

NUEVO PROCEDIMIENTO DE MUESTREO DEL DORÉ CUBANO. NEW PROCEDURE FOR SAMPLING OF CUBAN DORE.

Guillermo Cilano Campos ⁽¹⁾, Antonio Águila Terry ⁽¹⁾, Malviz Jarrosay Cando ⁽¹⁾, Idalberto García Fernández ⁽¹⁾.

Se propone un nuevo procedimiento para el muestreo del doré que se obtiene durante la colada del proceso tecnológico de fundición de cementos, concentrados de oro y lodos electrolíticos. El mismo consiste en tomar muestras secundarias de cada doré por alguno de los tres métodos siguientes en orden decreciente de representatividad: *Método de Inmersión*, *Método combinado Barrenado/Inmersión (por acuerdo entre las partes)*, *Método de Barrenado (por acuerdo entre las partes)*. El método de inmersión consiste en tomar una muestra con un crisol o cuchara de grafito durante la colada, la cual se vierte rápidamente en un recipiente diseñado para este fin y lleno con agua. Los gránulos de tamaño muy pequeños que se obtienen, se separan por decantación, se calientan para eliminar los restos de humedad y se homogeneizan y cuarteán manual o mecánicamente, hasta obtener una muestra de ensayo de 100g, la cual se divide en cuatro porciones destinadas aleatoriamente para: el productor, cliente, árbitro y otra porción que se guarda como testigo del proceso. Los dos siguientes métodos deben utilizarse solamente cuando se acuerdan entre las partes contractuales, ya que es conocido internacionalmente que las muestras obtenidas por barrenado son menos representativas de una colada. A pesar de esta dificultad, en el trabajo se definen la forma y las condiciones más adecuadas en las que deben realizarse. Se reportan las ventajas económicas y científicas de este procedimiento de muestreo así como su repercusión en la industria minero-metalúrgica del oro. Esta nueva variante de barrenado fue recientemente aprobada por consenso como Norma Cubana, por el Comité Técnico de Normalización NC CTN 101" Minería y Minerales" adscrito a la Oficina Nacional de Normalización de la República de Cuba.

Palabras clave: Procedimiento de muestreo del dore (Bullion), industria minero-metalúrgica del oro

It is intends a new procedure for the sampling dore obtained of the laundry during the technological process of foundry of cements, concentrated of gold and electrolytic muds. The same one consists on taking secondary samples of each dore produced by any of the three following methods in falling order of representativeness: Immersion Method, Combined method Drilled /Immersion (for agreement among the parts), Drilled Method (for agreement among the parts). The immersion method consists on taking a sample with a graphite tablespoon during the laundry, which spills quickly in a recipient designed for this end and full with water. The obtained very small size granules are separated for decantation, they warm to eliminate the remains of humidity and they are homogenized and they are quarter manual or mechanically until obtaining a sample of rehearsal of 100g, which is divided in four portions dedicated for the producer, the client, the referee and another portion that stays as witness of the process. The following two methods should be used only when agreed between the contracting parties, as it is known internationally that the samples obtained by drilling are less representative than those obtained from a melt. In spite of this difficulty, in the work it is defined the form and the most appropriate conditions in those that should be carried out. The economic and scientific advantages of this new sampling procedure are reported as well as their repercussion in the gold miner - metallurgical industry. This new variant of having drilled was recently approved by consent as Cuban Norm for the Technical Committee of Normalization NC CTN 101" Mining and Minerals" attributed to the National Office of Normalization of the Cuban Republic.

Keywords: Procedure for Sampling of dore (bullion), gold miner - metallurgical industry

Recibido: 10 mayo del 2013

Aprobado en su forma original: 11 de febrero del 2014

(1) Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica (CIPIMM), Varona 12028 Km1^{1/2} Boyeros, La Habana, Cuba, CP-10800 Correo electrónico: cilano@cipimm.minem.cu

INTRODUCCIÓN

Las características mineralógicas de los depósitos minerales en que se encuentra el oro y, la forma de su asociación con otros minerales, determinan los requerimientos específicos de los procesos de extracción metalúrgica del mismo. De manera general, el mineral pasa por los procesos de trituración y molienda, lixiviación con cianuro, adsorción en carbón activado, precipitación del oro mediante electrólisis o cementación con zinc, fusión del precipitado para la obtención del doré y purificación final hasta la obtención de un lingote de oro de pureza mayor o igual que 99,9 % de oro.

