

DETERMINACIÓN DE COBRE SECUENCIAL

Código: LB-ST-GPD-LQC-0065	Revisión: 07	
Emitido por: Laboratorio Químico Metalúrgico	Revisado por: Ximena Moreira	Aprobado por: Maritza Jofre
Fecha: 18-10-2017	Fecha : 20-09-2024	Fecha : 20-09-2024

Fecha de primera Edición: 25-08-2008			
Revisión	Fecha	Descripción del Cambio	Responsable
01	18-10-2017	Creación de Instructivo	Jefe de Laboratorio
02	02-10-2018	Cambio en la técnica de preparación de la solución para lectura del cobre residual.	Jefe de Laboratorio
03	02-08-2019	Revisión de actividad	Jefe de Laboratorio
04	22-04-2021	Revisión de la actividad	Jefe de Laboratorio
05	13-11-2021	Revisión del contenido y código	Jefe de Laboratorio
05	13-11-2021	Revisión general	Jefe de Laboratorio
06	30-06-2024	Cambio de Codificación	Jefe de Laboratorio
07	20-09-2024	Actualización de acuerdo con el control documental (sin vigencia)	Jefe de Laboratorio

Código : LB-ST-GPD-LQC-0065 Aprobado por : Maritza Jofre C Revisión : 07 Última Revisión : 20-09-2024 Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026	1 de 5
---	---------------

DETERMINACIÓN DE COBRE SECUENCIAL

1 Objetivos.

Establecer la metodología analítica para la determinación de Cobre secuencial por espectroscopia de absorción atómica.

2 Reactivos y soluciones.

- 2.1 Ácido Nítrico concentrado.
- 2.2 Ácido Perclórico concentrado.
- 2.3 Ácido Sulfúrico concentrado.
- 2.4 Ácido Clorhídrico concentrado.
- 2.5 Cianuro de sodio pa.
- 2.6 Solución estándar de cobre de 1000 mg/L.
- 2.7 Patrones de Cu de 1.0ppm, 3.0ppm y 5.0ppm.
- 2.8 Patrones de Cu de 5.0ppm, 10ppm y 25ppm.
- 2.9 Patrones de Cu de 50ppm, 100ppm y 200ppm.
- 2.10 Gases: Óxido nitroso, Acetileno.

3 Equipos y materiales.

- 3.1 Campana con sistema de extracción de gases.
- 3.2 Espectrofotómetro de Absorción atómica.
- 3.3 Plancha calefactora, Triax.
- 3.4 Scrubber (lavador de gases).
- 3.5 Dispensadores de ácidos.
- 3.6 Balanza Analítica, sensibilidad 0.1 mg.
- 3.7 Estufa de secado Ecocell.
- 3.8 Matraz de aforo de 100 ml.
- 3.9 Matraz de Erlenmeyer 250 ml.
- 3.10 Vasos precipitados de 250ml.
- 3.11 Agitador Orbital.
- 3.12 Crisol Gogh
- 3.13 Papel filtro GF/F
- 3.14 Sistema de filtrado al Vacío.
- 3.15 Agua des ionizada.
- 3.16 Vidrio de reloj.
- 3.17 Software StarLims.
- 3.18 Embudos.
- 3.19 Tubos Falcon.
- 3.20 Centrifuga.

4 Generalidades.

El método describe la determinación de cobre secuencial en muestras minerales mediante espectroscopia de absorción atómica, está basado en la capacidad de disolución del mineral de cobre como crisocolas, calcosinas, calcopiritas en soluciones de ácido sulfúrico diluido y cianuro de sodio, y por último digestión ácida del residuo.

Código : LB-ST-GPD-LQC-0065

Aprobado por : Maritza Jofre C

Última Revisión : 20-09-2024

Revisión : 07

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026

2 de 5

DETERMINACIÓN DE COBRE SECUENCIAL

Los resultados se comparan con los análisis de cobre total para determinar la cantidad de minerales de cobre oxidados lixiviables y minerales de cobre secundarios lixiviables respectivamente.

