciones y parámetros para cada prueba.	25
<b>Figura 9.</b> Representación de reporte para la obtención del índice de solubilidad.	26
<b>Figura 10.</b> Comparación de distintos tiempos para muestras filtradas y no filtradas, con dosificación de 12.5 ml de NaCN. Resultados de las pruebas 1 y 2.	30
<b>Figura 11.</b> Comparación de muestras aforadas antes de agitarse siendo filtradas y no filtradas, para distintos tiempos de residencia. Resultados de las pruebas 3 y 4.	31
<b>Figura 12.</b> Comparación para muestras filtradas y no filtradas, siendo aforadas antes con tiempos de residencia de 2 y 3 horas. Resultados de las pruebas 5 y 6.	34
<b>Figura 13.</b> Comparación para muestras filtradas y no filtradas, siendo aforadas después de agitarse con tiempos de residencia de 2 y 3 horas. Resultados de las pruebas 7 y 8.	34
<b>Figura 14.</b> Comparación de muestras aforadas antes y después para un tiempo de residencia de 3 horas.	35
<b>Figura 15.</b> Comparación de muestras aforadas antes de agitarse, siendo filtradas y no filtradas para tiempos de residencia de 1, 2 y 3 horas. Resultados de las pruebas 9 y 10.	38

**Figura 16.** Comparación de muestras aforadas después de agitarse, siendo filtradas y no filtradas para tiempos de residencia de 1, 2 y 3 horas. Resultados de las pruebas 11 y 12..... 38

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla I.</b> Temperatura máxima (°C) de distintas llamas. ....	13
<b>Tabla II.</b> Porcentajes de disolución en soluciones de ácido sulfúrico y cianuro de sodio de varios minerales [12]. ....	16
<b>Tabla III.</b> Clasificaciones de propuesta mineralógica, metalúrgica y geológica basadas en análisis de cobre secuencial [12]. ....	17
<b>Tabla IV.</b> Pruebas preliminares. Dosificaciones de 12.5 ml y 25 ml de cianuro de sodio para tiempos de 30 minutos, una y dos horas de agitación. ....	28
<b>Tabla V.</b> Muestras filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificaciones de 12.5 ml y 25 ml de NaCN al 5%. Resultados de prueba 1. ....	29
<b>Tabla VI.</b> Muestras no filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de prueba 2. ....	29
<b>Tabla VII.</b> Muestras aforadas antes de agitarse, no filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de la prueba 3. ....	30
<b>Tabla VIII.</b> Muestras aforadas antes de agitarse, filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de la prueba 4. ....	31
<b>Tabla IX.</b> Muestras aforadas antes de agitarse, filtradas, con tiempos de residencia de 2 y 3 horas. Resultados de la prueba 5. ....	32
<b>Tabla X.</b> Muestras aforadas antes de agitarse, no filtradas, con tiempos de residencia de 2 y 3 horas. Resultados de la prueba 6. ....	32
<b>Tabla XI.</b> Muestras no aforadas antes de agitarse, filtradas, con tiempos de residencia de 2 y 3 horas. Resultados de la prueba 7. ....	33
<b>Tabla XII.</b> Muestras no aforadas antes de agitarse, no filtradas, con tiempos de residencia de 2 y 3 horas Resultados de la prueba 8. ....	33
<b>Tabla XIII.</b> Muestras aforadas antes de agitarse, filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de la prueba 9. ....	36
<b>Tabla XIV.</b> Muestras aforadas antes de agitarse, no filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de la prueba 10. ....	36

**Tabla XV.** Muestras no aforadas antes de agitarse, filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de la prueba 11. .... 37

**Tabla XVI.** Muestras no aforadas antes de agitarse, no filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de la prueba 12. .... 37



## **RESUMEN**

En el presente estudio se llevó a cabo la estandarización de análisis secuencial de cobre soluble en cianuro de sodio, variando distintos parámetros como tiempos de residencia, la dosificación de cianuro de sodio al 5%, se compararon muestras aforadas antes y después de agitarse, y por último se analizó si variaban los resultados con muestras que se filtraban después de estar en contacto con el cianuro de sodio, comparándolas con muestras que no fueron filtradas y que se dejaron sedimentar de 5 a 10 minutos. De ésta manera se realizó el análisis para aproximadamente 500 muestras en total tomando en cuenta su índice de solubilidad, llegando a obtener resultados positivos no sólo para beneficio de la empresa sino que también para el personal, aumentando principalmente su seguridad, al reducir el contacto que se tiene al momento de trabajar con el cianuro de sodio y reduciendo costos de material.

## **I. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS**

## **1.1. Introducción**

La planta minera Buenavista del Cobre S.A. de C.V. es una de las principales productoras de metal, operando la mina a cielo abierto. La empresa produce y exporta aproximadamente 200,000 toneladas de cobre refinado, utilizando los métodos de flotación y lixiviación para la extracción de cobre, siendo una de las minas que contiene los mayores yacimientos de cobre mineral en exportación en el mundo.

En este estudio se realizó la estandarización para la determinación de cobre soluble en cianuro para el análisis de cobre secuencial.

Para el análisis de este proyecto se utilizó como muestras los barrenos de mina, enviados diariamente al laboratorio metalurgista de la Concentradora 1 de la mina Buenavista del Cobre S.A. de C.V. Se aplica una técnica de preparación y lectura de cobre secuencial a las muestras de barrenos con el fin de determinar a qué área de la mina mandar el mineral que representa la barrenación.

El análisis realizado se llevó a cabo por medio de la técnica de absorción atómica, utilizando el modelo 3110 de la marca Perkin Elmer. Este método nos permite analizar la mayoría de los elementos de la tabla periódica y es utilizado para determinar la concentración de los metales en los minerales de una muestra.

La técnica de absorción atómica consiste en atomizar la muestra, para esto se utiliza una llama, la altura de la llama puede ser controlada por medio del ajuste de flujos de aire y acetileno, o altura del quemador. El elemento que se determina se debe vaporizar y reducir a su estado atómico. Un rayo luminoso de una longitud de onda característica, producido por una lámpara especial, se dirige a través del eje longitudinal de una flama, hacia un espectrofotómetro. Al mismo tiempo la solución de la muestra, previamente dispersada en forma de niebla, pasa a la flama donde se evapora secando la sal, y el vapor de esta se disocia en los átomos del elemento en estudio, los cuales absorben parte de la luz emitida por la lámpara. Dicha absorción se mide y se relaciona con la concentración [1].

En la figura 1 se muestra el comportamiento de los átomos según su emisión y absorción de radiación:

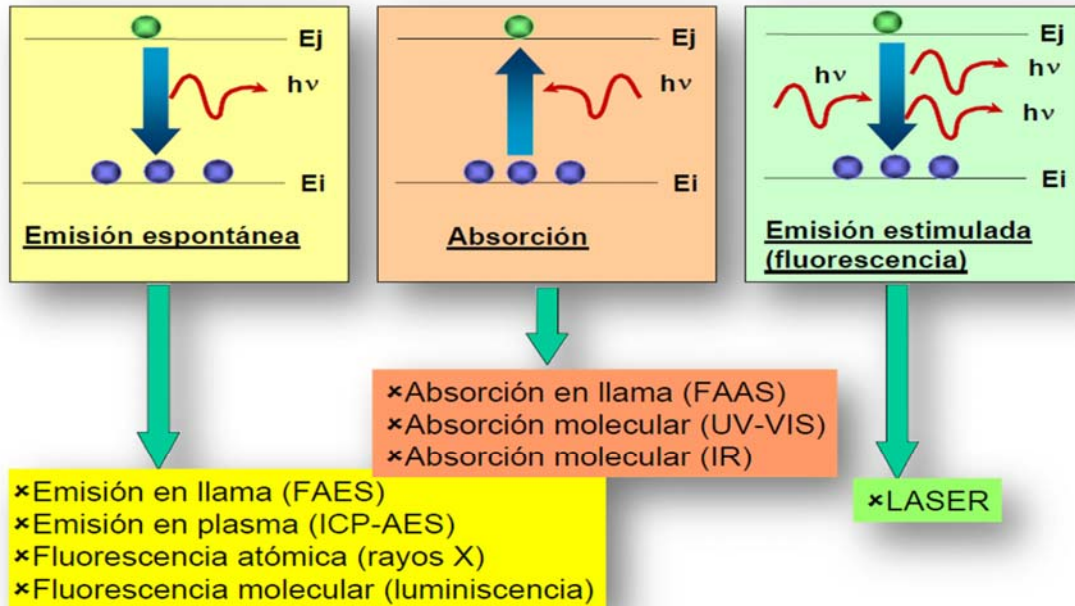


Figura 1. Comportamiento de los átomos según su emisión y absorción de radiación [1].

La espectroscopia de absorción atómica en flama es a la fecha la técnica más ampliamente utilizada 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 [2].

## 1.2. Justificación del proyecto

El análisis para la determinación de cobre secuencial tiene como finalidad optimizar la producción de cobre. Por lo que en este proyecto se buscó encontrar una técnica que permita a la empresa obtener resultados confiables para el análisis del cobre, con el objetivo de lograr mejorar tiempos y reducir costos.

El método por espectroscopia de absorción atómica, es muy usado en minerales de oro, plata, cobre o minerales polimetálicos entre otros. En el caso de la mina Buenavista del Cobre el análisis se lleva a cabo en minerales de cobre, analizando las muestras de barrenos de mina que llegan al laboratorio de la concentradora diariamente.

El cobre secuencial consiste en una suma de los valores de óxido de cobre ( $\text{CuO}$ ) y el valor de cobre soluble en cianuro ( $\text{CuCN}$ ), se resta al valor de cobre total de dicha muestra. El resultado obtenido de esta suma y resta en porcentaje se le conoce como índice de solubilidad.

Los resultados del análisis de cobre secuencial permiten dar información sobre el grado de oxidación del cobre, y los posibles minerales que pueden estar presentes en forma de sulfuros en muestras (pirita, calcopirita, etc.). Si el contenido de cobre soluble en ácido sulfúrico y cianuro es muy alto, el proceso de flotación puede verse afectado al disminuir la flotabilidad del mineral haciendo su superficie más hidrofílica o impidiendo la absorción de colectores que puedan hidrofobizarla.

### **1.3. Objetivos del proyecto**

El objetivo del proyecto realizado durante las prácticas profesionales es determinar la metodología más representativa para el análisis del cobre soluble en cianuro.

Objetivos particulares:

- Encontrar el mejor tiempo de residencia para la muestra.
- Reducir los costos del análisis de cobre secuencial.
- Reducir la exposición con el cianuro de sodio.
- Estandarizar una técnica única para el análisis de cobre secuencial en relación a sus clientes y laboratorios del grupo.

