

BIBLIOGRAFIA

- BLOOM, H., 1955. "A field method for the determination of ammonium citrate soluble heavy metals in soils and alluvium". *Econ. Geology*, Vol. 50.
- KOROL, B., 1961. "Estratigrafía de la Serie Pastora en la región Guasipati, El Dorado". *Cong. Centario, 1960, Col. Ing. Venezuela*. Caracas.
- LAKIN, H. W., y H. M. NAKAGOWA, 1965. "Simplified spectrophotometric determination for gold". *Engineering and Mining Jour.* Vol. 166, N° 10.
- MENENDEZ, A., "Petrología y tectónica de la región de El Callao y su relación con la mineralización aurífera" (en preparación, 1966).
- PLAYTER, R. F., 1941, "Geological report on the properties of New Goldfields of Venezuela" (sin publicar).
- SCHERBINA, V. V., 1956, "Geochemical significance of quantitative Ag/Au ratios"; *Geochemistry*, N° 3.
- VINAGRADOV, A. P., 1959, *The geochemistry of rare and dispersed chemical elements in soils*. 2nd. Edition. Consultants Bureau, N. Y.
- WARD, F. N., LAKIN, H. W., CANNEY, F. C., y otros, 1963, "Analytical methods used in geochemical exploration by the U. S. Geological Survey". *U.S. Geol. Survey Bull.* 1.152.

DETERMINACION ESPECTROQUIMICA DE AGUA EN MINERALES Y ROCAS

ANTONIO QUESADA*
WILLIAM H. DENNEN**

La determinación de agua en minerales y rocas usando el arco de corriente directa en el espectrógrafo de emisión es descrita de la siguiente manera: una precisión del ocho por ciento, o mejor, se obtuvo sobre una concentración que varía del uno al veinte por ciento, aproximadamente.

INTRODUCCION

El arco de corriente directa es una fuente espectrográfica de gran versatilidad y sensibilidad. Hay, sin embargo, un número de elementos que no son excitados por él, y por lo tanto, no son buscados, si bien ellos pueden ser de un interés considerable.

La determinación espectroquímica de tales elementos "no espectrográficos" presenta un desafío a la ingeniosidad del analista. Un medio de completar este final es a través

del empleo de radicales libres previamente excitados que incorporan los elementos buscados. Este acercamiento ha sido, por ejemplo, aplicado con éxito en la determinación de fluor usando las bandas de CaF. (1) en la determinación de carbono con las bandas de CN (2), y el empleo de las bandas de hidróxilo para medir el contenido de agua se sugiere en el presente método (3).

El método descrito aquí ha sido desarrollado para la determinación de agua en minerales y rocas, pero debe ser aplicable a cualquier sólido que contenga, químicamente combinado, grupos de hidróxilo, agua de cristalización o agua intersticial. Es esencial el empleo de electrodos especialmente diseñados, y un control cuidadoso de la humedad.

El sistema de la banda molecular de los 3064A, $\Sigma^2 - II^2$ (ground state) de OH, cuya cabeza más intensa está a los 3063,6A es fácilmente excitable en el arco de corriente directa. Es un hecho común observar sistemas de bandas cuando se arquean muestras

* Laboratorio de Investigaciones Petrográficas y Minerográficas "Dr. Víctor M. López", Universidad Central de Venezuela.

** Cabot Spectrographic Laboratory, Mass. Institute of Technology, Cambridge, Mass.

"secas" debido a la excitación del agua absorbida y de la atmosférica.

Esencialmente, el presente método explota esta sensibilidad por medio del incremento del tamaño de la muestra y utilizando un buffer (cuarzo), en conjunto con el electrodo de forma apropiada que provee una ebullición controlada del agua de la muestra.

Aparentemente, la conversión de agua molecular a radicales libres de hidróxilo en la abertura del arco, es un proceso muy eficiente y no se puede hacer distinción entre muestras conteniendo solamente OH o H₂O, o ambos en el espectro resultante.