Dado su alto valor mercantil, el muestreo del doré debe llevarse a cabo con una calidad muy alta, de manera que se garantice un acuerdo total entre las diferentes partes involucradas durante su comercialización (productores, usuarios, suministradores y árbitros).

Normalmente durante la fusión de los lodos electrolíticos y los cementos de oro se obtiene un doré de muy baja ley, la cual entre otros aspectos, depende fundamentalmente del tipo de mineral de partida. Este doré contiene cantidades variables de plata, cobre, plomo, hierro y zinc, además de trazas de níquel, arsénico, bismuto, manganeso, platino, paladio, y osmio. Esto constituye un sistema muy complejo y polifásico, cuya composición química estará variando durante todo el tiempo de enfriamiento en función del régimen de temperatura utilizado. Es por esto que el doré actualmente obtenido en nuestro país no presenta siempre una composición uniforme en todas sus direcciones, lo cual ha sido corroborado visualmente en las muestras obtenidas durante el procedimiento de barrenado utilizado hasta la fecha por los diferentes productores (POBT 1605:11). Además, nunca había sido separada antes del muestreo, la parte superficial del doré, la cual puede contener restos de los fundentes utilizados y las posibles partículas que pueden desprenderse de las barrenas utilizadas.

En la norma (ISO 11596) se recomienda como mejor variante para el muestreo de materiales

con altos contenidos de oro, utilizar los conocidos métodos en inglés **shot sampling** y **pin sampling** y en segunda opción la de barrenado si se acuerda previamente las partes involucradas. El primero de estos métodos consiste en tomar una pequeña cantidad del doré fundido y verterla rápidamente en un recipiente con agua con el objetivo de obtener partículas muy diminutas de doré en el orden de (0,5-1,6) mm; en el segundo método la porción tomada del doré fundido se vierte en un frasco de cristal y se enfría a vacío.

Estos dos métodos de muestreo son recomendados también por otras normas de elevado prestigio: en una de especificaciones de oro refinado (ASTM B 562) aplicable aun para contenidos de oro mayores de 99,5 %, en otra de ensayos por copelación (ASTM E 1335), en otra de ensayos por emisión atómica (ASTM E 1335) y en otra para bullion (doré) bruto (JIS M 8104), en la que inclusive se prohíbe el uso del barrenado (sin el acuerdo previo entre las partes involucradas) para contenidos menores que 50% Au, caso este en que se encuentran los doré producidos en Cuba.

En metalurgia para la producción de aleaciones con oro, también se reporta la obtención de partículas y polvos de oro mediante vertimiento rápido del oro fundido en agua (www.ishor.com.refining.php; Suwardjo, 1996)

Aunque en las normas internacionales y nacionales referidas, se explica en términos generales la forma de llevar a cabo estos dos tipos de muestreo, no se detallan los pasos necesarios. Es por esto, que el objetivo de nuestro trabajo, será el desarrollo de un nuevo procedimiento específico de muestreo del doré cubano mediante el método de **shot sampling** por su mayor facilidad y al que llamaremos en lo adelante muestreo por inmersión. Este nuevo procedimiento incluirá también la forma óptima en que tuviera que llevarse a cabo el barrenado.

MATERIALES Y METODOS

Se utilizaron las virutas de dos tipos distintos de dore obtenidas por el procedimiento de barrenado actualmente establecido, las cuales fueron fundidas a 1100°C en un crisol de grafito.

Para verter el dore fundido se utilizó un recipiente granulador diseñado de la forma indicada en la Figura 1, con entrada y salida constante de agua en el que se coloca un bafle y disco base de metal (inoxidable, aluminio o cobre).