## **II. ANTECEDENTES**

## 2.1. Espectroscopia de absorción atómica

El átomo consiste de un núcleo y de un número determinado de electrones que llenan ciertos niveles cuánticos. La configuración electrónica más estable de un átomo corresponde a la de menor contenido energético conocido como “estado fundamental”. Y es el estado de energía preferido naturalmente. Mientras no se le comunique energía al átomo, el electrón permanecerá en el estado fundamental [3].

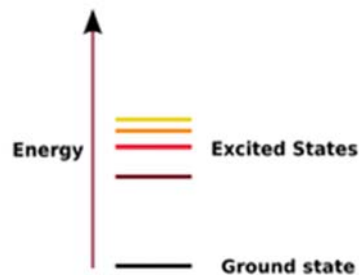


Figura 2. Niveles de energía de un electrón en un átomo.

La frecuencia de la energía radiante emitida corresponde a la diferencia de energía entre el estado excitado ( $E_1$ ) y el estado fundamental ( $E_0$ ) como se encuentra descrito en la ecuación de Planck:

$$E = E_1 - E_0 = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (1)$$

$h$  = constante de Planck

$\nu$  = frecuencia

$c$  = velocidad de luz

$\lambda$  = longitud de onda

Según la teoría atómica, el átomo puede alcanzar diferentes estados ( $E_1, E_2, E_3, \dots$ ) y de cada uno de ellos emitir una radiación ( $\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, \dots$ ) característica, obteniéndose así un espectro atómico, caracterizado por presentar un gran número de líneas discretas [4].



En absorción atómica es relevante solamente aquella longitud de onda correspondiente a una transición entre el estado fundamental de un átomo y el primer estado excitado y se conoce como longitud de onda de resonancia.

De la ecuación de Planck, se tiene que un átomo podrá absorber solamente radiación de una longitud de onda (frecuencia) específica. En absorción atómica interesa medir la absorción de esta radiación de resonancia al hacerla pasar a través de una población de átomos libres en estado fundamental. Estos absorberán parte de la radiación en forma proporcional a su concentración atómica [4].

La relación entre absorción y concentración se encuentra definida en la Ley de Lambert-Beer.

Los instrumentos que permiten separar una radiación electromagnética en sus componentes se llaman espectroscopio y si además permite medir las longitudes de onda de las diferentes radiaciones, reciben el nombre de espectrómetros [5].

Como la trayectoria de la radiación permanece constante y el coeficiente de absorción es característico para cada elemento, la absorbancia es directamente proporcional a la concentración de las especies absorbentes.

Los componentes básicos de un equipo de absorción atómica son:



Figura 3. Diagrama de componentes básicos de un equipo de absorción atómica.

La fuente radiante más común para las mediciones de absorción atómica es la lámpara de cátodo hueco, que consiste en un cilindro relleno con un gas inerte dentro del cual se encuentra un cátodo (construido del metal a analizar) y un ánodo [4]. Al aplicar un cierto potencial a través de los electrodos esta fuente emite el espectro atómico del metal del cual está construido el cátodo.

En la espectroscopia de absorción atómica se utilizan atomizadores con y sin llama para producir átomos libres del metal en el haz de la radiación. El atomizador con llama está compuesto de un nebulizador y un quemador. La solución de la muestra es convertida primero a un fino aerosol, y luego llevada a la llama que entrega la energía suficiente para evaporar el solvente y descomponer los compuestos químicos resultantes en átomos libres en su estado fundamental. Las mezclas de gases más usados para producir la llama adecuada son: aire/propano, aire/acetileno y óxido nitroso/acetileno. Generalmente, la elección dependerá de la temperatura requerida para la disociación de los compuestos y de las características químicas del elemento a determina [6].

## 2.2. Aplicaciones

La espectroscopia de absorción atómica constituye una de las técnicas más empleadas para la determinación de más de 60 elementos, principalmente en el rango de ppm o ppb en una gran variedad de muestras. Entre algunas de sus múltiples aplicaciones tenemos el análisis de: aguas, muestras geológicas, muestras orgánicas, metales y aleaciones, petróleo y sus subproductos; y de amplia gama de muestras de industrias químicas y farmacéuticas.

La espectroscopia de absorción atómica con llama es el método más empleado para la determinación de metales en una amplia variedad de matrices. Su popularidad se debe a su especificidad, sensibilidad y facilidad de operación. En este método la solución muestra es directamente aspirada a una llama de flujo laminar. La llama tiene como función generar átomos en su estado fundamental, de los elementos presentes en la solución muestra. Temperaturas cercanas a los 1,500–3,000°C son suficientes para producir la atomización de un gran número de elementos, los que absorberán parte de la radiación proveniente de la fuente luminosa [7].

Desde el inicio, en 1955, de la espectroscopia de absorción atómica como método de análisis, hubo un nuevo ímpetu de desarrollar sistemas de atomización con llama, además de existir un interés continuo en conocer el mecanismo mediante el cual la solución muestra es convertida a vapor atómico en la llama. El resultado fue el desarrollo de un quemador con un cabezal de ranura, obteniéndose de este modo un camino óptico alargado a través de la llama, lo que proporciona una mayor sensibilidad al método. Estos quemadores emplean generalmente una cámara de premezclado de combustible/oxidante en combinación con un sistema para aspirar la solución muestra a la llama [7]. En la Figura 1 se observan los procesos que experimenta una solución muestra con estos sistemas de atomización en la llama.

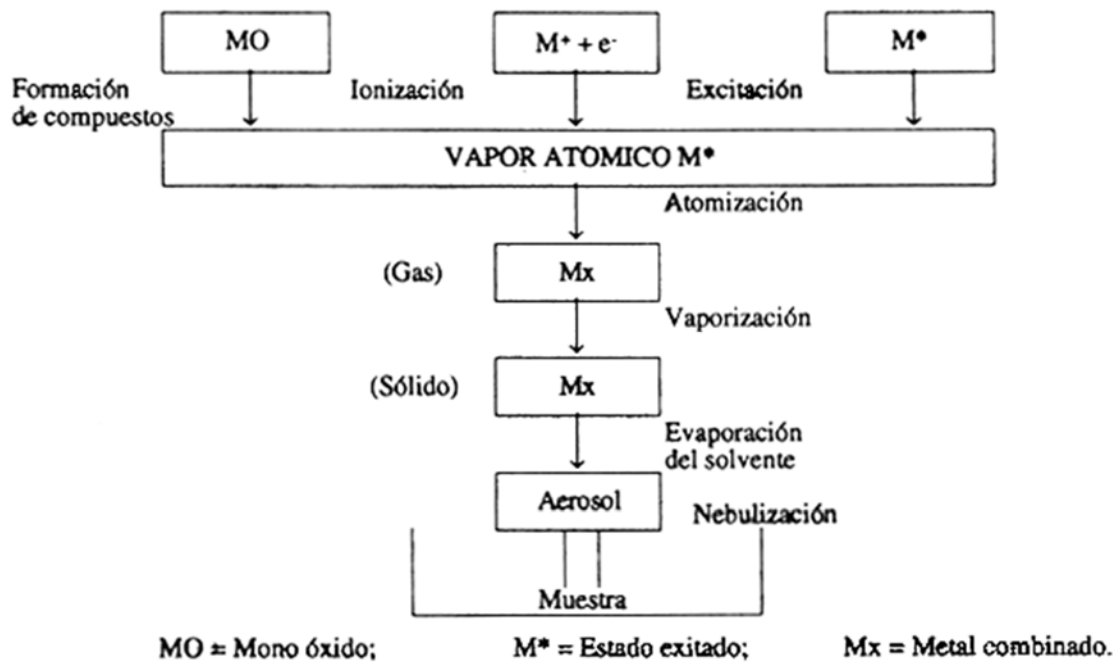


Figura 4. Diagrama del proceso de atomización en una llama.

El número de átomos generados en su estado fundamental en la etapa de atomización determinará la cantidad de radiación absorbida.

El quemador del premezclado, que consiste en la combinación de un nebulizador con un quemador. En este sistema continuo la solución muestra es aspirada por arrastre con el gas comburente a través de un nebulizador para generar un aerosol fino dentro de una cámara donde se mezcla con los gases combustible y comburente auxiliar. Un deflector de flujo, ubicado en la cámara de premezclado, permite que las gotitas más grandes impacten contra él, caigan al fondo de la cámara y se escurran por el tubo de drenaje. El aerosol compuesto por las gotitas más finas es transportado hacia el cabezal del quemador, donde ocurre la combustión y la atomización de la muestra. Una entrada de gas oxidante auxiliar directa a la cámara de premezclado permite que los ajustes del flujo del oxidante sean efectuados por medio de la línea auxiliar, mientras que el flujo a través del nebulizador permanece constante [4]. De esta forma la velocidad de aspiración de la muestra es independiente de las condiciones de la llama.

Los nebulizadores pueden ser regulados para variar la velocidad de aspiración de la solución muestra (1–4 ml/min). Estos están hechos de un material resistente a la corrosión.

Diferentes tipos de cabezales son utilizados dependiendo del tipo de llama a emplear. Estos se construyen de titanio para darle una resistencia al calor y a la corrosión, siendo los más empleados de 10 cm de ranura simple (llama acetileno/aire), 10 cm de ranura triple para soluciones con alto contenido de sólidos y cabezal de 5 cm (llama acetileno/óxido nitroso) [4].

El tiempo necesario para la atomización de una muestra dependerá de la velocidad de entrada de los gases en la llama y se expresa con altura de la llama, de modo que la medición de la absorbancia se debe realizar en una zona en que la atomización sea completa.

La llama debe ser en lo posible transparente, es decir, no debe absorber parte de la radiación proveniente de la lámpara. En general, la llama debe poseer una alta eficiencia en la producción de átomos libres y ésta debe evitar que ocurran reacciones del elemento a determinar con productos de la combustión de los gases empleados o con otros componentes de la muestra. Al respecto, la temperatura de la llama tiene un cierto grado de importancia, siendo a veces más valiosas las propiedades reductoras u oxidantes (según relación entre gases combustible/comburente) de ella. La razón óptima combustible/comburente dependerá [8]:

- Del tipo de quemador.
- De los gases (combustible/comburente).
- Del elemento a determinar.

Tabla I. Temperatura máxima (°C) de distintas llamas.

Combustible	Aire	Oxígeno
Gas alumbrado	1,700	2,700
Propano	1,930	2,800
Butano	1,900	2,900
Hidrógeno	2,100	2,780
Acetileno	2,300	3,100
Cianógeno	2,300	4,300

La llama aire/acetileno es la más empleada, debido a que ofrece para muchos elementos un medio ambiente y temperatura suficientes para la atomización. La llama es completamente transparente y solamente muestra auto absorción bajo los 230 nm [8].