Parte experimental

El electrodo portamuestra desarrollado para la determinación de agua en muestras en polvo, figura 1, fue torneado de una barra de grafito de 5/16". El electrodo consiste de dos partes. Un cráter de paredes finas con un corte inferior, y una tapa de

ajuste hermético provista de un pequeño hueco. Durante el uso, la tapa prevé el control necesario en la ebullición del agua, después de lo cual es quemada.

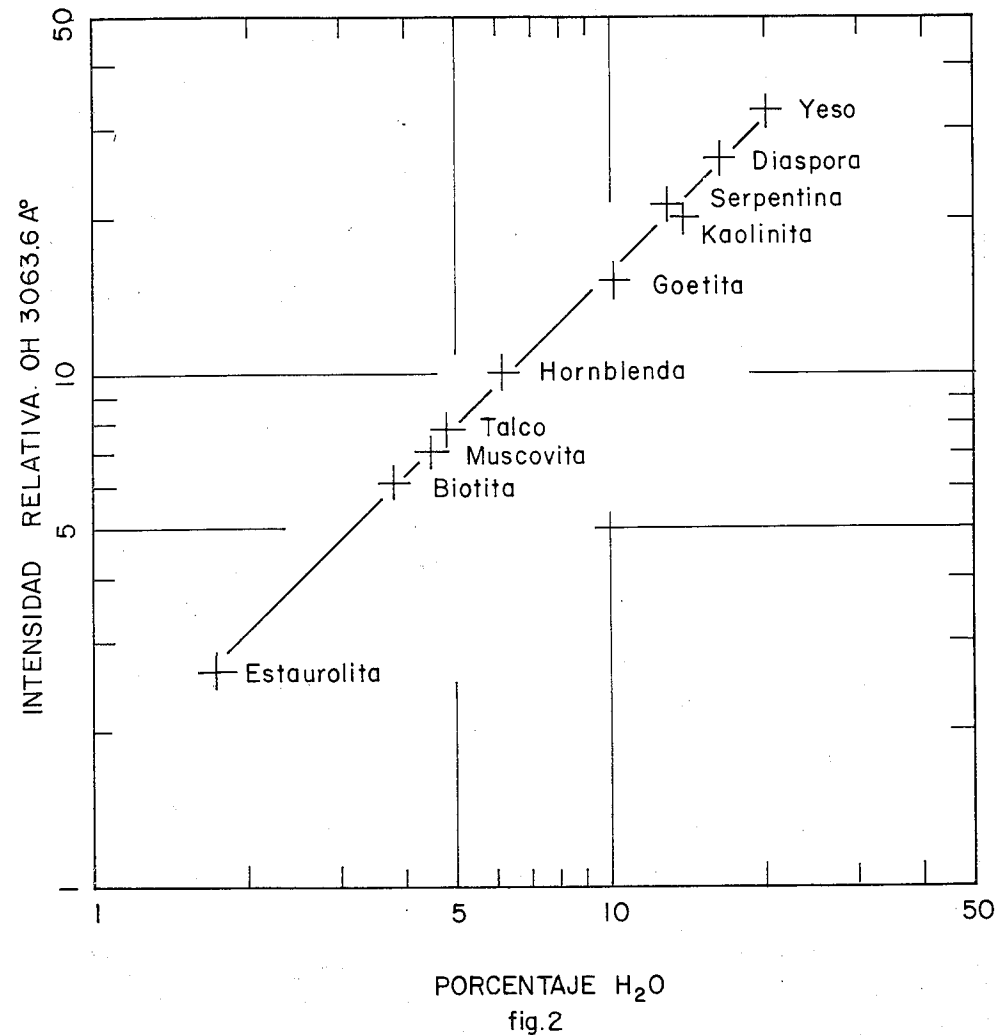
Las muestras para el análisis fueron molidas y tamizadas a -100 y mezcladas en volúmenes iguales de cuarzo limpio. Ambos electrodos y muestras fueron secados al horno a 115° durante 24 horas antes de cargar los electrodos. Las muestras después de pesadas fueron transferidas a los electrodos y mantenidas a 115° C por otras 24 horas antes del análisis.