La preparación de la muestra involucra: la mineralización por vía húmeda ácida (nítrica, perclórica, sulfúrica, cianúrica) y determinación de la concentración mediante espectrofotometría de absorción atómica.

5 Seguridad.

Los aspectos de seguridad establecen las condiciones ambientales y de ventilación adecuadas tanto para el instrumento como también para el lugar físico de ubicación del equipo, además, de la utilización y manejo adecuado del cilindro de gas.

El equipo de protección personal gafas de seguridad, mascarillas, guantes, delantal, zapatos de seguridad.

Para trabajar con cianuro de sodio, debe tomar las siguientes medidas de seguridad: trabajar bajo campana en un ambiente exento de gases ácidos.

Se deben preparar las soluciones a pH 12, para impedir la formación del ácido cianhídrico.

El lugar de trabajo se debe mantener limpio, descartar los residuos en un bidón a pH 12.

Las alarmas de alerta de presencia de gas cianuro, tanto de la sala como la personal deben estar operativas y calibradas.

6 Limpieza de material de laboratorio.

El lavado del material se realizará colocando el residuo en el contenedor con pH mayor 12 para luego ser eliminado revisar periódicamente el nivel del pozo de residuos.

7 Preparación de Estándares.

Preparar los estándares de Cu en la siguiente relación

Elemento	Std1 (mg/l)	Std2 (mg/l)	Std3 (mg/l)	Medio
Cu	5	10	25	H ₂ SO ₄ 2.5%
Cu	50	100	200	H ₂ SO ₄ 2.5%
Cu	5	10	25	NaCN 5%
Cu	50	100	200	NaCN 5%
Cu	5	10	25	HCl 10%
Cu	50	100	200	HCl 10%

8 Preparación de reactivos.

Cianuro de sodio p.a, solución al 5% p/v: En un vaso precipitado de 2000 ml, disolver 4 lentejas de hidróxido de sodio en 750 ml de agua destilada. Posteriormente pesar 50 g de cianuro de sodio y adicionarlos a la solución alcalina, disolver y enraizar a 1litro.

Código : LB-ST-GPD-LQC-0065

Aprobado por : Maritza Jofre C

Última Revisión : 20-09-2024

Revisión : 07

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026

3 de 5

DETERMINACIÓN DE COBRE SECUENCIAL

9 Procedimiento de análisis.

Lixiviación de la porción de ensayo con ácido sulfúrico al 5%.

- 9.1 Realizar el blanco de reactivo.
- 9.2 Pesar un 1 gr de muestra con precisión mínima de 1mg en un matraz de Erlenmeyer de 250 ml.
- 9.3 Adicionar 50 ml de H₂SO₄ al 5%.
- 9.4 Agitar por 60 minutos a 150 rpm a temperatura de 25°C +/- 2 en agitador orbital.
- 9.5 Trasvasijar la muestra a tubos falcón, procurando arrastrar todo el sólido contenido
- 9.6 Centrifugar por 5 min a 3500 rpm.
- 9.7 Trasvasijar cuantitativamente la solución sobrenadante a un matraz de aforo de 100 ml.
- 9.8 Lavar el residuo con agua (no más de 20 ml de agua) destilada se agita vigorosamente en el mismo tubo falcón.
- 9.9 Centrifugar nuevamente por 5 min a 3500 rpm y trasvasijar el líquido sobrenadante al mismo matraz de aforo.
- 9.10 Enrazar con agua destilada agitar y dejar guardada para su análisis de Cobre.
- 9.11 Los análisis de cobre se realizarán en el equipo de absorción atómica y serán capturados en el sistema de star lims.