Se utilizó como tamiz del producto fundido, otro crisol de grafito de 250 mL de capacidad en el que se realizaron en el fondo siete perforaciones de 2mm repartidas uniformemente sobre el mismo.

Para determinar la distribución granulométrica de las partículas obtenidas mediante el muestreo de inmersión, se utilizaron tamices de 0,5mm, 1,6mm, 3,0 y 5,0mm según la norma cubana NC: 631: 2008.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Pruebas a nivel de laboratorio

Con el objetivo de evaluar la presencia de algún resto de acero en las muestras de virutas de los dos tipos de doré, se esparcieron sobre un papel glaseado y se pasó varias veces sobre las mismas un imán. Esta prueba resultó negativa, pero para comprobarlo definitivamente, se realizó esta operación sobre algunas de las muestras recientemente analizadas en el laboratorio. En algunos casos se depositaban sobre el imán cantidades apreciables de restos de acero, por lo que se comprobó que este era un fenómeno real y que por tanto debía tenerse en cuenta en lo adelante.

Luego del proceso de fusión y vertimiento sobre el recipiente granulador de la Fig 1, se obtuvieron con éxito las partículas de doré pero con una amplia distribución de tamaño de partícula, que en la mayoría de las veces

oscilaba entre 0,1 mm y 5,0 mm. Las variables que podían influir en el tamaño de partícula, eran la temperatura, el flujo de agua, la distancia desde al nivel del agua hasta donde se dejaba caer el dore fundido y la velocidad con la que se dejaba caer. Las dos mas importantes fueron la temperatura del horno y la velocidad con la que se dejaba caer, ya que si la primera era muy cercana a la temperatura de fusión del dore o si la segunda era muy pequeña, el dore no se fundía o solidificaba antes de llegar al agua. Para evitar esto, las muestras fueron fundidas a la temperatura de 1150⁰ C y vertidas lo más lentamente posible sin que solidificara en el crisol. Se obtuvieron los mismos resultados y además era muy difícil alcanzar la óptima velocidad de vertimiento, lo cual desde el punto de vista práctico no resultaba beneficioso. De acuerdo al procedimiento realizado, no se alcanzaba un vertimiento uniforme que provocara partículas de semejante tamaño.

Para solucionar esto, se propuso utilizar un segundo crisol con perforaciones, el cual fue colocado junto al crisol con la muestra en el horno para que alcanzase la misma temperatura. Al fundir el doré a la temperatura de 1100°C, fue extraído el crisol de las perforaciones y colocado en una anilla de metal sobre justamente encima del nivel de agua. Entonces, lo más rápido posible se realizó el vertimiento para evitar que se enfriara el crisol de las perforaciones. Los resultados fueron excelentes puesto que la mayoría de las partículas (> 90%) tuvieron un tamaño de partícula entre 0,5 mm y 3,0 el cual es el establecido en las normativas ASTM y JIS anteriormente expuestas. La próxima prueba consistió en repetirla de igual forma pero eliminando del recipiente granulador, el flujo de agua y el bafle con el objetivo de evaluar si realmente eran necesarios. Esta vez el recipiente fue llenado con agua hasta la mitad y para lograr un vertimiento uniforme, se colocó sobre la superficie del agua, un cilindro de bambú de 200 mm de largo y 75 mm de diámetro sobre el que se vertió el dore fundido. Se obtuvieron de nuevo los mismos resultados que en la prueba anterior, con lo que se simplificó aún más el procedimiento.

Modificaciones al procedimiento actual de muestreo

Se definió que el muestreo debía llevarse a cabo, siempre y cuando existiera en la colada un límite definido visualmente entre escoria y metal fundido, de manera que las muestras colectadas fueran representativas de la calidad promedio y aceptasen la subdivisión en porciones equivalentes para ser entregadas a todas las partes contractuales. También se estableció que las muestras obtenidas por barrenado no eran representativas de una colada y que por tanto sólo sería posible este método cuando las partes contractuales coincidieran en utilizarlo.