Figura 5. Estructura de la llama

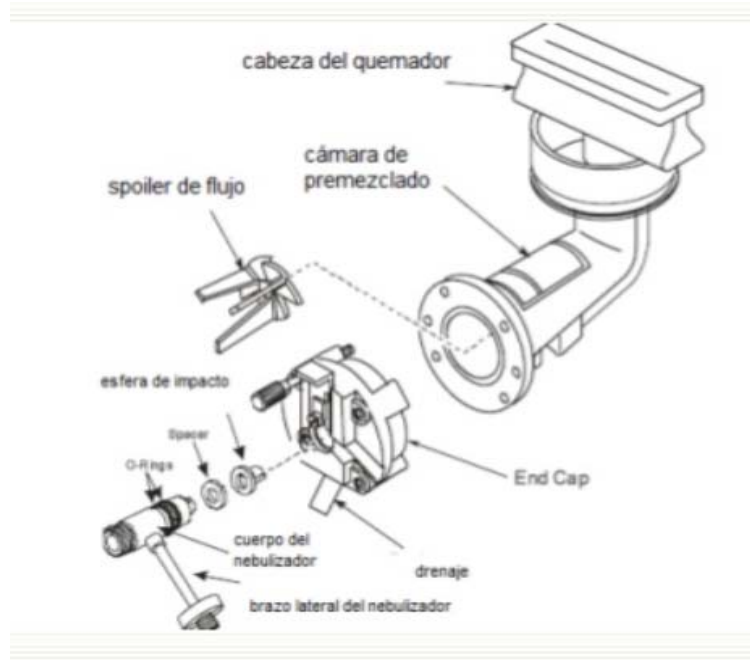


Figura 6. Representación de la estructura de un quemador utilizado en equipos de absorción atómica.

En espectroscopia de absorción atómica la concentración de un elemento en una muestra se determina por comparación de la absorbancia de la solución muestra con la absorbancia de soluciones estándar de concentración conocida. Si cualquier constituyente de la muestra altera uno o más pasos en el proceso de formación de átomos en su estado fundamental en la llama, llevará a un error en la medición de la concentración [8].

### 2.3. Análisis de cobre secuencial

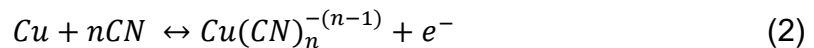
Para definir el proceso minero metalúrgico de los minerales de cobre, se emplea como herramienta el método de análisis de cobre secuencial, el cual se basa en lo siguiente:

En la Tabla 2, se muestran los distintos minerales de cobre con distinto grado de solubilidad en soluciones de ácido sulfúrico y de cianuro. Sobre la base de este comportamiento, se tienen los argumentos que permiten su identificación.

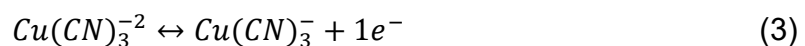
El método consiste en tratar primero una muestra mediante una digestión con ácido sulfúrico al 5%, con lo que disolvemos y obtenemos el contenido de cobre como óxido soluble en ácido. Luego, en el remanente de la misma muestra, mediante una digestión con una solución de cianuro de sodio al 5%, se obtiene el cobre contenido en los sulfuros secundarios y la bornita sulfuro primario. Finalmente, se efectúa el ensayo del residuo analítico anterior por cobre, que es llamado cobre residual, el cual es mayormente el cobre presente en la calcopirita –sulfuro primario– [9].

Una verificación de que todo el cobre presente en la muestra ha sido detectado y cuantificado mediante este método secuencial es la comparación de la sumatoria del cobre soluble en ácido, el cobre soluble en cianuro y el cobre residual. Esta sumatoria debe ser igual o casi igual al contenido de cobre total de la muestra [10].

El cobre forma compuestos en dos estados de oxidación, +1 y +2. El estado de oxidación +3 es también conocido, pero el cobre trivalente tiende a ser inestable en soluciones acuosas. El cobre forma aniones complejos solubles, la disolución anódica del cobre en cianuro esta resumida en la siguiente formula [11]:



El mecanismo para la oxidación del cianuro en presencia de cobre se ha sugerido en la literatura y se resume a continuación:





El complejo de cobre (II),  $Cu_2(CN)_6^{-2}$ , no es estable ya que se descompone en cianógeno y  $Cu(CN)_2^-$  según la reacción [11]:



Donde posteriormente el  $Cu(CN)_2^-$  puede ser combinado con cianuro libre para regenerarse y formar complejos estables como  $Cu(CN)_3^{-2}$  y  $Cu(CN)_4^{-3}$  [11].

Tabla II. Porcentajes de disolución en soluciones de ácido sulfúrico y cianuro de sodio de varios minerales [12].

Especie Mineral	Composición Aproximada	% Aproximado de Disolución	
		En Solución de Acido Sulfúrico	En Solución de Cianuro de Sodio
<b>OXIDOS</b>			
Atacamita	$CuCl_2(OH)_3$	100	100
Azurita	$Cu_3(CO_3)_2 \cdot Cu(OH)_2$	100	100
Cuprita	$Cu_2O$	70	100
Crisocola	$CuSiO_3 \cdot 2H_2O$	100	45
Malaquita	$CuCO_3 \cdot Cu(OH)_2$	100	100
Cobre Nativo	$Cu$	5	100
Tenorita	$CuO$	100	100
<b>SULFUROS SECUNDARIOS</b>			
Calcosina	$Cu_2S$	8	100
Covelina	$CuS$	5	100
<b>SULFUROS PRIMARIOS</b>			
Bornita	$Cu_2FeS_4$	2	100
Calcopirita	$CuFeS_2$	2	7
<b>Nota.-</b> Las muestras serán pulverizadas finamente (100% malla -150) y el tiempo de reacción es una hora o menos			

Con la información del método secuencial, se pueden definir los siguientes conceptos:

“Índice de Solubilidad” (IS):

$$I.S. = \frac{(\%Cu_{SAC} + \%Cu_{SCN}) \times 100}{\%Cut} \quad (6)$$

%CuSAc: % de cobre soluble en ácido sulfúrico al 5%

%CuSCN: % de cobre soluble en cianuro de sodio al 5%

%CuT: % de cobre total

Cobre soluble (CS) se define por la siguiente fórmula:

$$C.S. = (\%CuSAc + \%CuSCN) \times 100 \quad (7)$$

Como referencia, para grupo México, el I.S. se define por la siguiente fórmula:

$$I.S. = \%CuSAc + \%CuSCN \quad (8)$$

El cobre total, Cut, también puede ser calculado sobre la base de cobre secuencial de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\%Cut = \%CuSAc + \%CuSCN + \%CuR \quad (9)$$

%CuR: % de cobre residual secuencial.

En la tabla 3 se tiene una propuesta para determinar la clasificación mineralógica, la clasificación metalúrgica y la clasificación geológica de un yacimiento de cobre sobre la base del análisis de cobre por método secuencial [12].

Tabla III. Clasificaciones de propuesta mineralógica, metalúrgica y geológica basadas en análisis de cobre secuencial [12].

Pasos del análisis secuencial	Clasificación Mineralógica	Clasificación Metalúrgica	Clasificación Geológica	
Cobre Soluble en ácido sulfúrico	Oxido de cobre	Lixiviable en Acido Sulfúrico	Zona de Oxido: CuSAc/CuT>50%	Zona Mixta CuSCN o CuR/CuT son todos <50%
Cobre Soluble en Cianuro de Sodio	Componentes de Sulfuros Secundarios	Lixiviable en Medio Férrico	Zona Secundaria: CuSCN/CuT>50%	
Cobre Residual Total	Sulfuro Primario	Lixiviable en Medio Bacterial	Zona Primaria CuR/CuT>50%	

Es importante mencionar algunos de los parámetros a considerar para la estandarizar el método, en primer lugar, es necesario verificar que la muestra que se recibe para su análisis se encuentre bien pulverizada con el tamaño de partícula requerida para que la digestión se realice de la manera adecuada y bien homogenizada para poder tener resultados estables y repetitivos.

Se deberán utilizar 0.5 g de la muestra a atacar, ya que, es la cantidad más conveniente para su análisis. Se llegó a esta determinación de peso ya que al aumentar la cantidad de muestra, el papel filtro se saturaba causando así deficiencias en la separación completa del óxido de cobre de la muestra. Otro problema es que los tubos de muestras utilizados para el cobre soluble en cianuro se llenaban de agua desionizada al intentar remover toda la muestra del papel filtro. Tampoco se intentó disminuir la cantidad de muestra ya que los valores de CuO son bajos en comparación a los estándares utilizados por lo que aumentaría la dificultad de analizarse en los equipos de absorción atómica.

Otro de los parámetros es el tiempo que se deja digerir la muestra atacada con ácido sulfúrico, se recomienda que el tiempo de digestión sea de 1 a 2 minutos después de que la muestra empiece a hervir para que ésta se logre correctamente. Es necesario parar la reacción con agua fría para solo digerir los óxidos en el mineral.

La temperatura del agua desionizada para bajar la muestra del filtro una vez que se pasa al tubo de muestra es otro aspecto importante que estuvo en revisión en las pruebas. Esto con el fin de poder comparar si era más eficiente realizarse con agua fría o con agua caliente.

El volumen de muestra con cianuro también se tomó en cuenta. Utilizando tubos de muestras de 50 ml como actualmente se utiliza y también matraces de 100 ml. Buscando siempre la manera de obtener el valor más cercano al real.

El tiempo de residencia o agitación se intuyó sería el parámetro que más afectaría al valor del análisis. Por este motivo se buscó hacer diferentes tipos de pruebas para demostrar lo anterior y con ello aumentar la eficiencia de la técnica. Para eso también se intentaba analizar si era posible aforar la muestra previamente a la agitación.

El tiempo de sedimentación es otro de los parámetros que se tomaron en cuenta, en el que las muestras se dejaron sedimentar de 5 a 10 minutos al igual que en el análisis que actualmente se utiliza. Para evitar problemas con los equipos de absorción atómica y mejorar la calidad del análisis se utilizó filtro de papel 5A para filtrar la muestra previa a la lectura. Se compararon pruebas de muestras filtradas contra muestras sedimentadas.

Para poder estandarizar la técnica se buscó variar parámetros con el fin de comparar y determinar que valores aumentarían la eficiencia tanto en tiempo como en costo sin disminuir la calidad del ensaye realizado y así cumplir con los objetivos establecidos en este proyecto.

