

## INSTRUCTIVO

# “ANÁLISIS QUÍMICO PARA LA DETERMINACIÓN DE ORO”

***Dirección de Servicios Especializados***

***Marzo 2024***

Dirección: De las Malvas E15-142 y de los Perales - Monteserrín

Código postal: 170503 / Quito-Ecuador

Teléfono: +593-2 297 6100

[www.geoenergia.gob.ec](http://www.geoenergia.gob.ec)

**FIRMAS DE RESPONSABILIDAD**

	<b>Nombre / Cargo</b>	<b>Firma</b>
<b>Elaborado por:</b>	Cristhian Feijoo Analista Técnico 2	
<b>Revisado por:</b>	Diego Barona Analista Técnico de Servicios Especializados 3	
<b>Aprobado por:</b>	Paola Cuji Directora de Servicios Especializados (E)	

## GLOSARIO

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

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

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

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

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

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

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

**Contra muestra:** Porción de muestra que pasó por todo el proceso de preparación mecánica, también conocida como pulpa.

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

**Cadena de custodia:** Es un documento (interno o externo) en el que queda evidenciado el recorrido que tienen las muestras con sus respectivos responsables.

**Declaración de conformidad:** Cuando los resultados serán utilizados para evaluar cumplimiento con alguna especificación, norma nacional o internacional. Ejemplo: cumple, no cumple.

**Regla de decisión:** Corresponde a la regla que describe cómo se toma en cuenta la incertidumbre de medición cuando se realiza declaración de conformidad. Esta incertidumbre corresponde al valor asociado a la medida, dentro del cual se puede encontrar el valor verdadero.

## CONSIDERACIONES A TOMAR EN CUENTA

- a. El horario de trabajo del laboratorio químico del IIGE es de lunes a viernes de 08h00 a 16h30.
- b. Se realiza la determinación de oro en muestras de rocas, sedimentos, relaves y concentrados. Las muestras de relaves y concentrados corresponden a muestras de roca que han sido sometidas a procesos minero-metalúrgicos.
- c. Los métodos de referencia usados son: ASTM E1335, Standard Methods 3111A. Una parte del proceso se realiza por fundición el mismo que es conocido como ensayo al fuego.
- d. Se realiza la preparación mecánica de muestras de rocas, mediante secado, trituración, molienda y pulverización, el material de procesamiento que tiene contacto directo con la muestra (mandíbulas, discos, anillos) es ACERO.
- e. Las muestras recibidas son trituradas y molidas en su totalidad, posteriormente se pulveriza una porción entre 50 y 150 ml (dependiendo de la muestra).

- f. El rango de trabajo en la determinación de oro es de 0,033 a 353,300 mg/kg.
- g. La determinación de oro por ensayo al fuego es un análisis destructivo, por lo que la muestra es disminuida de tamaño por trituración, molienda, pulverización.
- h. El ingreso de muestras y el retiro del sobrante de muestras se lo debe realizar en las instalaciones del laboratorio químico del IIGE ubicado en la dirección: De las Malvas E15-142 y De los Perales, sector Monteserrín, Quito – Ecuador.
- i. El solicitante externo tendrá 20 días laborables para realizar el ingreso de las muestras, caso contrario deberá iniciar nuevamente el proceso de solicitud de ensayo.
- j. El Laboratorio Químico, de acuerdo a su capacidad operativa designará una fecha para el ingreso de muestras e indicará el tiempo aproximado de entrega de resultados. Como referencia se indica que el tiempo que demora la ejecución del ensayo desde que se ingresa las muestras es de 5 - 9 días laborables, este tiempo puede variar de acuerdo al número de ensayos solicitados.
- k. La cantidad mínima de muestra para ensayo es 100 gramos y la máxima dependerá del criterio técnico del solicitante.
- l. De existir sobrantes de muestras, estas (pulpas y sobrantes) deberán ser retirados del laboratorio químico del IIGE, en el término de 3 meses posteriores a la entrega del Reporte de Resultados, caso contrario el IIGE no se responsabiliza por dichos sobrantes.
- m. El laboratorio, de existir suficiente muestra, la conservará como respaldo (pulpas y sobrantes) por un periodo de hasta 3 meses, éstas serán devueltas, dadas de baja o eliminadas según el requerimiento del cliente o necesidad del laboratorio. Luego de terminados los 3 meses el IIGE no se responsabiliza por dichas pulpas y/o sobrantes.
- n. Una vez que el solicitante de los ensayos retire las pulpas y/o sobrantes de muestras y/o se venza el plazo de almacenamiento, se entenderá que

los resultados de los ensayos se encuentran a satisfacción y no se podrá realizar un re-análisis.

