

---

**NORMA CUBANA**

**NC**

1069: 2015

---

**DORÉ — DETERMINACIÓN DE ORO Y PLATA POR  
COPELACIÓN (ENSAYO AL FUEGO)**

**Dore — Gold and Silver determination by Cupellation (Fire Assay)**

---

ICS: 39.060

1. Edición      Marzo 2015  
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261, El Vedado, La Habana. Cuba.  
Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: [nc@ncnorma.cu](mailto:nc@ncnorma.cu); Sitio  
Web: [www.nc.cubaindustria.cu](http://www.nc.cubaindustria.cu)



Cuban National Bureau of Standards

## **Prefacio**

La Oficina Nacional de Normalización (NC) es el Órgano Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

### **Esta Norma Cubana:**

- Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización NC/CTN 101 de Minerales y Minería integrado por representantes de las siguientes entidades:

Ministerio de la Industria Básica	Laboratorio Central de Minerales, José Isaac del Corral
Ministerio de Educación Superior	Grupo Empresarial Geominsal
Ministerio de la Construcción	Centro de Investigaciones para la Industria Minero- Metalúrgica (CIPIMM)
Ministerio de la Industria Alimentaria	Instituto de Geología y Paleontología
Ministerio del Comercio Interior	Instituto de Geofísica y Astronomía
Oficina Nacional de Normalización	Centro de Investigaciones del Petróleo (CEINPET)
Ministerio de Ciencia, Tecnología y Medio Ambiente	Empresa Siderúrgica Antillana de Acero
Oficina Nacional de Recursos Minerales (ONRM)	Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica

### **© NC, 2015**

**Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:**

**Oficina Nacional de Normalización (NC)**

**Calle E No. 261, El Vedado, La Habana, Habana 4, Cuba.**

**Impreso en Cuba**

## 0 Introducción

Las características mineralógicas de los depósitos minerales en que se encuentra el oro, y 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, absorción 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.

En función del tipo de mineral de partida, el otro componente mayoritario en el doré es la plata, cuyo contenido puede encontrarse en el intervalo de (1-99) %. Pueden encontrarse contenidos significativos de cobre, plomo, hierro y zinc, además de trazas de níquel, arsénico, hierro, bismuto, manganeso, platino, paladio y osmio.

La determinación de oro en el doré se realiza convencionalmente por el conocido método de copelación o ensayo al fuego, el cual debe ejecutarse por técnicos de gran experiencia debido a que su exactitud depende de muchos factores. Pueden ocurrir con poca frecuencia pérdidas de oro durante el proceso de copelación (errores por defecto) y de manera más significativa, resulta imposible extraer las últimas trazas de plata durante el proceso de partición, lo cual provoca un error por exceso; este aumento en el peso es lo más usual. Si se encuentran evidencias de la existencia de tales errores significativos, se debe llevar a cabo simultáneamente un análisis químico de cantidades conocidas de oro, plata y cobre, para aplicar factores de corrección. La plata puede determinarse también por este método de copelación o ensayo al fuego, pero en otra pesada, sin la adición de plata y de cobre y omitiendo el paso de la partición. Por esta vía se obtiene después de la copelación, una perla de Au+ Ag a cuya masa se le resta la obtenida en la determinación de Au para obtener finalmente el contenido de Ag. Como resultado de la aplicación de este método, se obtienen valores por debajo de los reales debido a la volatilización de la plata y/o su absorción en las copelas.

En esta Norma se presenta el procedimiento para la determinación de Au y Ag por esta vía.

El resto de los componentes pueden determinarse mediante espectrometría de emisión atómica con plasma inductivamente acoplado (EEA/ICP). En la norma NC 1070: 2015 se determinan por esta vía los elementos mayoritarios oro, cobre, plomo, hierro y zinc.

**DORÉ – DETERMINACIÓN DE ORO Y PLATA POR COPELACIÓN (ENSAYO AL FUEGO)****1 Objeto**

Esta Norma Cubana especifica el método de determinación de oro y plata en doré mediante la vía clásica de copelación (ensayo al fuego). Es aplicable para doré con contenidos de oro y plata superiores al 1%.

**2 Referencias Normativas**

Los siguientes documentos de referencia son indispensables para la aplicación de esta norma. Para las referencias fechadas, solo es aplicable la edición citada. Para las referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento de referencia (Incluyendo cualquier enmienda).