### **III. METODOLOGÍA**

Para comenzar con el análisis y la estandarización del método se tomaron muestras de barrenos de mina para llevar a cabo pruebas en las que se puedan comparar las variables de tiempo, dosificación, filtrado y no filtrado de las muestras, el uso de agua caliente para bajar la muestra y el aforado antes y después de agitarlas. En la figura 7 se presenta el diagrama del proceso general utilizado.

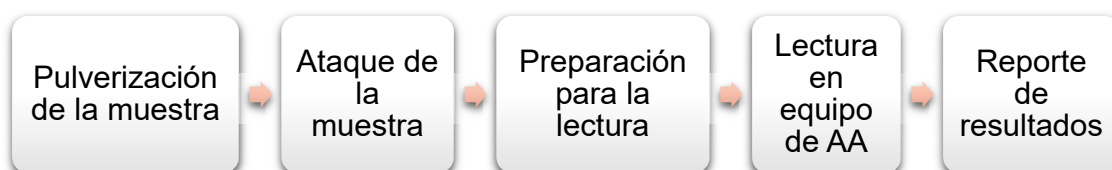


Figura 7. Diagrama del proceso general que se realiza para analizar los barrenos de mina.

A continuación se describe de forma detallada el procedimiento que realizaba el laboratorio metalurgista de la concentradora I:

1. El área de metalurgia recibe los barrenos de mina.
2. Se pasa la muestra por la malla -140 (105 micrones).
3. Se envía al área de ensaye aproximadamente 200 g de muestra para su análisis.
4. Pesar 0.5 g de muestra en un vaso precipitado de 250 ml.
5. Agregar 25 ml de ácido sulfúrico al 5% y subir a plancha con temperatura alta.
6. Hervir la muestra (2min).
7. Bajar la muestra y agregar agua para cortar la reacción.
8. Colocar filtro 5A en embudo de vidrio.
9. Vaciar la muestra en el embudo.
10. Esperar a que se filtre completamente la muestra.
11. Aforar un matraz de 100 ml en el cual contiene el óxido de cobre para su análisis.
12. Colocar el tubo de muestra de 50 ml debajo del embudo.

13. Abrir el filtro y bajar la muestra con agua.
14. Agregar al tubo de muestra 12.5 ml de cianuro de sodio al 5%.
15. Tapar el tubo de muestra y subir a agitar durante 2 horas.
16. Bajar tubos de muestras y aforarlos.
17. Tapar tubos de muestras y agitarlos manualmente para su homogenización.
18. Dejar sedimentar la muestra durante 10 minutos.
19. Preparar el equipo de AA calibrando con estándares de 10, 30 y 60 ppm.
20. Leer en AA.

Previamente se realizaron pruebas con muestras a las que se les estuvo variando el tiempo de residencia, las muestras estuvieron en constante agitación durante 30 minutos, una hora y dos horas, para comparar de esta manera si habría diferencias significativas. Además de utilizar dosificaciones de 12.5 ml aforados a 50 ml y 25 ml de cianuro de sodio aforados en un matraz de 100 ml. Cuando las muestras finalmente terminaban el tiempo de agitación y se dejaban sedimentar durante algunos minutos, se procedía a filtrar algunas de las muestras y leerlas en el equipo de absorción atómica, de esta manera se comparaban las diferencias entre los tiempos, la dosificación y las muestras que se habían filtrado con las que se leían sin filtrarse.

De esta manera se pudo observar que para un tiempo de 30 minutos los resultados quedaban muy por debajo del valor real, por lo que se tomó la decisión de no seguir utilizando ese tiempo de residencia en las muestras.

Después de analizar estas muestras se dio inicio a las pruebas las cuales se presentan a continuación:

### Prueba N°1

Las muestras fueron preparadas de acuerdo a la técnica antes mencionada y los parámetros a variar fueron en la dosificación de cianuro de sodio, el tiempo de residencia (agitación) y en filtrar la muestra. Las muestras fueron dosificadas a 12.5 ml y 25 ml, aforadas en un tubo de muestra de 50 ml y un matraz de 100 ml respectivamente. Los tiempos de residencia utilizados fueron de una hora, dos

horas y tres horas. Después de que la muestra fue agitada también era filtrada con los filtros 5A para pasarse a leer al equipo de absorción atómica en tubos de ensaye.

#### Prueba N°2.

Las muestras fueron dosificadas a 12.5 ml de cianuro de sodio y aforadas en un tubo de muestra de 50 ml. La dosificación de 25 ml de cianuro de sodio aforados en un matraz de 100 ml dejó de emplearse. Los tiempos de residencia utilizados fueron de una hora, dos horas y tres horas. A diferencia de la prueba 1 las muestras no se filtraban por lo que se dejó sedimentar 5 minutos antes de la lectura, esto para lograr comparar si había diferencias significativas entre las muestras filtradas y no filtradas, de esta manera se busca reducir la exposición con el cianuro y reducir costos.

#### Prueba N°3.

El procedimiento que se siguió fue similar a los anteriores, se siguieron utilizando tiempos de residencia de una hora, dos horas y tres horas, sin embargo, la dosificación de 25 ml aforados en un matraz de 100 ml parecía no ser necesaria, ya que, en base a las pruebas realizadas anteriormente, se mostró que la muestra no presentaba diferencias significativas entre los resultados obtenidos. También, en estas pruebas las muestras fueron aforadas antes de subirse a agitar y no fueron filtradas para su lectura.

#### Prueba N°4.

En estas pruebas se siguió el procedimiento similar a las pruebas n°3. Los tiempos de residencia empleados fueron los mismos. Se utilizó la dosificación de 12.5 ml de cianuro de sodio aforados en un tubo de muestra de 50 ml. Las muestras fueron aforadas antes de subirse a agitar y una vez que terminaban la agitación eran filtradas con papel filtro 5A.

#### Prueba N°5.

Al obtener los resultados de las pruebas corridas 3 y 4 se pudo observar que para un tiempo de una hora el valor que se obtenía no estaba mal, pero se notó una



tendencia que el valor obtenido quedaba por debajo de los valores de las muestras control y de las muestras que se dejaban agitando dos y tres horas. Por lo que en esta prueba los tiempos utilizados fueron de dos y tres horas para lograr comparar resultados entre estos. También a partir de esta prueba se comenzó a utilizar agua caliente para bajar la muestra al tubo de muestra. Estas muestras fueron filtradas con papel filtro 5A después de ser agitadas.

#### Prueba N°6.

Las pruebas realizadas fueron de igual manera similares a la anterior. Se analizó el mismo barreno de mina. Se hizo uso de agua caliente para bajar la muestra al tubo de muestra, también se utilizaron los mismos tiempos de residencia de dos y tres horas. La dosificación fue de 12.5 ml de cianuro de sodio y las muestras fueron aforadas antes de subirse a agitar, sin embargo, estas muestras no fueron filtradas después de agitarse.

#### Prueba N°7.

Para estas muestras los tubos de muestras no fueron aforados antes de subirse a agitar. La dosificación fue la misma a la prueba n°6, al igual que los tiempos de residencia y la utilización de agua caliente para bajar la muestra al tubo de muestra. En esta corrida las muestras fueron filtradas con papel filtro 5A.

#### Prueba N° 8.

En esta prueba de igual manera los tubos de muestras no se aforaron antes de subirse a agitar, se utilizó el agua caliente para bajar el mineral al tubo de muestra, se agregaron 12.5 ml de cianuro de sodio y los tiempos de residencia fueron de dos y tres horas. Después de estar agitándose se procedió a leer la muestra en el equipo de absorción atómica sin filtrarse.

Al finalizar con esta prueba ya se podía notar la diferencia entre utilizar agua fría y agua caliente para bajar la muestra. Se genera un mayor desperdicio de agua al momento de querer bajar la muestra con agua fría comparada con el agua caliente. Además de que resulta más fácil trabajar con el tubo de muestra de 50 ml si se

utiliza agua caliente, al no necesitar tanta agua el volumen que queda en el tubo de muestra es el justo para poder agregar la cantidad de cianuro requerida y aforar por lo general casi todas las muestras al mismo volumen, también el filtro se mostraba limpio del mineral sin dejar residuos.

En la figura 8 se resumen los parámetros y consideraciones para cada prueba.

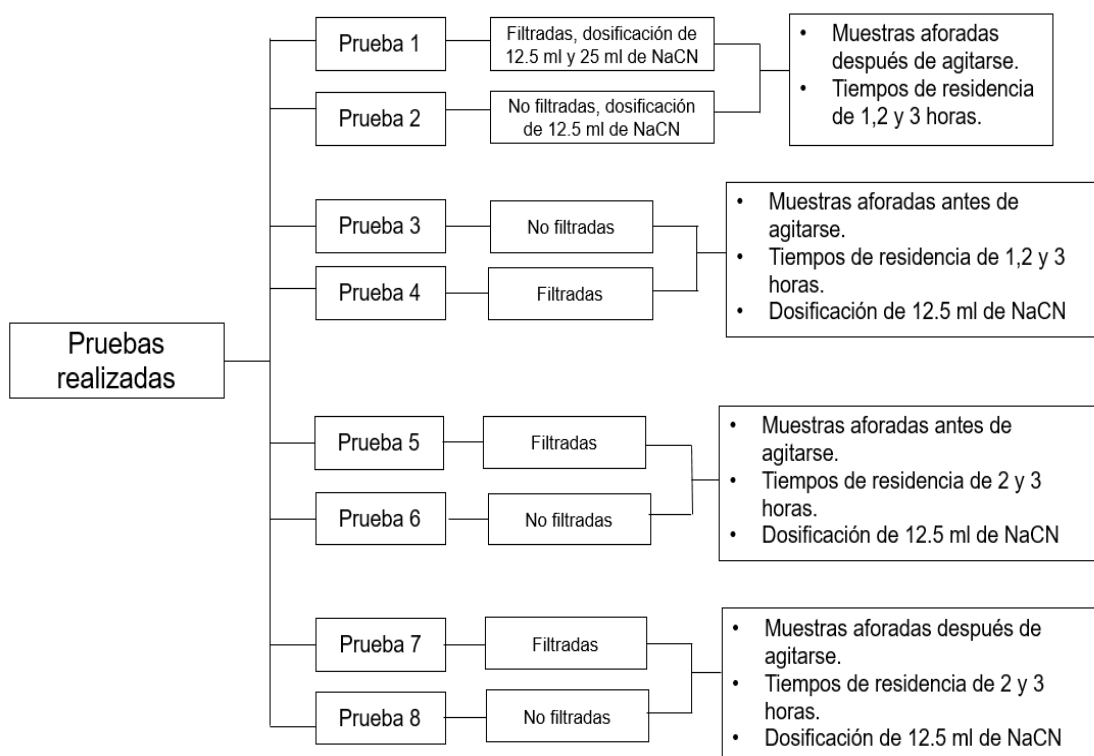


Figura 8. Diagrama de consideraciones y parámetros para cada prueba.