- o. La determinación de oro es realizada por un grupo de personas calificadas que intervienen en las diferentes etapas de la determinación analítica.
- p. El Laboratorio Químico del IIGE, se encuentra acreditado ante el SAE, mediante el certificado de acreditación N° SAE LEN 20-012, cuyo alcance es para el ensayo de determinación de oro por espectrometría AA en rocas, sedimentos, relaves, concentrados
- q. El costo del ensayo es de:

Preparación Mecánica (hasta 3 kg)	\$ 12,50
Preparación Mecánica (kg adicional)	\$ 2,00
Ensayo al fuego	\$ 22,50

## I. INTRODUCCIÓN

El artículo 10 de la Ley de Minería creó al Instituto Nacional de Investigación Geológico Minero Metalúrgico, como institución pública encargada de realizar actividades de investigación, desarrollo tecnológico e innovación en materia Geológica, Minera y Metalúrgica.

A través del Decreto Ejecutivo Nro. 399 de 22 de mayo de 2018, se fusiona el Instituto Nacional de Eficiencia Energética y Energías Renovables al Instituto de Investigación Geológico Minero Metalúrgico, y, una vez concluido el proceso de fusión por absorción, se modificó su denominación para pasar a llamarse "Instituto de Investigación Geológico y Energético", el cual tiene como misión: *“Generar y promover conocimiento en el ámbito de la geología y la energía, mediante investigación científica asistencia técnica y servicios especializados para el aprovechamiento responsable de los recursos renovables y no renovables, contribuyendo a la toma de decisiones en beneficio de la sociedad”,* y como visión: *“Ser el instituto de investigación geológico y energético de referencia a nivel regional, que aporta a la innovación y el desarrollo tecnológico para el aprovechamiento responsable de los recursos renovables y no renovables, con responsabilidad social, ambiental y el desarrollo de su talento humano comprometido con el progreso del país”.*

Dentro de la estructura institucional del IIGE, se encuentra la Dirección de Servicios Especializados -DSE-, cuya misión es *“Prestar servicios especializados para la investigación, a través de asistencia técnica, ensayos de laboratorios, gestión de calidad y su vinculación con las personas naturales y/o jurídicas públicas y privadas en el ámbito geológico y energético”.* La Dirección de Servicios Especializados cuenta con el Laboratorio Químico, el cual realiza varios tipos de ensayos y análisis especializados en el ámbito geológico, minero y metalúrgico, entre ellos la determinación de oro.

Este instructivo tiene como objetivo informar al solicitante del “análisis para la determinación de oro”, el flujo de trabajo que sigue el Laboratorio Químico del

IIGE a partir de solicitud de ensayo hasta el Reporte de Resultados. Describe además, las etapas que se realizan durante la ejecución del ensayo para la determinación de oro por Espectrometría por Absorción Atómica (Ensayo al fuego)

## II. PROCESO

Para la ejecución del ensayo se siguen los siguientes pasos:

- a) Solicitud y aceptación del ensayo.
- b) Ingreso de muestras al laboratorio.
- c) Determinación analítica.
- d) Reporte de resultados.
- e) Devolución del sobrante de muestras.



**Figura 1.** Diagrama de flujo para la ejecución del ensayo

### a) Solicitud y aceptación del ensayo

Consiste en el cumplimiento de los siguientes puntos:

1. El usuario deberá comunicarse con el Laboratorio Químico vía correo electrónico o número telefónico para solicitar la información correspondiente sobre el ensayo que desee realizar:  
Correo electrónico: [laboratorio.quimica@geoenergia.gob.ec](mailto:laboratorio.quimica@geoenergia.gob.ec)  
Teléfono: + (593 2) 2976100 Ext. 1752
2. El usuario deberá proporcionar un correo electrónico para recibir la información correspondiente a los ensayos solicitados. En el correo se le indicará el nombre del ensayo y costos de acuerdo al requerimiento.



Adicionalmente, se le adjuntará el “Formato de Oficio de Solicitud de Ensayo de Laboratorio” que deberá ser completado en caso de solicitar los ensayos.