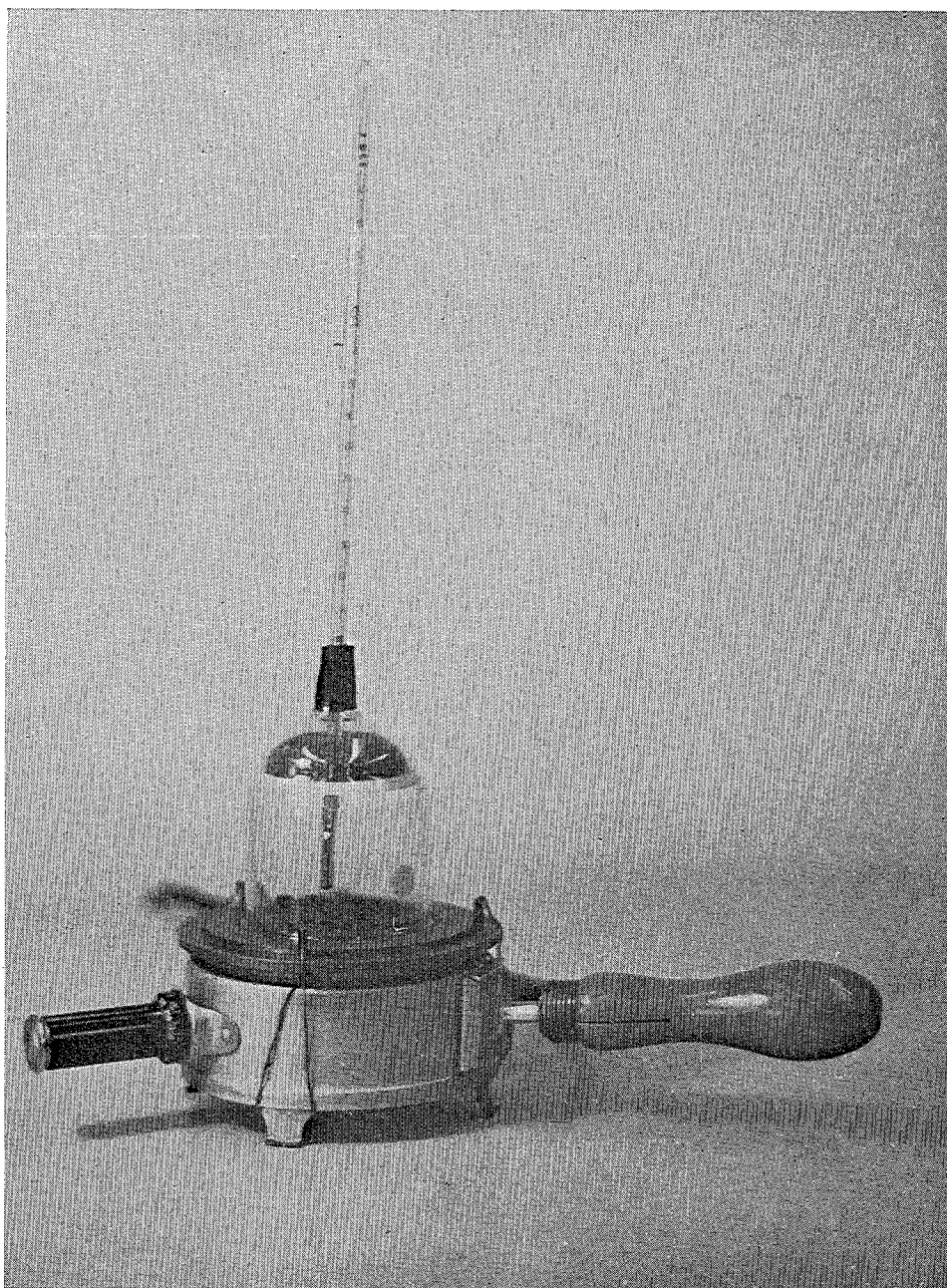
Se encontró conveniente la construcción de un horno portable (Fig. 3), poniendo un domo de cristal en una placa caliente termostáticamente controlable, de manera que la muestra preparada se pudiera llevar al arco sin que adquiriera agua.