En el caso de las pruebas 9, 10, 11 y 12 el procedimiento que se siguió fue el mismo que el de las pruebas 5, 6, 7 y 8. Simplemente para seguir corroborando resultados y verificar las posibles alternativas que servirían para mejorar la técnica.

Como anteriormente se mencionó, se tomó en cuenta los índices de solubilidad de las muestras de barrenos que ya habían sido analizadas, en todas las pruebas se tomaron muestras que tuvieran bajos, medianos y altos índices para así poder observar cualquier cambio relevante durante el proceso en las distintas muestras que pudieran presentar baja, media o alta ley de cobre, que como se sabe dependiendo de la ley que presente el mineral se destinará para su uso.

Para cada prueba realizada se verificó que el equipo de absorción atómica se encontrara bien calibrado. Utilizando estándares de cobre de 10 ppm, 30 ppm y 60 ppm. Además de estar revisando un control de cobre soluble en cianuro.

También se revisaba que la longitud de onda del equipo de absorción atómica fuera la correcta para el caso del equipo modelo 3110 Perkin Elmer y las muestras de cobre soluble, era necesario mantener la longitud de onda a 327.4 nm. Además de saber controlar los flujos de aire y acetileno para que la llama tuviera la altura adecuada.

Una vez tomada la lectura en el equipo de absorción atómica se pasaba al reporte de resultados, tal como se muestra en el siguiente ejemplo (figura 9) proporcionado por la empresa:

GRUPO MEXICO OPERADORA DE MINAS E INSTALACIONES MINERAS		BUENAVISTA DEL COBRE S.A. DE C.V. Laboratorio Metalúrgico Concentradora REPORTE ANALISIS DE BARRENOS MINA										Revision				002						
												Codigo				LEF-002						
												Pagina				1 de 1						
QUIMICO RESPONSABLE (IMPUREZAS):				ESMERALDA PEREZ				QUIMICO RESPONSABLE (OXIDOS, CUCN):										ESMERALDA PEREZ-MANUEL HERNANDEZ				Inicio de Solubilidad
FECHA MUESTRA: 26 DE AGOSTO 2018				FECHA ENSAYE:				#VALOR														
RD-40	#	% Cu	% Fe	% CuO	% FeO	% Zn	% As	% Sb	% Bi	% Pb	% Mo	% Cd	CuCn-Sec	Fe AA	Pb AA	Zn AA	Mo AA	Cu AA	Dif			
8.3E+08	1	0.324	5.153	0.010	0.110	0.230	0.013	0.000	0.000	0.007	0.008	0.001	0.185								60.19	
8.3E+08	2	0.317	4.711	0.007	0.100	0.225	0.021	0.004	0.000	0.008	0.005	0.001	0.168								55.21	
8.3E+08	3	0.413	3.654	0.007	0.100	0.075	0.004	0.001	0.000	0.004	0.009	0.001	0.127								32.45	
8.3E+08	4	0.403	3.207	0.007	0.120	0.068	0.003	0.001	0.000	0.006	0.008	0.001	0.139								36.23	
8.3E+08	5	0.417	3.491	0.007	0.100	0.077	0.003	0.002	0.000	0.005	0.009	0.001	0.147								36.93	
8.3E+08	6	0.387	4.465	0.005	0.130	0.339	0.032	0.005	0.000	0.010	0.005	0.002	0.162	4.37	0.011	0.337	0.007	0.402	0.015		43.15	
8.3E+08	7	0.393	4.358	0.006	0.120	0.370	0.029	0.005	0.000	0.010	0.006	0.002	0.152	4.17	0.011	0.337	0.006	0.406	0.013		40.20	
8.3E+08	8	0.402	3.929	0.005	0.120	0.335	0.029	0.004	0.000	0.009	0.006	0.002	0.147	4.109	0.010	0.345	0.006	0.392	-0.010		37.81	

Figura 9. Representación de reporte para la obtención del índice de solubilidad.

En donde:

%Cu = es el porcentaje de cobre total.

%CuO = es el porcentaje de óxido de cobre.

%CuCN-Sec = cobre soluble en cianuro (cobre secuencial).

#### **IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

A continuación, se muestran los resultados obtenidos de las pruebas previas que se realizaron comparando tiempos de residencia de 30 minutos, una hora y dos horas. Utilizando dosificaciones de 12.5 ml y 25 ml de cianuro de sodio al 5%. Además de filtrar y dejar sin filtrar las muestras.

Tabla IV. Pruebas preliminares. Dosificaciones de 12.5 ml y 25 ml de cianuro de sodio para tiempos de 30 minutos, una y dos horas de agitación.

		Tiempo 30 min		Tiempo 1 Hr		Tiempo 2 Hr		
Dosificación		12.5 ml	25 ml*	12.5 ml	25 ml*	12.5 ml	25 ml*	Normal
Muestra		Lectura en equipo AA						
NO FILT	10	0.011	0.012	0.015	0.016	0.016	0.012	0.014
	26	0.015	0.012	0.016	0.02	0.015	0.014	0.016
	82	0.022	0.026	0.022	0.026	0.022	0.026	0.021
FILTRADO	10	0.009	0.01	0.016	0.016	0.015	0.016	0.014
	26	0.009	0.01	0.014	0.016	0.014	0.014	0.016
	82	0.015	0.018	0.02	0.018	0.02	0.022	0.021
Dosificación		12.5	25*	12.5	25*	12.5	25*	Normal
Muestra		Lectura en equipo AA						
NO FILT	8	0.005	0.004	0.007	0.004	0.007	0.005	0.006
	12	0.026	0.014	0.029	0.018	0.029	0.017	0.022
	42	0.06	0.026	0.05	0.029	0.063	0.036	0.055
FILTRADO	8	0.004	0.004	0.005	0.004	0.01	0.006	0.006
	12	0.027	0.014	0.026	0.014	0.035	0.017	0.022
	42	0.055	0.023	0.056	0.03	0.066	0.034	0.055

**\*NOTA : AFORADO A 100 ML**

Con los resultados obtenidos en la tabla IV se mostró que para un tiempo de residencia de 30 minutos el valor de la concentración se quedaba por debajo del valor real, estos datos sirvieron para corroborar las dudas que tenía la empresa al utilizar este tiempo de agitación para la muestra.

Tabla V. Muestras filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificaciones de 12.5 ml y 25 ml de NaCN al 5%. Resultados de prueba 1.

Muestras aforadas a 50 ml - Filtradas							
	Tiempo 1 Hr		Tiempo 2 Hr		Tiempo 3 Hr		
Dosificación	12.5 ml	25 ml	12.5 ml	25 ml	12.5 ml	25 ml	
Muestra	Lectura en equipo AA		Lectura en equipo AA		Lectura en equipo AA		Normal
1	0.044	0.036	0.043	0.043	0.062	0.054	0.048
5	0.027	0.028	0.022	0.025	0.033	0.041	0.027
25	0.408	0.375	0.399	0.343	0.379	0.432	0.369
35	0.315	0.263	0.269	0.296	0.311	0.312	0.289
50	0.166	0.156	0.198	0.165	0.118	0.149	0.163
53	0.08	0.079	0.097	0.085	0.091	0.098	0.084
60	0.57	0.567	0.568	0.57	0.603	0.584	0.488
70	0.732	0.727	0.763	0.749	0.73	0.814	0.663

En la tabla V y en base a los resultados anteriores se pudo observar que la dosificación de 25 ml de cianuro de sodio al 5% para las muestras no tenía una diferencia significativa comparada con la dosificación de 12.5 ml. Cuando se administró el doble de cianuro de sodio a las muestras el valor no cambio.

Tabla VI. Muestras no filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de prueba 2.

Muestras aforadas a 50 ml - No filtradas				
	1 Hr	2 Hr	3 Hr	
Dosificación	12.5 ml	12.5 ml	12.5 ml	Normal
Muestra	Lectura en equipo AA			
1	0.031	0.046	0.048	0.048
5	0.026	0.026	0.028	0.027
25	0.386	0.389	0.363	0.369
35	0.311	0.313	0.29	0.289
50	0.149	0.158	0.124	0.163
53	0.076	0.095	0.085	0.084
60	0.574	0.568	0.559	0.488
70	0.763	0.753	0.708	0.663

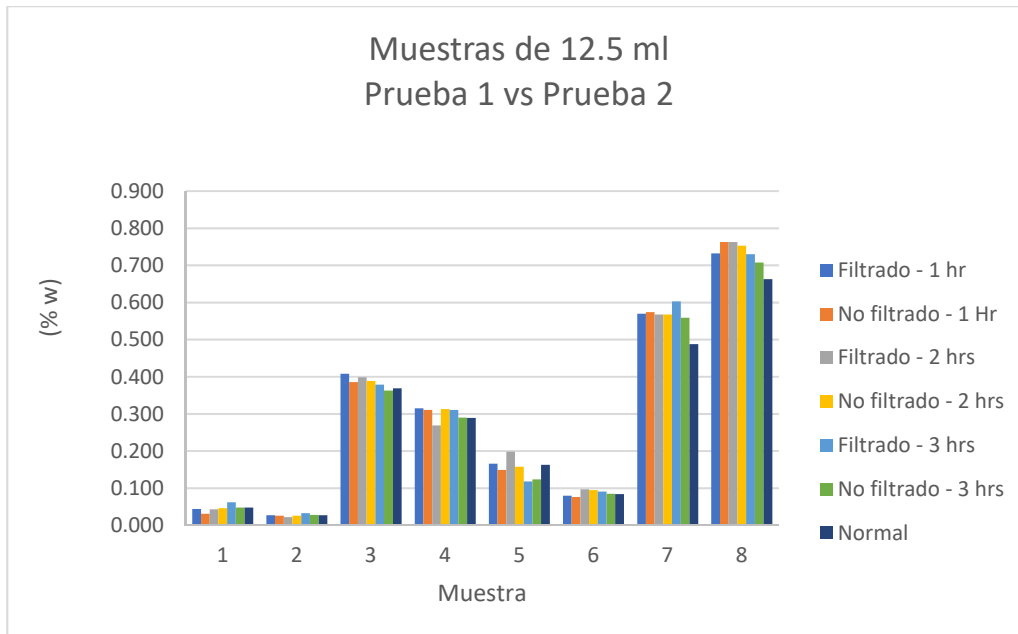


Figura 10. Comparación de distintos tiempos para muestras filtradas y no filtradas, con dosificación de 12.5 ml de NaCN. Resultados de las pruebas 1 y 2.