3. En caso que el usuario necesite una proforma de los ensayos requeridos, deberá solicitarla vía correo electrónico indicando los datos de nombre o razón social, cédula de identidad o RUC, dirección, teléfono y correo electrónico. La proforma se le enviará al correo electrónico indicado. La solicitud de proforma lo debe realizar indicado además los ensayos requeridos al correo maria.orellana@geoenergia.gob.ec con copia a laboratorio.quimica@geoenergia.gob.ec
4. El usuario que desee que se realicen los ensayos por el Laboratorio Químico del IIGE lo realizará mediante la plataforma Gob.ec ó deberá completar el “Formato de Oficio de Solicitud de Ensayo de Laboratorio”, enviado al usuario previamente. El oficio deberá estar dirigido al Director Ejecutivo del IIGE, y se podrá enviar vía QUIPUX, correo electrónico o entregarlo en físico directamente en las oficinas Matriz del IIGE ubicado en:

**Instituto de Investigación Geológico y Energético - Matriz**

**Dirección: Av. de la República E7-263 y Diego de Almagro,  
Edificio Sky, Planta Baja**

**Horario: 8:00 am a 16:00 pm**

**Teléfono: + (593 2) 3931390**

Si el oficio de solicitud es a través correo electrónico, se lo debe enviar a la dirección: [iige.documentacion@geoenergia.gob.ec](mailto:iige.documentacion@geoenergia.gob.ec) con copia a [laboratorio.quimica@geoenergia.gob.ec](mailto:laboratorio.quimica@geoenergia.gob.ec) y con los siguientes datos: Nombre completo, número de cédula, número de teléfono y correo electrónico.

La solicitud de ensayo además se lo puede realizar mediante la plataforma Gob.ec

5. Una vez ingresada la solicitud el usuario recibirá un oficio de respuesta para que pueda proceder con el pago de los servicios solicitados.
6. El usuario podrá realizar el pago de los servicios vía transferencia electrónica, depósito o en efectivo directamente en las oficinas matriz del IIGE.

- Si realiza depósito o transferencia electrónica deberá realizar el pago en la siguiente cuenta bancaria:

**Datos Cuenta Banco del Pacífico**

Tipo: Corriente

Número de Cuenta: 8342512

Nombre: Instituto de Investigación Geológico y Energético

RUC: 1768155230001

Sublínea: 140204 (solo para llenar papeleta de depósito)

El solicitante debe pedir la emisión de su factura al correo electrónico [maria.orellana@geoenergia.gob.ec](mailto:maria.orellana@geoenergia.gob.ec) con copia a [laboratorio.quimica@geoenergia.gob.ec](mailto:laboratorio.quimica@geoenergia.gob.ec), en el cual deberá indicar su nombre o razón social, número de identificación, dirección, teléfono y además deberá adjuntar el oficio de respuesta y el comprobante de pago.

7. Una vez realizado el pago, el usuario deberá comunicarse con el Laboratorio para coordinar la entrega de las muestras.
8. El usuario al momento de la entrega de las muestras deberá adjuntar el comprobante de pago ó la factura emitida por el IIGE y el Oficio de Respuesta de la Solicitud de Ensayo de Laboratorio.
9. El Laboratorio indicará una fecha estimada de ejecución del ensayo y el procedimiento para retirar sus muestras y/o reportes de resultados correspondientes de ser el caso.

**b) Ingreso de muestras**

Consiste en el acto de entrega recepción de las muestras físicas, esta acción queda registrada en la cadena de custodia interna de laboratorio (este documento será proporcionado por el laboratorio químico al ingreso de las muestras). Las muestras deben ser entregadas en el Laboratorio Químico ubicado en la dirección: De las Malvas E15-142 y De los Perales, sector Monteserrín, Quito – Ecuador, según la fecha asignada en el oficio de respuesta. La fecha de recepción de la muestra no corresponde necesariamente a la fecha de realización del ensayo. El horario de atención del laboratorio es de lunes a viernes de 08:00 a 16:30, sin embargo, se sugiere realizar la entrega de las

muestras de las 08:00 a 15:00 debido a que el detalle y tiempo de revisión de los ítems de ensayo es extenso.