10 Lixiviación de la porción de ensayo con cianuro de sodio al 5 %.

- 10.1 Realizar el blanco de reactivo.
- 10.2 Trasvasijar el residuo sólido del tubo falcon obtenido en la lixiviación con ácido sulfúrico al 5% a un matraz de Erlenmeyer de 250 ml.
- 10.3 Al tubo falcon adicionar 50 ml de cianuro de sodio al 5% en dos porciones para arrastrar el sólido cuantitativamente al matraz Erlenmeyer.
- 10.4 Colocar papel film en la boca del matraz Erlenmeyer
- 10.5 Lixiviar por 60 min en un agitador orbital a 25°C de temperatura a 150 rpm.
- 9.12 Trasvasijar la muestra a tubos falcón, procurando arrastrar todo el sólido contenido
- 10.6 Centrifugar la muestra a 3500 rpm por 5 min.
- 10.7 Trasvasijar cuantitativamente la solución cianurada a un matraz de aforo de 100 ml.
- 10.8 Lavar el residuo con 25 ml de agua destilada, se agita vigorosamente en el mismo tubo falcón.
- 10.9 Centrifugar a 3500 rpm 5 min.
- 10.10 Trasvasijar el líquido sobrenadante al mismo matraz de aforo de 100 ml.
- 10.11 Enrazar con agua destilada y homogenizar.
- 10.12 Determinar el cobre de la solución mediante Espectroscopia de absorción atómica.
- 10.13 Guardar el residuo sólido para realizar el cobre total residual.

11 Digestión Residuo final.

- 11.1 Realizar el blanco de reactivo.
- 11.2 Pesar previamente crisol Gogh con papel filtro GF/F, para proceso de filtrado.
- 11.3 Registrar el peso (Peso inicial).
- 11.4 Filtrar al vacío el residuo que queda de la lixiviación con cianuro de sodio filtrarlo.
- 11.5 Traspase cuantitativamente el sólido del tubo falcon al crisol Gogh.
- 11.6 Lavar el residuo con agua destilada
- 11.7 Secar en la estufa, (5 hrs de secado) y dejar enfriar a temperatura ambiente.
- 11.8 Pesar nuevamente el crisol, papel filtro y residuo. Registre el peso (Peso final)
- 11.9 Colocar el crisol en un vaso pp de 250 mL.

Código : LB-ST-GPD-LQC-0065

Aprobado por : Maritza Jofre C

Revisión : 07

Última Revisión : 20-09-2024

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026

DETERMINACIÓN DE COBRE SECUENCIAL

- 11.10 Agregar 15 ml ácido nítrico y 5 ml de ácido perclórico al vaso de pp.
- 11.11 Colocar en la plancha para su digestión, cuando se observe que el sólido se desprende del crisol retirarlo del vaso lavándolo bien con agua destilada.
- 11.12 Seguir la digestión hasta estado siruposo.
- 11.13 Luego disgregar con 10 ml de ácido clorhídrico calentar hasta ebullición.
- 11.14 Retirar el papel filtro lavándolo con agua destilada.
- 11.15 Trasvasiar la solución del vaso a un matraz de aforo de 100 ml con agua destilada y agitar.
- 11.16 Determinar el cobre de la solución por espectroscopia de absorción atómica.

- 12 Leer las soluciones por espectroscopia de absorción atómica en las siguientes condiciones:

Elemento	Long. Onda [nm]	Slit. [nm]	Mechero [cm]	Llama	Lámp (HCL)	Corr. [mA]
Cobre	324.8	0.5	5	Aire/acetileno	Cu	4.0

- 13 **Cálculos y expresión de resultados.**

- Soluciones de lixiviación ácida y cianurada.

$$\text{Cu \%} = \frac{\text{Lectura [mg/L]} * \text{aforo [L]} * 100}{\text{Peso [g]} * 1000 [\text{mg/g}]}$$

$$\text{Cu \%} = \text{Lectura [mg/L]} * 0.02 [\text{L/mg}]$$

- Solución de residuo final.

$$\text{Cu \%} = \frac{\text{Lectura(g/lt)} * V (\text{lt}) * D * 100\%}{m(\text{gr})}$$

Donde:

C= Lectura de cobre (gr/lt).

V= Volumen inicial en litros.

m= masa de la muestra en gramos (peso final del crisol –peso inicial del crisol).

D= dilución.

Código : LB-ST-GPD-LQC-0065

Aprobado por : Maritza Jofre C

Revisión : 07

Última Revisión : 20-09-2024

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026