En la figura 10, se hizo la comparación de las muestras filtradas, las no filtradas y a diferentes tiempos de residencia con una dosificación de 12.5 ml de cianuro de sodio. Observando en estas pruebas que el filtrado no muestra una gran diferencia entre las que no se filtraron y que en los tiempos de residencia los resultados tampoco mostraron diferencia significativa.

Tabla VII. Muestras aforadas antes de agitarse, no filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de la prueba 3.

Muestras aforadas antes de agitar c/cianuro - No filtradas				
	1 Hr	2 Hr	3 Hr	
Dosificación	12.5 ml	12.5 ml	12.5 ml	Normal
Muestra	Lectura en equipo AA			
1	0.041	0.042	0.049	0.048
5	0.023	0.022	0.032	0.027
25	0.408	0.397	0.445	0.369
35	0.267	0.303	0.303	0.289
50	0.166	0.161	0.152	0.163
53	0.096	0.084	0.087	0.084
60	0.55	0.553	0.61	0.488
70	0.726	0.721	0.738	0.663

Tabla VIII. Muestras aforadas antes de agitarse, filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de la prueba 4.

Muestras aforadas antes de agitar c/cianuro - Filtradas				
	1 Hr	2 Hr	3 Hr	
Dosificación	12.5 ml	12.5 ml	12.5 ml	Normal
Muestra	Lectura en equipo AA			
1	0.037	0.039	0.043	0.048
5	0.019	0.023	0.027	0.027
25	0.345	0.362	0.394	0.369
35	0.302	0.327	0.323	0.289
50	0.153	0.174	0.156	0.163
53	0.089	0.088	0.093	0.084
60	0.579	0.596	0.621	0.488
70	0.745	0.678	0.635	0.663

Con las tablas VII y VIII se hizo la comparación de las muestras siendo aforadas antes de agitarse, siguiendo el mismo procedimiento en el que se hizo dosificación de 12.5 ml, filtrando y dejando sin filtrar.

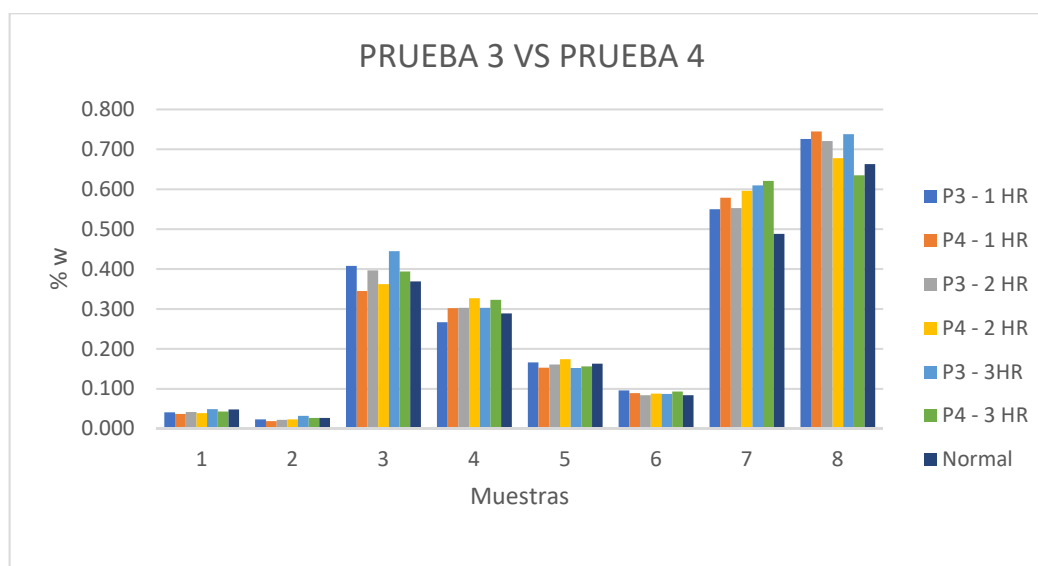


Figura 11. Comparación de muestras aforadas antes de agitarse siendo filtradas y no filtradas, para distintos tiempos de residencia. Resultados de las pruebas 3 y 4.

En la figura 11 se puede observar como la concentración para los tiempos de residencia fue muy similar, sin embargo, se tiene un mejor resultado con un tiempo de 3 horas para la agitación de la muestra.



Se observaba que al momento de separar el óxido de cobre de la muestra que se utilizaría para analizar el cobre soluble en cianuro quedaba muestra en el filtro y se tenía un tiempo de espera considerable. Se intentó disminuir el tiempo de espera y mejorar el lavado del filtro utilizando agua caliente.

Tabla IX. Muestras aforadas antes de agitarse, filtradas, con tiempos de residencia de 2 y 3 horas. Resultados de la prueba 5.

<b>Muestras aforadas antes de agitar c/cianuro -Agua Caliente - Filtradas</b>			
	<b>2 Hr</b>	<b>3 Hr</b>	
<b>Dosificación</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>Normal</b>
<b>Muestra</b>	<b>Lectura en equipo AA</b>		
92	0.057	0.06	0.011
108	0.014	0.009	0.013
11	0.289	0.269	0.322
34	0.003	0.001	0.005
7	0.146	0.14	0.161
49	0.06	0.061	0.063
73	0.004	0.002	0.004
87	0.017	0.015	0.018

Tabla X. Muestras aforadas antes de agitarse, no filtradas, con tiempos de residencia de 2 y 3 horas. Resultados de la prueba 6.

<b>Muestras aforadas antes de agitar c/cianuro -Agua Caliente - No Filtradas</b>			
	<b>2 Hr</b>	<b>3 Hr</b>	
<b>Dosificación</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>Normal</b>
<b>Muestra</b>	<b>Lectura en equipo AA</b>		
92	0.057	0.069	0.011
108	0.014	0.013	0.013
11	0.292	0.263	0.322
34	0.005	0.002	0.005
7	0.135	0.136	0.161
49	0.064	0.065	0.063
73	0.005	0.002	0.004
87	0.028	0.014	0.018

En las tablas IX y X se hizo la comparación para tiempos de residencia de dos y tres horas, ya que, se observó que al aumentar el tiempo de residencia aumenta también

el valor de cobre soluble en cianuro de dicha muestra. El valor se aproximaba más al valor real cuando se agitaba de 2 a 3 horas y las muestras que se agitaban por una hora o menos quedaban considerablemente debajo del valor real.

Tabla XI. Muestras no aforadas antes de agitarse, filtradas, con tiempos de residencia de 2 y 3 horas. Resultados de la prueba 7.

<b>Muestras No aforadas antes de agitar c/cianuro -Agua Caliente - Filtradas</b>			
	<b>2 Hr</b>	<b>3 Hr</b>	
<b>Dosificación</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>Normal</b>
<b>Muestra</b>	<b>Lectura en equipo AA</b>		
92	0.064	0.068	0.011
108	0.017	0.014	0.013
11	0.258	0.284	0.322
34	0.004	0.004	0.005
7	0.138	0.124	0.161
49	0.064	0.062	0.063
73	0.005	0.004	0.004
87	0.025	0.025	0.018

Tabla XII. Muestras no aforadas antes de agitarse, no filtradas, con tiempos de residencia de 2 y 3 horas Resultados de la prueba 8.

<b>Muestras No aforadas antes de agitar c/cianuro -Agua Caliente - No Filtradas</b>			
	<b>2 Hr</b>	<b>3 Hr</b>	
<b>Dosificación</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>Normal</b>
<b>Muestra</b>	<b>Lectura en equipo AA</b>		
92	0.068	0.033	0.011
108	0.017	0.013	0.013
11	0.324	0.273	0.322
34	0.004	0.003	0.005
7	0.144	0.13	0.161
49	0.064	0.06	0.063
73	0.006	0.003	0.004
87	0.026	0.025	0.018

De la misma manera, en las tablas XI y XII se utilizaron tiempos de dos y tres horas. En estas pruebas las muestras se aforaron antes de subirse a agitar para observar

si el aforado antes mostraba alguna diferencia con las muestras que eran aforadas después de su agitación.

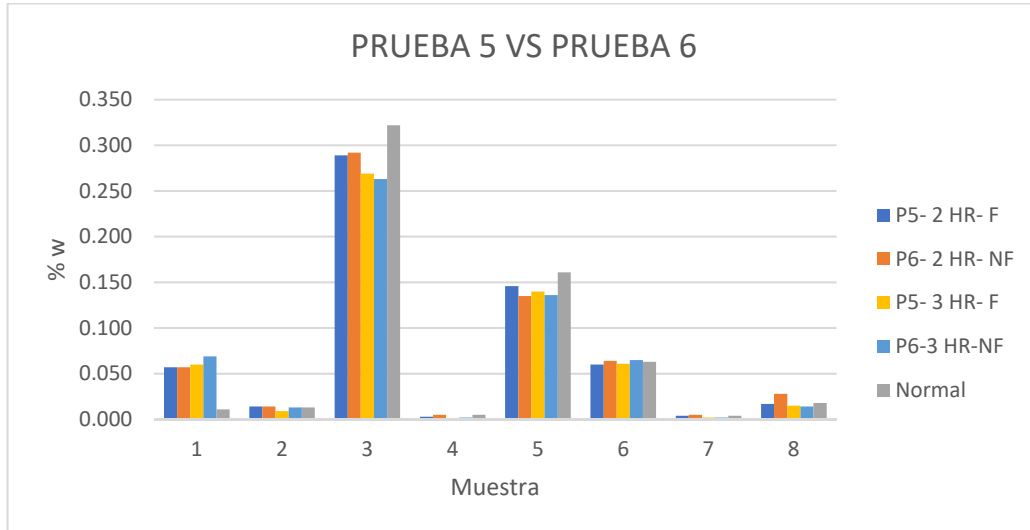


Figura 12. Comparación para muestras filtradas y no filtradas, siendo aforadas antes con tiempos de residencia de 2 y 3 horas. Resultados de las pruebas 5 y 6.

En la figura 12 se tiene que la concentración de las muestras para tiempos de dos y tres horas se refleja similar, también que las muestras que no se filtraron no se ven afectadas.