**c) Determinación Analítica (etapas)**

Consiste en un proceso físico & químico que se dan a las muestras, aquí se realizan las siguientes etapas:

1. Secado
2. Trituración y molienda
3. Homogenización y cuarteo
4. Pulverización
5. Tostación
6. Fundición
7. Copelación
8. Disolución
9. Lectura instrumental
10. Análisis de datos y reporte

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



**Figura 2.** Secado

2. **Trituración y molienda:** Consiste en la reducción del tamaño de la muestra, mediante el uso de una trituradora de mandíbulas y un molino de discos. Dependiendo de la cantidad y el número de muestras que procesa el laboratorio.

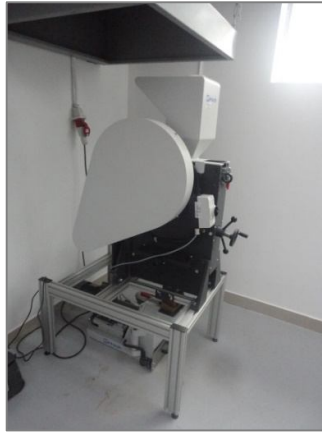


Figura 3. Trituración y molienda

- 3. Homogenización y cuarteo:** Consiste en la obtención de una porción representativa de la muestra. Toda la muestra triturada y molida es homogenizada en una superficie de mezclado y reducida de cantidad con la ayuda de un cuarteador.



Figura 4. Homogenización y cuarteo

- 4. Pulverización:** Consiste en la reducción del tamaño de una porción representativa de la muestra triturada y molida, mediante el uso de una pulverizadora de anillos. La porción representativa de la muestra se la obtiene por homogenización y cuarteo de toda la muestra.



Figura 5. Pulverización

5. **Tostación:** Consiste en someter a la muestra pulverizada a alta temperatura para la oxidación de posibles sulfuros, mediante el uso de un horno



Figura 6. Tostación

6. **Fundición:** Consiste en someter a la muestra tostada (previamente mezclada con reactivos) a elevadas temperaturas para obtener una fase metálica en la cual posiblemente está contenido el oro de la muestra. Se realiza mediante el uso de un horno.



Figura 7. Fundición

7. **Copelación:** Consiste en someter a la fase metálica de la fundición a elevada temperatura para obtener una esfera (denominada doré), en la cual posiblemente está contenido el oro de la muestra. Se realiza mediante el uso de un horno.



Figura 8. Copelación

8. **Disolución:** Consiste en someter a la esfera (doré) que se obtuvo en la copelación, al ataque de ácidos con el objetivo de llevar a la muestra a una fase líquida. Se realiza mediante el uso de un bloque de calentamiento (hot block). Dependiendo de la cantidad y el número de muestras que procesa el laboratorio.



Figura 9. Disolución

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



**Figura 10.** Lectura Analítica

- 10. Análisis de datos y reporte:** Consiste en la revisión de los datos y controles de calidad que se obtuvieron en la lectura analítica. Si la revisión está correcta se elabora el reporte de resultados.

**d) Reporte de resultados**

Consiste en un documento que indica los valores que se obtuvieron en el análisis e indica la concentración de oro que tiene la muestra. Este resultado se presenta en miligramos de oro contenidos por kilogramo de muestra (mg/kg) lo que significa también, gramos de oro por tonelada de muestra (g/t) ó partes por millón (ppm). Los resultados de la concentración de oro se presentan con tres decimales, utilizando como separador de decimales la coma “,”.

El reporte de resultados será firmado electrónicamente y entregado mediante correo electrónico.

**e) Devolución del sobrante muestras**

Consiste en el retiro del sobrante de muestras del Laboratorio Químico del IIGE ubicado en la dirección: De las Malvas E15-142 y De los Perales, sector Monteserrín, Quito – Ecuador.