Dado la variabilidad de la composición química del dore y su alto valor mercantil, el muestreo primario debía consistir en muestrear todos los dore, mientras que en el muestreo secundario se deben tomar las muestras secundarias por alguno de los tres métodos siguientes en orden decreciente de representatividad:

- Método de Inmersión
- Método combinado Barrenado/Inmersión (por acuerdo entre las partes)
- Método de Barrenado (por acuerdo entre las partes)

Muestreo por inmersión

Durante la colada se toma una muestra con un crisol o cuchara de grafito de (10-20) mL de capacidad y se vierte rápidamente sobre el cilindro de bambú del recipiente granulador. Los gránulos obtenidos son separados por decantación y se calientan a (150-200) °C para eliminar los restos de humedad.

Muestreo por barrenado

Antes de ejecutar el barrenado, cada doré debe ser limpiado con un cepillo para extraer cualquier partícula adherida de polvo, escoria o fundente. En caso de existir aceite, grasa u otro contaminante líquido sobre la superficie, se debe extraer con un agente de limpieza que no deje residuos al secarse.

Los dorés en forma de cono y lingote se perforan con una barrena de (5-10) mm de diámetro hasta una profundidad de (3-4) mm con una velocidad de aproximadamente 1000 r/min (sin ningún agente lubricante) en los puntos mostrados en las Figuras 2 y 3 respectivamente. Estas virutas se desechan. Se barrena nuevamente cada uno de los cinco puntos hasta una profundidad tal que se obtenga finalmente una muestra total mínima de 200 g. En caso de que la cantidad no sea suficiente, se repite el proceso utilizando una barrena de mayor diámetro hasta alcanzar la masa especificada. Se colocan y esparcen estas virutas sobre un papel glaseado y se pasa varias veces sobre las mismas un imán para extraer cualquier viruta de acero originada por la operación de barrenado. Estas virutas constituyen la muestra obtenida por barrenado.

Muestreo por el método combinado barrenado/inmersión

La muestra obtenida por barrenado se coloca en un crisol de grafito con tapa y se funde en un horno durante 10 minutos. Se extrae el crisol del horno, se destapa y después de eliminarse alguna posible escoria, se agita el producto fundido con una varilla de grafito previamente calentada a una temperatura cercana a la del horno. Se vierte rápidamente en agua de la misma forma indicada en 3.2.1

Preparación de la muestra de ensayo

La muestra obtenida por cualquiera de los tres métodos de muestreo, se pasa por los tamices de 1 mm y 3 mm de manera de seleccionar la fracción +1mm -3 mm la cual se homogeneiza y cuartea manual o mecánicamente hasta obtener cuatro muestras de ensayo destinadas aleatoriamente para el productor, el cliente, el árbitro y otra de testigo.

Elaboración de Norma Cubana de muestreo

A partir de este procedimiento, el Comité Técnico de Normalización NC CTN 101

“Minería y Minerales” elaboró un anteproyecto de norma cubana de muestreo de doré mediante barrenado que fue aprobado por consenso y que está en la última fase de aprobación por la Comisión de Normalización (CONOR) de la Oficina Nacional de Normalización de la República de Cuba (ONN).

CONCLUSIONES

1. Se estableció por primera vez en el Sector de la Minería las operaciones y condiciones para el muestreo del dore producido en Cuba mediante tres métodos diferentes (inmersión, barrenado-inmersión y barrenado).
2. Con su aplicación, será posible obtener muestras de ensayo más homogéneas y representativas de los lotes producidos de doré, con el consiguiente aumento de la precisión y la veracidad de los resultados analíticos requeridos para certificar la calidad de los mismos, lo cual será de mutuo beneficio para productores, clientes, laboratorios de ensayo y responsables de aduana.

RECOMENDACIONES

- ✓ Se recomienda efectuar de inmediato en la industria, las distintas formas de muestreo propuestas en este trabajo.