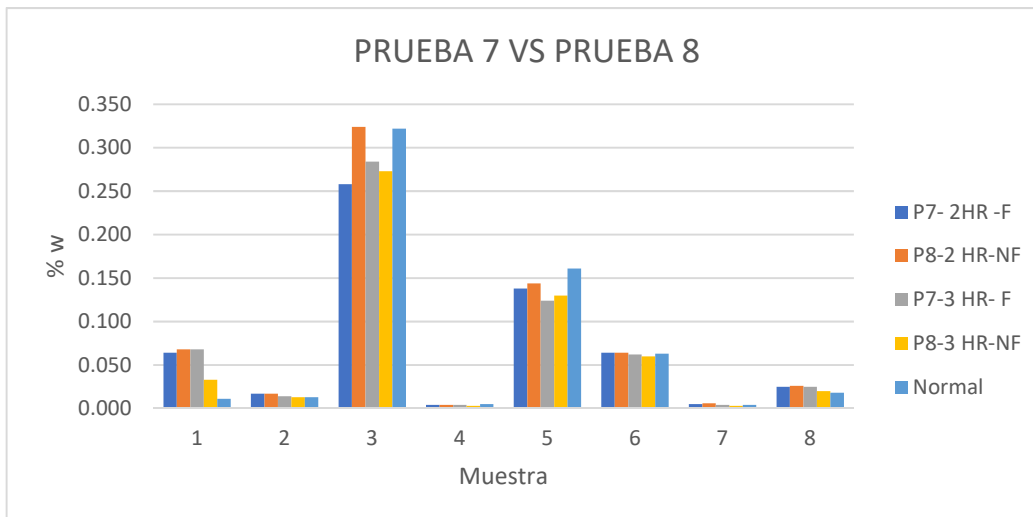


Figura 13. Comparación para muestras filtradas y no filtradas, siendo aforadas después de agitarse con tiempos de residencia de 2 y 3 horas. Resultados de las pruebas 7 y 8.

Con los datos obtenidos en base a las condiciones de las pruebas 5, 6, 7 y 8, que se muestran en las figuras 12 y 13, se pudo observar que para un tiempo de residencia de 3 horas la muestra se acercaba al valor real, por lo que se hizo una comparación en la figura 14 entre las muestras aforadas antes y después de agitar, tomando en cuenta también el filtrado de las muestras para este tiempo observando de esta manera la tendencia:

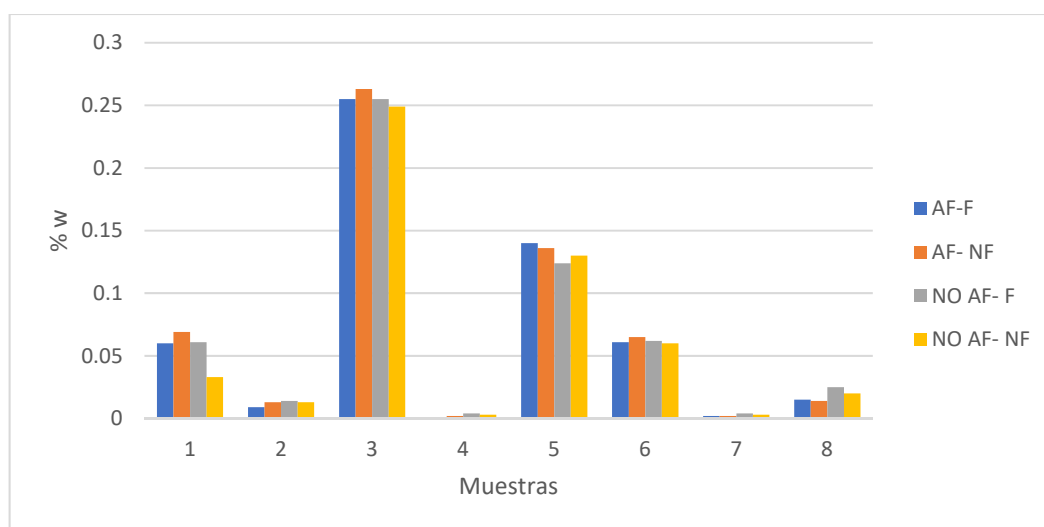


Figura 14. Comparación de muestras aforadas antes y después para un tiempo de residencia de 3 horas.

Se observa en la figura 14 que las muestras aforadas antes muestran una mejor tendencia que las muestras que se aforaron después, los resultados fueron similares, en ocasiones algunas muestras arrojaban valores menores o mayores, pero nunca con una diferencia significativa, sin embargo, para lograr disminuir el contacto con el cianuro es recomendable que la muestra sea aforada antes.

Se llevó a cabo el mismo procedimiento en las pruebas siguientes, buscando corroborar los resultados obtenidos en las pruebas anteriores. Simplemente para verificar que las alternativas que se podrían mejorar en la técnica de análisis del cobre soluble en cianuro serían las correctas.

Tabla XIII. Muestras aforadas antes de agitarse, filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de la prueba 9.

<b>Muestras aforadas antes de agitar c/cianuro -Agua Caliente - Filtradas</b>				
	<b>1 Hr</b>	<b>2 Hr</b>	<b>3 Hr</b>	
<b>Dosificación</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>Normal</b>
<b>Muestra</b>	<b>Lectura en equipo AA</b>			
1	0.092	0.103	0.115	0.053
21	0.237	0.245	0.285	0.133
25	0.036	0.045	0.061	0.029
35	0.111	0.112	0.127	0.055
40	0.203	0.221	0.236	0.107
45	0.22	0.235	0.275	0.126
49	0.017	0.029	0.032	0.016
91	0.009	0.015	0.017	0.007

Tabla XIV. Muestras aforadas antes de agitarse, no filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de la prueba 10.

<b>Muestras aforadas antes de agitar c/cianuro -Agua Caliente - No Filtradas</b>				
	<b>1 Hr</b>	<b>2 Hr</b>	<b>3 Hr</b>	
<b>Dosificación</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>Normal</b>
<b>Muestra</b>	<b>Lectura en equipo AA</b>			
1	0.094	0.103	0.111	0.053
21	0.246	0.258	0.273	0.133
25	0.043	0.043	0.065	0.029
35	0.101	0.109	0.125	0.055
40	0.201	0.202	0.22	0.107
45	0.225	0.255	0.266	0.126
49	0.017	0.024	0.032	0.016
91	0.01	0.012	0.014	0.007

En las tablas XIII y XIV se siguió el mismo procedimiento, utilizando la dosificación de 12.5 ml de cianuro de sodio, para tiempos de residencia de una, dos y tres horas. Las muestras de la tabla XIII se filtraron mientras que las muestras de la tabla XIV no se filtraron. En ambas se aforaron antes de subirse a agitar.

Tabla XV. Muestras no aforadas antes de agitarse, filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de la prueba 11.

<b>Muestras No aforadas antes de agitar c/cianuro -Agua Caliente - Filtradas</b>				
	<b>1 Hr</b>	<b>2 Hr</b>	<b>3 Hr</b>	
<b>Dosificación</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>Normal</b>
<b>Muestra</b>	<b>Lectura en equipo AA</b>			
1	0.092	0.108	0.1	0.053
21	0.268	0.289	0.322	0.133
25	0.046	0.039	0.067	0.029
35	0.119	0.101	0.134	0.055
40	0.195	0.202	0.224	0.107
45	0.255	0.243	0.256	0.126
49	0.028	0.04	0.041	0.016
91	0.016	0.014	0.013	0.007

Tabla XVI. Muestras no aforadas antes de agitarse, no filtradas, con distintos tiempos de residencia y dosificación de 12.5 ml de NaCN al 5%. Resultados de la prueba 12.

<b>Muestras No aforadas antes de agitar c/cianuro -Agua Caliente - No Filtradas</b>				
	<b>1 Hr</b>	<b>2 Hr</b>	<b>3 Hr</b>	
<b>Dosificación</b>	<b>12.5 ml</b>	<b>12.5</b>	<b>12.5</b>	<b>Normal</b>
<b>Muestra</b>	<b>Lectura en equipo AA</b>			
1	0.107	0.098	0.118	0.053
21	0.245	0.303	0.325	0.133
25	0.048	0.059	0.056	0.029
35	0.108	0.093	0.119	0.055
40	0.189	0.209	0.214	0.107
45	0.246	0.234	0.246	0.126
49	0.029	0.037	0.038	0.016
91	0.013	0.013	0.012	0.007

Como se busca corroborar resultados obtenidos de las pruebas anteriores en las tablas XV y XVI se hizo exactamente el mismo procedimiento a diferencia que en estas pruebas las muestras fueron aforadas después de la agitación.

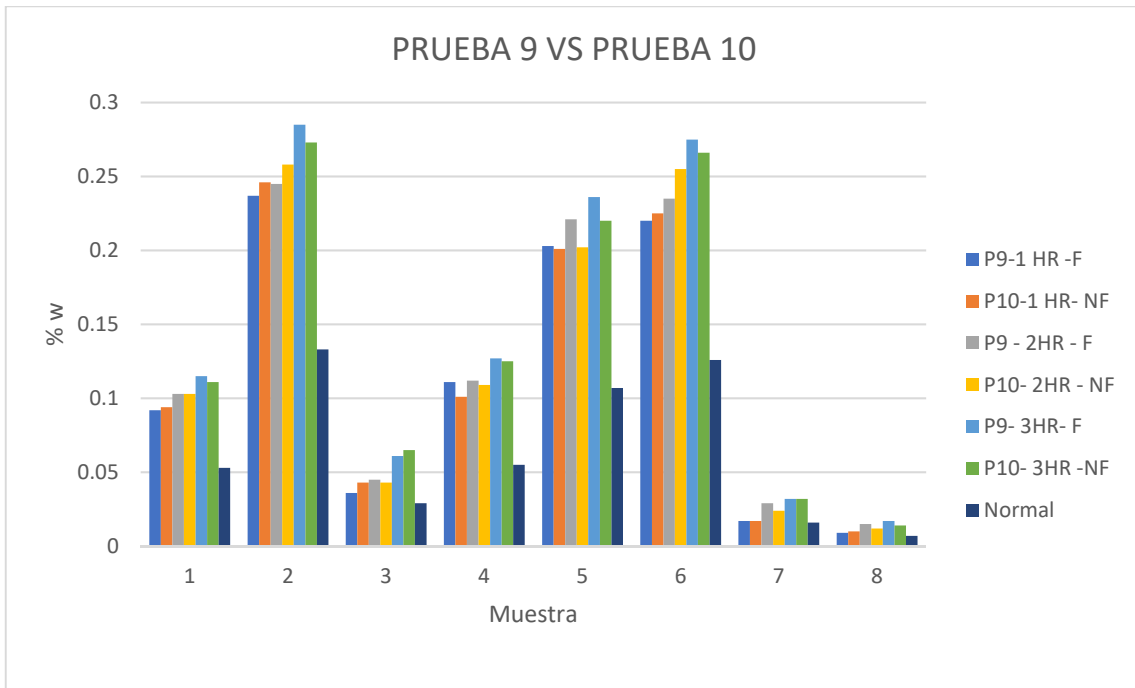


Figura 15. Comparación de muestras aforadas antes de agitarse, siendo filtradas y no filtradas para tiempos de residencia de 1, 2 y 3 horas. Resultados de las pruebas 9 y 10.