NC 1071: 2015 Doré. Muestreo.

**3 Términos y definiciones**

A los fines a esta Norma Cubana se aplican los términos y definiciones de la norma cubana NC 1071: 2015, y se incluyen los siguientes:

**3.1 copelación**

Fusión oxidante de la aleación de plomo, oro, plata y otros metales base en una copela. El plomo y los metales base son oxidados y absorbidos en la copela, quedando una perla o botón de oro más plata en la superficie de la misma.

**3.2 incuartación**

La adición de plata en el comienzo de la copelación para facilitar el proceso de la partición.

**3.3 artición**

Separación de la plata en la perla o botón mediante la disolución selectiva con ácido nítrico.

**3 Principio**

La muestra de doré se pesa y se añade si fuese necesario plata, cobre o ambos. Se coloca dentro de una lámina de plomo y se copela para extraer los elementos metálicos base. El botón obtenido de la aleación de oro más plata se somete al proceso de partición con ácido nítrico, hasta obtener una porción insoluble que constituye el oro contenido en la cantidad de doré inicialmente pesada. En otra pesada se omite la adición de plata y el proceso de partición, para obtener un botón cuyo peso es el oro más plata contenido en la porción de ensayo. La diferencia de peso entre los dos botones representa la plata.

**4 Reactivos****4.1 Plomo en láminas, 99,99 % Pb****4.2 Plata metálica, 99,9 % Ag, (máximo 0,001 % Au)****4.3 Ácido nítrico fracción de volumen 33 % (densidad 1,06 g/mL), libre de cloruros**

**4.4 Ácido nítrico fracción de volumen 70 % (densidad 1,25 g/mL), libre de cloruros**

**4.5 Cobre metálico, 99,9 % Cu**

## **5 Aparatos**

**5.1** Horno de fusión capaz de alcanzar temperatura superior a 1100 °C con una exactitud de  $\pm 10$  °C.

**5.2** Copelas de magnesita o de ceniza de hueso

**5.3** Martillo

**5.4** Yunque

**5.5** Micro balanza analítica capaz de pesar 0,01mg

**5.6** Laminador de joyería

## **6 Muestreo**

El muestreo y la preparación de muestras deben ejecutarse según NC 1071: 2015

## **7 Procedimiento**

**7.1** Pesar la porción de ensayo por triplicado con una exactitud de 0,01mg en concordancia con la Tabla 1.

**7.2** Colocar la porción de ensayo en una cantidad en peso de plomo en láminas (4.1), de acuerdo a la Tabla 2.

**Tabla 1 – Masa de la porción de ensayo en función del contenido de oro**

<b>Contenido Au estimado, %</b>	<b>Masa porción ensayo, g</b>
0,5-5	2
5- 100	0,5

**Tabla 2 – Masa de lámina de plomo en función del contenido de Au en el Doré**

<b>Contenido de Au, %</b>	<b>Plomo requerido, g</b>
>95	5
0,5-95	10

**7.3** Adicionar una cantidad de plata metálica calculada en función del contenido aproximado de oro, de manera que el botón resultante de la copelación contenga no menos de 2,2 y no más de 2,5 partes de plata a una parte de oro. *En los casos de que se trate de un doré cuya composición sea tal que cumpla con esta condición, no se lleva a cabo este proceso de incuación.*

**7.4** Si el contenido de metal base en el doré es inferior a 1%, añadir 0,05g  $\pm$  0,01g de cobre

metálico (4.5).

**7.5** Precalentar en el horno las copelas vacías a 1100 °C durante 10 minutos. Transferir a las copelas las láminas de plomo enrolladas, dejar la puerta entre abierta y mantener la temperatura de 1100 °C hasta que todas las trazas de plomo hayan desaparecido. Este tiempo depende de la cantidad de plomo, de la temperatura del horno y del flujo de aire entrante. Ocasionalmente al final de la copelación, el botón al solidificar se ilumina de manera repentina como resultado de la eliminación de su calor latente.

**7.6** Se apaga el horno y se dejan enfriar lentamente las copelas a temperatura ambiente colocándolas a la entrada del horno con la puerta abierta, o sacándolas del horno y colocando encima de ellas una placa de metal caliente.

**7.7** Extraer los botones de las copelas y limpiar de cualquier material ajeno por medio de ligeros golpes con el martillo sobre el yunque y finalmente con un pincel.