BIBLIOGRAFÍA

- ASTM E 1335-12004 Standard Test Methods for Determination of Gold in Bullion by Cupellation.
- ASTM B 562-2005 Standard Specification for Refined Gold.
- ASTM E 1446-2005 Standard Test Methods for Chemical Analysis of Refined Gold by Direct Current Plasma Emission Spectrometry.
- ISO 11596:2008, Jewellery- Sampling of precious metal alloys for and in jewellery and associated products.
- JIS M 8104: 1992 Method for sampling of crude bullion
- NC 631: 2008, Minerales. Análisis granulométrico por tamizado. Requisitos generales.
- POBT 1605:11 Procedimiento Operativo EGMO. Sistema de gestión tecnología. Muestreo en planta.
- Shor International - Instructions for Large Scale Gold Refining by the Aqua Regia Method.
- Suwardio, W. y otros.1996.Obtención de polvo de aluminio por atomización. Rev. Metal. Madrid, 32 (6).
- www.ishor.com.refining.php.

ANEXO

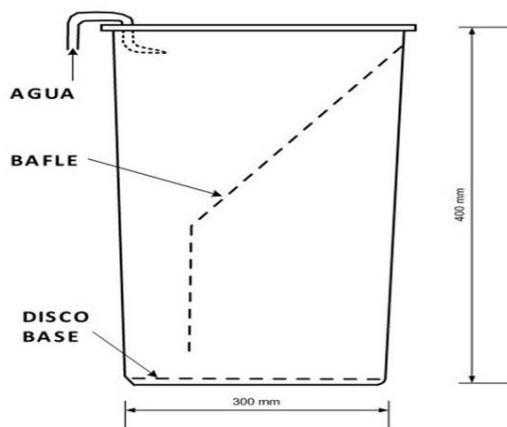


Figura 1. Recipiente para granular

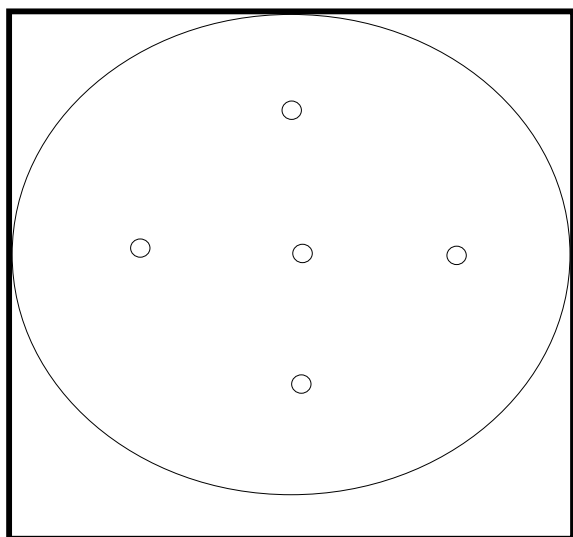


Figura 2. Puntos de muestreo en cono

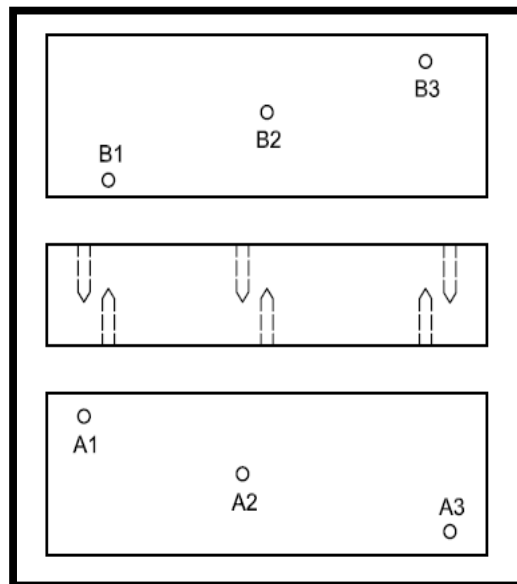


Figura 3. Puntos de muestreo en Lingote