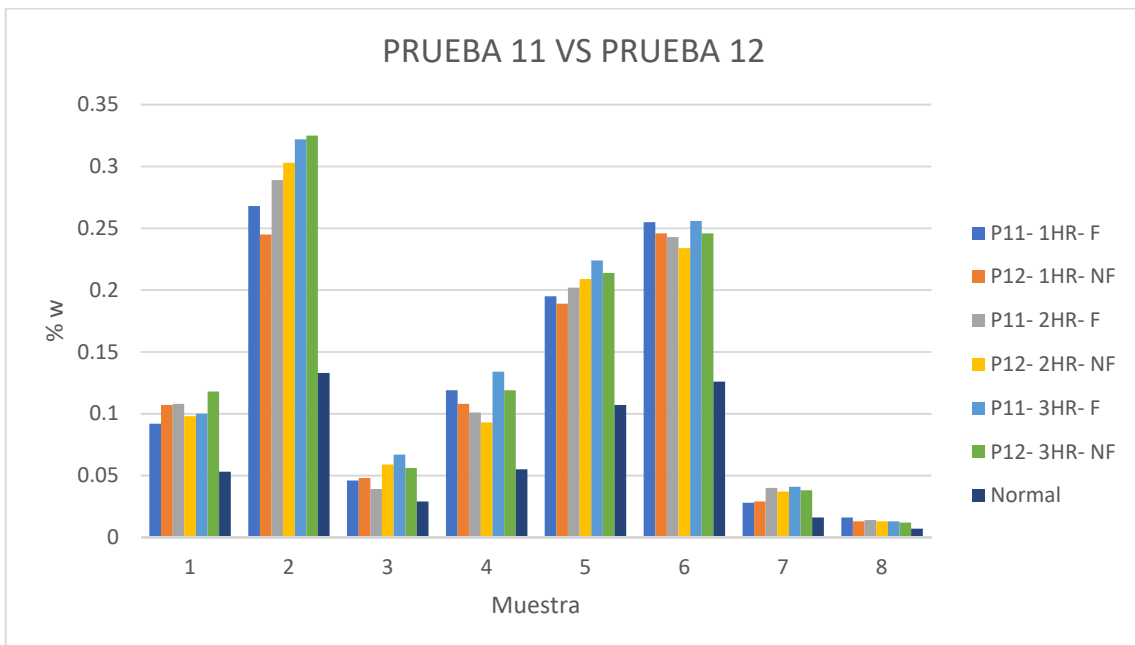


Figura 16. Comparación de muestras aforadas después de agitarse, siendo filtradas y no filtradas para tiempos de residencia de 1, 2 y 3 horas. Resultados de las pruebas 11 y 12.

Con las figuras 15 y 16 se refleja una mejor tendencia para los tiempos de residencia de 3 horas, ya sea, que la muestra sea filtrada o no.

En base a los resultados obtenidos se observó que de la manera en la que se realiza la determinación de cobre soluble en cianuro no es la correcta, ya que, la técnica utilizada diariamente arroja valores de CuCN con diferencias significativas muy importantes. Esto se corrobora con muestras control indicando que la técnica utilizada en estos resultados se acerca más a la correcta como se observa en la constancia de los valores presentados en las gráficas anteriores.



## **V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

Se hicieron varias pruebas en la manera de determinar el cobre soluble en cianuro en diferentes muestras de barrenos de mina con distintos índices de solubilidad, probando muestras con índices bajos, medianos y altos. Se variaron los siguientes parámetros: tiempo de residencia (agitación), dosificación de cianuro, se bajó la muestra con agua caliente y agua fría, aforando el tubo de muestra después de agitar y también aforando antes de agitar, por último, al momento de lectura se filtraba la muestra y se comparaba con la misma muestra no filtrada.

Las conclusiones a las que se llegaron en base a los resultados obtenidos fue la siguiente:

- Se observó que el tiempo de residencia es lo que más afecta al resultado, por lo tanto, en base a los resultados se concluye que el tiempo de residencia debe ser de 3 horas para tener resultados más estables y confiables.
- Se concluye que dosificar cianuro de sodio en exceso no ayuda a obtener mejores resultados, por lo tanto, de esta manera se llegó a una cantidad mínima de 12.5 ml de cianuro de sodio a dosificarse para cada muestra de forma que no se aumenta el gasto de cianuro de sodio.
- El uso de agua caliente si disminuía considerablemente el tiempo de espera de filtrado, y también se vio que el filtro quedaba completamente limpio. Por último, también se solucionó el problema de que se utilizaba demasiada agua desionizada para lavar el filtro, ya que, en ocasiones el tubo donde se deposita la muestra lavada se llenaba y no dejaba el volumen suficiente para dosificar el cianuro de sodio y aforar.
- Comparando los valores obtenidos de las muestras aforadas antes y después de la agitación se llegó a la conclusión que ambas maneras arrojan valores reales del cobre soluble en cianuro por lo que se observa que ambas maneras son correctas. En conclusión, se cree que es mejor aforar antes la muestra, ya que, se disminuye las horas hombre de trabajo sin que esta disminución afecte el resultado final. También se disminuye el riesgo de contacto con el cianuro al disminuir la exposición del operador o químico con el tubo de muestra, ayudando así a tener menos accidentes.

- Se puede decir que la muestra no filtrada arroja valores reales. Con esto se reduciría las horas hombre empleadas para la preparación de la muestra. De esta manera se elimina el uso de los filtros reduciendo así el costo por muestra. También es importante mencionar que si se reduce el costo, pero se expone al equipo de absorción atómica a presentar fallas en su funcionamiento al absorber muestras con sólido, aunque estas fallas son mínimas ya que la muestra se deja sedimentar unos pocos minutos y el capilar del equipo de AA que en este caso se utilizó para la lectura tiene un capilar más grueso que con el solo hecho de evitar absorber del fondo del tubo de muestra no se presentaron fallas. Se tiene la idea de sustituir el filtrado por centrifugación, pero no se contó con el equipo necesario para realizar las pruebas.

Se recomienda utilizar el equipo de protección adecuado para trabajar con cianuro, utilizar material limpio al momento de preparar la muestra para evitar así la formación de ácido cianhídrico el cual es altamente peligroso.

Resumiendo lo anterior, queda propuesto un método estandarizado para la preparación de la muestra que es lavar el filtro con agua caliente al momento de bajar la muestra para después agregar la cantidad mínima de cianuro de sodio necesaria siendo 12.5 ml y después aforar la muestra para ponerla a agitar durante 3 horas. Una vez terminada la agitación no se filtraría la muestra y se dejara sedimentar la muestra de 5 a 10 minutos. Este último punto queda a consideración del jefe del área ya que también se busca centrifugar la muestra en lugar de dejarla sedimentar.

Durante la estadía en el laboratorio metalurgista de la concentradora I en Buenavista del Cobre el aprendizaje que se tiene es mucho. Aprender sobre los procesos de la mina, los análisis de las diferentes muestras que llegan al laboratorio y comprender el porqué de las cosas es algo que me llevó como experiencia y que tengo la seguridad de que a futuro podré volver a emplear algunos de los métodos y técnicas que aprendí durante mis prácticas profesionales.

En desarrollo de este proyecto en particular pude comprender a fondo el concepto de absorción atómica y lo importante que es. Logré aprender el manejo de los equipos de absorción atómica, su funcionamiento, las calibraciones que se deben tomar en cuenta y los parámetros que a considerarse al momento de leer una muestra. Además, la importancia de utilizar el equipo de protección personal y los cuidados que se deben de tener para evitar cualquier tipo de accidente.

Finalmente, además de los aprendizajes técnicos y operativos, también me llevó el aprendizaje de la experiencia laboral y mi formación como futura profesionalista. Como es un ambiente laboral, problemas que pudieran presentarse y como profesionalistas debemos saber cómo manejar. El hecho de ser un supervisor o un jefe del área además de tener control de las actividades y del personal de trabajo no debe olvidarse del lado humano, buscando lo mejor para la empresa, pero también lo mejor para los trabajadores.

## VI. BIBLIOGRAFÍA

1. José Luis Todolí Torró. (Julio 2011). Métodos espectroscópicos de análisis
2. Universidad Autónoma de Chihuahua. (2014). Espectrometría de absorción atómica. En Espectrometría (2-5)
3. Rami Arielli. (2014). The laser adventure. Enero 2019, de Universidad de Murcia. Sitio web: <https://www.um.es/LEQ/laser/Ch-2/F2s1p2.htm>
4. Blago Razmilic. Espectroscopia de Absorción atómica. 29 de junio del 2018, de FAO Sitio web: <http://www.fao.org/docrep/field/003/AB482S/AB482S04.htm>
5. Estructura atómica, (2008). [https://www.edu.xunta.gal/centros/ieschamosolamas/aulavirtual2/pluginfile.php/8070/mod\\_resource/content/2/estructura%20at%C3%93mica.pdf](https://www.edu.xunta.gal/centros/ieschamosolamas/aulavirtual2/pluginfile.php/8070/mod_resource/content/2/estructura%20at%C3%93mica.pdf)
6. Diana Chalco Quezada. (Mayo 2018). Espectrofotometría de absorción atómica. Agosto 2018, de Universidad del Azuay Sitio web: <https://slideplayer.es/slide/12878478/>
7. D.A. Skoog, F. J. Holler, S. R. Crouch, Principios de análisis instrumental, 6ta edición, Cengage Learning, México, 2008.
8. Rosa María Higuera Ardila. (2016). Espectroscopia de absorción atómica. Febrero 2019, de pág. 28. Sitio web: <https://www.slideshare.net/rosamaria14/espectroscopia-de-absorcion-atmica-parte-1-julio-20-de-2016>
9. Vicente Palacios, Bertha Arias, Eva Venero. (Julio 2012). En Análisis Del Cu Por El Método Secuencial Souther Perú (3-7). Sitio web: <https://es.scribd.com/doc/99202388/Analisis-Del-Cu-Por-El-Metodo-Secuencial-Souther-Peru>
10. Jorge Mateos. Cobre secuencial. 06 Julio 2018. Sitio web: <https://www.911metallurgist.com/metallurgia/d/p/cobre-secuencial/>
11. Universidad Tecnológica de Pereira. (Septiembre 2007). Comportamiento Electroquímico del Cobre en Soluciones Cianuradas. Scientia et Technica, Año XIII, No 36, 6.

12. The sequential copper analysis method-geological, mineralogical, and metallurgical implications (G.A. Parkinson, Cambior USA, Inc. Englewood, CO, R.B. Bhappu, Mountain States R & D International Inc., Vail, AZ, For presentation at the SME Annual Meeting Denver, Colorado – March 6-9, 1995).