**7.8** Continuar con los golpes hasta convertir el botón finalmente en una lámina pequeña, teniendo el cuidado que la misma no se fraccione. Solamente en los casos en que fue necesario llevar a cabo el proceso de incuación, recocer esta lámina a 650 °C - 700 °C y pasarla por el laminador hasta que se forme una banda de aproximadamente 10 cm de longitud y de 0,015 cm- 0,03cm de espesor en toda su extensión; volver a recocer a la misma temperatura y enrollar dicha banda en forma de espiral con la parte del fondo hacia fuera.

**7.9** Colocar la lámina (o espiral) en un frasco erlenmeyer de 50 mL y añadir 25 mL de HNO<sub>3</sub> (4.3). Calentar justamente a temperatura por debajo del punto de ebullición durante 45 min o hasta que cese la evolución de humos de nitroso. Durante todo este proceso, la lámina debe permanecer siempre sumergida. Decantar y desechar la solución.

**7.10** Añadir 25 mL de HNO<sub>3</sub> (4.4) y calentar de nuevo justamente a temperatura por debajo del punto de ebullición durante 45 min. Decantar y lavar el oro tres veces con 25 mL de agua destilada.

**7.11** Secar el oro en una plancha de calentamiento y recocer en el horno a 650 °C- 700 °C. Dejar enfriar a temperatura ambiente y pesar con una exactitud de ± 0,1mg.

**7.12** En caso de necesitar la determinación de plata, repetir la pesada de la porción de ensayo por triplicado, continuar de igual forma *con excepción de los pasos 7.3, 7.4, 7.9, 7.10* y pesar el botón de oro + plata (masa Au+ Ag).

## 8 Cálculos

Calcular el contenido promedio de oro y plata expresado en %, de acuerdo a las siguientes expresiones:

$$\%Au = \frac{\text{masa Au}}{\text{masa muestra}} \times 100$$

$$\%Ag = \frac{\text{masa (Au + Ag)} - \text{masa Au}}{\text{masa muestra}} \times 100$$

**NOTA:** Este valor puede ser corregido mediante la realización de ensayos simultáneos de cantidades exactas de reactivos de extrema pureza de oro, plata y cobre, teniendo en cuenta la composición aproximada del doré. En los casos en que fue necesario efectuar la incuarteración, se multiplica el resultado por el factor de corrección. En los casos en que no fue necesario efectuar la incuarteración, debe repetirse el ensayo si el factor de corrección está fuera del intervalo de 0,997-1,003.

## 9 Precisión

A partir de los resultados de más de 150 triplicados y duplicados de oro y plata respectivamente en muestras de doré de diferentes contenidos, se obtuvieron las desviaciones típicas de la repetibilidad ( $S_r$ ) por medio de las siguientes ecuaciones:

$$S_{r_{\text{duplicados}}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^d (a_i - b_i)^2}{2d}}$$

$$S_{r_{\text{triplicados}}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^t ((a_i - b_i) + (a_i - c_i) + (b_i - c_i))^2}{6t}}$$

Donde:

$a_i, b_i, c_i$  son cada uno de los valores duplicados o triplicados,

$d$  es la cantidad de duplicados,

$t$  es la cantidad de triplicados

En la Tabla 3 aparecen los distintos valores de desviaciones típicas de la repetibilidad ( $S_r$ ) y los valores de incertidumbre expandida ( $U = 2 S_r$ ) para cada intervalo de concentración.

**Tabla 3 – Estadígrafos de precisión**

Au			Ag		
Intervalo concentración, %	$S_r$	Uexp.	Intervalo concentración, %	$S_r$	Uexp.
0-10	0,08	0,16	0-10	0,09	0,18
10-20	0,11	0,22	10-20	0,12	0,24
20-30	0,15	0,30	20-40	0,34	0,68
30-90	0,37	0,74			

### Bibliografía

[1] NC-ISO 3696:2004. Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificación y Métodos de ensayo.

[2] ASTM E 1335-1 2008, Standard Test Methods for Determination of Gold in Bullion by Cupellation.

[3] ISO 11426: 1997, Determination of gold in gold jewellery alloys. Cupellation method (fire assay).

[4] Lenahan, W.C., Murray-Smith, R.L., "Assay and Analytical Practice in the South African Mining Industry" Johannesburg, 2001.