El equipo espectrográfico, constante, y métodos que fueron usados en el arco, se señalan en la tabla 1.

Tabla 1
CONDICIONES DE OPERACION

Espectrógrafo	3M. Littrow prisma de cuarzo (Adam Hilger Co. Ltd. n° E-478). Fuente enfocada en el colimador (Enmascarado).
Excitación	5 amperios durante 110 seg. (anodo) 1 mm de abertura analítica.
Electrodos	Muestra: National Carbon Co. AGKSP "Specpure" de Grafitos trabajados como se muestra en la Fig. 1. Opuesto National Carbon Co. L 1138F "Spec-Pure" de carbón afilados.
Placas y Revelado	Kodak Spectrum Analysis — 1 Revelada durante 4 1/2 minutos a 19° C en revelador Kodak D-19.
Calibración de Placas	Calibración por el método de curva preliminar. Fotometría con un microfotómetro no-registrador Hilger modelo H6H301, todas las intensidades fueron corregidas para muestra neutra (cuarzo) y fondo de placa.
Líneas usadas	Cabeza de la banda OH3063, 6Å.
Humedad	La humedad del Laboratorio fue continuamente controlada y no varió en más de 1 por ciento durante el experimento.



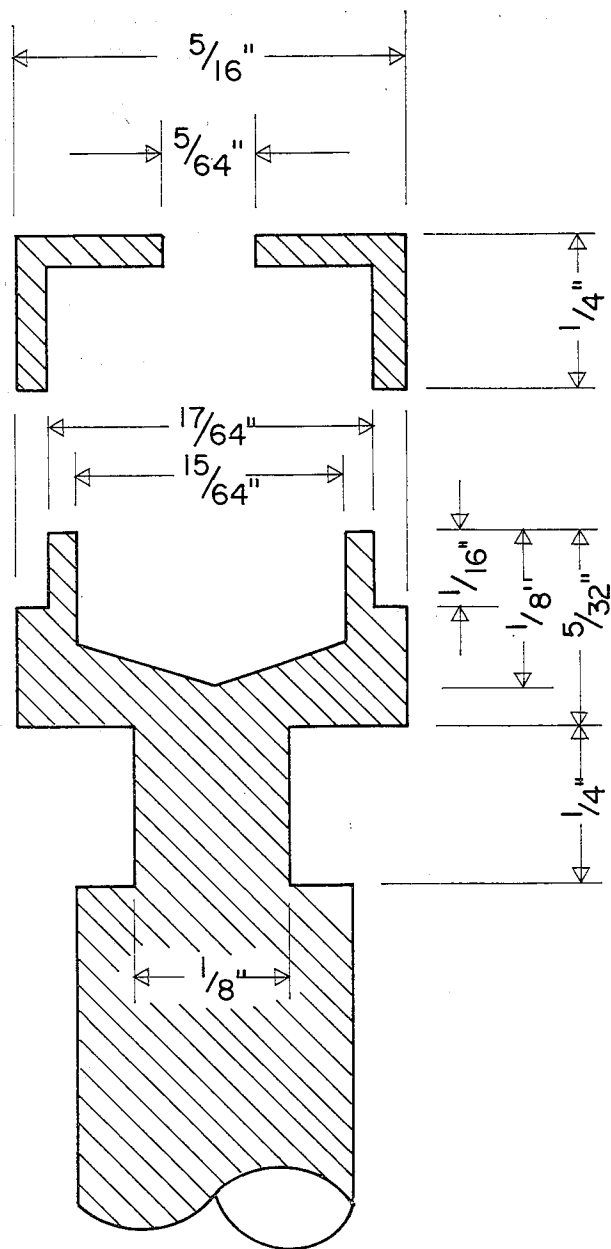


RESULTADOS Y DISCUSIONES

Seis o más determinaciones repetidas de cuatro minerales conteniendo OH o H_2O fueron hechas, principalmente moscovita, $KAl_2 (AlSi_3O_{10}) (OH)_2$; hornblenda, $Ca_2Na_2 (MgFe)_8 (AlFe_2) (Al_4Si_{12}O_{44}) (OH, F)_4$; serpentina (antigorita), $Mg_6 (Si_4O_{10}) (OH)_6$ y yeso, $CaSO_4 \cdot 2H_2O$. En adición, los siguientes minerales se habían estudiado previamente: diaspora, $Al_2O_3 \cdot H_2O$; Kaolinita, $Al_2(Si_2O_5) (OH)_4$; goethita, $FeO (OH)$; talco $Mg_3 (Si_4O_{10}) (OH)_2$; biotita, $K(MgFe)_3 (AlSi_3O_{10}) (OH)_2$ y estauroлита, $HFeAl_3Si_2O_{13}$. La intensidad de la línea OH3063,6A, corregida para los

valores neutros, fondo de placa y peso de la muestra, fue representada en un gráfico contra el contenido de H_2O de cada mineral y la curva analítica (Fig. 2) fue obtenida.

El coeficiente de variación para cada repetición de determinaciones fue calculado y se encontró que era: yeso $\pm 5,4\%$, serpentina $\pm 1,0\%$, hornblenda $\pm 1,0\%$ y moscovita $\pm 8,4\%$. Se debe hacer énfasis en que la precisión de los análisis es marcadamente afectada por los cambios de humedad en el laboratorio, y las muestras se deben de mantener a humedad constante para evitar grandes errores.