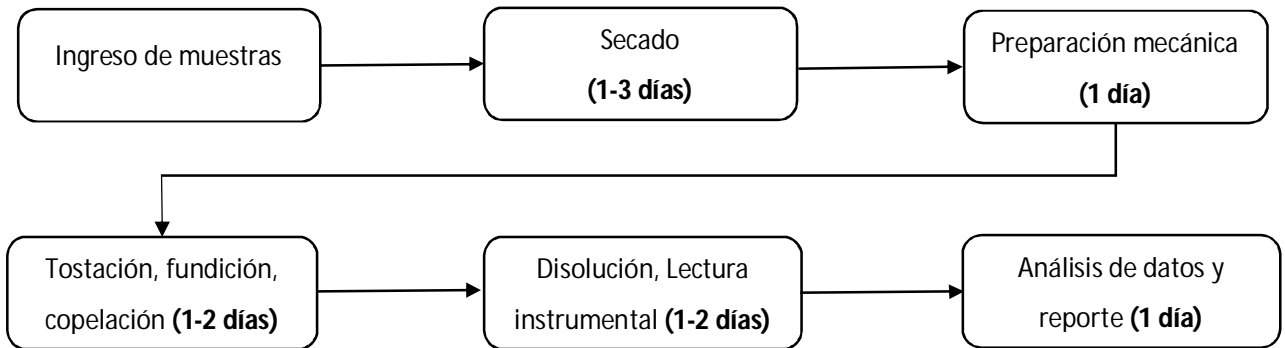
Para la entrega de sobrantes, el solicitante deberá pedir la devolución de los mismos mediante oficio dirigido al Director Ejecutivo del IIGE, o mediante un

correo electrónico a [laboratorio.quimica@geoenergia.gob.ec](mailto:laboratorio.quimica@geoenergia.gob.ec), indicando este particular. Es importante indicar en la solicitud de retiro: persona que lo va a retirar, fecha en la que se realizará el retiro, y también toda información relacionada a la solicitud de análisis como el número de muestras y/o sus códigos.

Una vez que el solicitante de los ensayos retire las pulpas o sobrantes de muestras, entenderá que los resultados de los ensayos se encuentran a satisfacción del servicio y no será permitido realizar un re-análisis de las muestras.

### III. PERIODO DE EJECUCIÓN DEL ENSAYO

En la ejecución del ensayo se debe cumplir las etapas indicadas en el literal c), los cuales se indican en el siguiente diagrama de forma referencial:



**Figura 11.** Diagrama de flujo del método de determinación de oro

En el diagrama de flujo se indica el tiempo aproximado en la ejecución del ensayo desde la recepción de las muestras, dando un estimado de 5 a 9 días, este tiempo puede variar de acuerdo a la capacidad del laboratorio.



#### IV. RESPONSABILIDADES

##### **El Laboratorio Químico se compromete a:**

- Proporcionar y llenar la cadena de custodia (documento interno) al momento del ingreso de las muestras.
- Ser responsable de la gestión de toda la información obtenida o creada durante la realización de actividades del laboratorio.
- Informar al cliente (solicitante), con antelación, acerca de la información que pretende poner al alcance del público. Excepto por la información que el solicitante pone a disposición del público, o cuando lo acuerdan el laboratorio y el solicitante, cualquier otra información se considera información del solicitante y se considera confidencial.
- Cuando sea requerido por ley para revelar información confidencial del solicitante, se notificará al mismo la información proporcionada, salvo que esté prohibido por ley.
- Informar al solicitante cuando el método solicitado se considere inapropiado o desactualizado.
- Cooperar con el solicitante para aclarar las solicitudes y realizar seguimiento del desempeño del laboratorio en relación con el trabajo realizado. Esto incluye: proporcionar acceso razonable a las áreas pertinentes del laboratorio para presenciar actividades de laboratorio específicas del solicitante.
- Indicar el estimado del tiempo de entrega de resultados antes que el solicitante ingrese sus muestras. El hecho de que el solicitante ingrese las muestras se entiende como su aceptación del mismo.
- Informar al solicitante de cualquier desviación del método.

##### **El cliente (solicitante) se compromete a:**

- Realizar la petición de análisis mediante los canales oficiales respectivos y siguiendo los procedimientos establecidos por el IIGE.
- Ingresar las muestras o designar un delegado para esto.
- Llenar las cadenas de custodia (internas), en conjunto con un delegado del Laboratorio Químico.
- Si requiere una declaración de conformidad:

- Realizar la solicitud antes del ingreso de las muestras al laboratorio.
- Acordar con el laboratorio la regla de decisión que se requiera aplicar. (El laboratorio se reserva el derecho de establecer la regla decisión que considere más apropiada)
- Una vez ingresadas las muestras ya no se podrá solicitar una declaración de conformidad o un cambio en la regla de decisión.
- Ser responsable de la información suministrada al laboratorio. (La información suministrada por el solicitante podría afectar a los resultados del ensayo).