ELECTRODO PARA LA MUESTRA
fig. 1

EVALUACION DE MUESTREOS EN MINAS DE ORO MEDIANTE COMPUTADORES DIGITALES

JULIO A. SALGADO*

RECONOCIMIENTO

Agradezco la colaboración dada por el doctor Víctor M. López, por sus orientaciones e interés, así como al profesor Alonso y al señor Acitores, del Departamento de Computación, por las facilidades prestadas durante las pruebas de estos programas.

J. A. S.

INTRODUCCION

A partir de 1950 se han desarrollado nuevos métodos de evaluación de minas (especialmente de oro), con ayuda de los computadores digitales. Estos métodos han sido desarrollados principalmente por Sichel, Krige y Ross¹ y están basados en la aplicación de procedimientos matemáticos estadísticos para la evaluación de las reservas de mineral. La utilidad de los computadores es evidente en este campo, por la cantidad de datos disponibles para el análisis, ya que en

término medio se toman unas 300 muestras diarias en una mina de regular tamaño.²

Hay tres fases en el proceso de evaluación del mineral:

a) La estrategia del muestreo: elección de los puntos donde se van a tomar las muestras y de qué tipo ("chip" o "broken-ore").

b) El muestreo en sí: corte de la muestra y su ensayo.

c) La estimación de las cantidades de mineral (predicciones en base a los datos).

Es de hacer notar la gran interacción que existe entre las fases a) y c), ya que un tipo de muestreo puede imponer a veces un método de análisis de los datos.

Entre los métodos que se usan hoy en día, están:

1) El considerar las muestras como tomadas al azar de una distribución logarítmica normalizada y aplicar los métodos de correlación y regresión.

2) Estudios bidimensionales con miras a obtener superficies de ten-

* Trabajo de ascenso presentado por el ingeniero Julio A. Salgado, para ascender en el escalafón de Instructor a Asistente, Facultad de Ingeniería, Universidad Central de Venezuela, julio 1967.