

MEDICIÓN DE ORO A NIVEL TRAZA EN UNA MATRIZ DE SUELO

Edith Valle Moya, Faviola A. Solís González, María del Rocío Arvizu Torres,
Centro Nacional de Metrología, Metrología de Materiales Metálicos.
km 4,5 carretera a los Cués, Mpio. El Marqués Querétaro
Teléfono: (42) 11-05-00 Ext. 3910, evalle@cenam.mx

Resumen: Dos métodos de medición para oro (Au) en suelo han sido desarrollados para la certificación de material de referencia de suelo, empleando el método de calibración de material de referencia interno con adición de material de referencia certificado con la técnica de espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS), se describe la evaluación de las fuentes de incertidumbre involucradas en la medición, identificando las fuentes más significativas y su control durante la medición, con la finalidad de alcanzar la más alta calidad metrológica.

1. INTRODUCCIÓN

La minería es una de las actividades más importantes para México, es importante establecer métodos de medición analíticos validados para la medición de oro (Au), con la finalidad de evaluar la factibilidad de su extracción con procesos industriales modernos que eviten la contaminación del ambiente [1]. En este trabajo se presenta el desarrollo de dos métodos de digestión empleados para la muestra de suelo, la medición de Au se realizó empleando el método de calibración de Material de Referencia Certificado (MRC) interno con adición de MRC, empleando las técnicas de espectrometría de masas de sector magnético y triple cuadrupolo con celda de reacción con plasma acoplado inductivamente; la estimación de incertidumbre, con la finalidad de certificar materiales de referencia de matriz de suelo.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Método de calibración de MRC interno con adición de MRC

Este método de calibración se aplica para todas aquellas mediciones donde existe efecto e interferencias de matriz, puede ser aplicado en técnicas analíticas de detección simultánea como espectrometría de masas de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) e ICP-MS. [2].

2.2. Desarrollo experimental

Para el desarrollo de los métodos de medición de Au, incluye un método de preparación, en donde se adiciona primero el MRC interno y seguido de una digestión ácida en sistema cerrado de reacción acelerada asistida por microondas, posteriormente

una evaporación de ácidos y finalmente se adiciona el material de referencia certificado, llamado spike ó adición de estándar. Una vez preparada la muestra, se midió el Au empleando espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente. La preparación de las muestras se realizó dentro de un sistema de cuarto limpio híbrido con filtros HEPA clase ISO 5/7 [3].

2.3. Evaluación de interferencias

Se hizo una medición preliminar de la muestra, con la finalidad de evaluar el contenido aproximado Au a medir, seleccionar el MRC interno a emplear y evaluar las posibles interferencias que podrían afectar la medición de Ir y Au.

2.4. Preparación gravimétrica de mezclas

Se realizó la preparación gravimétrica de las mezclas con las muestras de suelo y la disolución del MRC interno, las cuales se sometieron a dos procesos independientes de digestión en sistema de reacción acelerada en horno de microondas, donde uno de los métodos incluyó (10 mL HNO₃, 4 mL de HF, 4 mL de HCl y 2 mL de H₂O₂) y el segundo (4 mL HNO₃, 2 mL de HF, 10 mL de HCl, 4 mL de H₂O₂ y 1 mL H₃BO₃).

2.5. Cuantificación de la fracción de masa de Au y estimación de incertidumbre

Los valores de la medición de la fracción de masa de oro $w_{(Au, x)}$ en $\mu\text{g/g}$, obtenidos para cada una de las muestras, blancos y material de control (SRM-2710) se obtuvieron empleando los métodos de calibración de MRC interno con adición de MRC [2], las técnicas de espectrometría de masas de sector magnético y triple cuadrupolo con celda de reacción (gas hidrógeno) con plasma acoplado inductivamente. La

estimación de incertidumbre se realizó con base al uso de métodos numéricos de diferenciación, de acuerdo a lo que establece la Guía de Estimación de Incertidumbre de EURACHEM[4] y la GUM[5]

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Como resultado de la evaluación de las interferencias; para el ICP-SFMS (marca Thermo, modelo Element 2) la principal interferencia es $^{181}\text{Ta}^{16}\text{O}$, por lo se corrigió dicha interferencia en; para el caso del ICP-QQMS (marca Agilent technologies, modelo 8800) se utilizó la celda de reacción en modo H_2 que fue donde se lograron minimizar la presencia de interferencias.

En los métodos de digestión se logró la digestión completa de las diferentes muestras de suelo. En la figura 1 se presentan los valores de la fracción de masa de oro $w_{(\text{Au})}$ en $\mu\text{g/g}$ obtenidos para las muestra de *suelo*, se observa variabilidad entre los resultados de la fracción de masa de Au de cada una de las muestras; se puede observar que los valores obtenidos por las dos técnicas de medición presentan resultados consistentes.

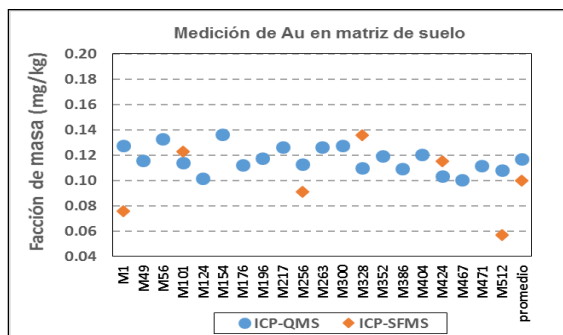


Fig. 1. Resultados de $w_{(\text{Au})}$ por muestra

3.6 Contribución de las magnitudes en la estimación de incertidumbre.

De la estimación de incertidumbre se observó que la magnitud más significativa fue el método de preparación de muestra, la cual representa la reproducibilidad del método de preparación entre las muestras para la medición de Au a nivel ultratraza ($\mu\text{g/g}$). La incertidumbre expandida relativa obtenida para la técnica ICP-QQMS es de 29 % y para ICP-SFMS es 36 %, que es satisfactoria para mediciones a este nivel de fracción de masa de Au ($\mu\text{g/g}$), para una matriz natural compleja.

3.1 Medición de Au en el MRC de control

Los resultados obtenidos para el material de referencia empleado como control, SRM-2710, se presentan en la figura 2. La validación del método se confirma a través de demostrar capacidad de medición por medio de la medición de oro en el material de referencia SRM-2710 que es una matriz de suelo y al utilizar dos métodos de medición independientes que no presentan diferencia significativa.

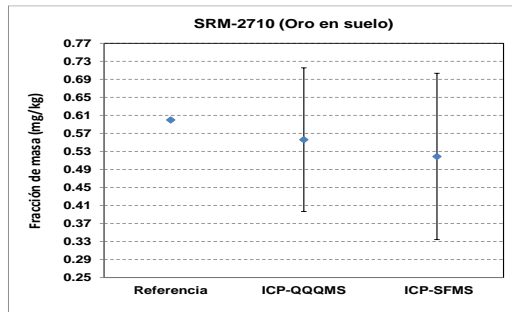


Fig. 2. Resultados de $w_{(\text{Au})}$ en el SRM-2710.

4. CONCLUSIONES

Los métodos de digestión empleado para la preparación de la muestras de suelo, son consistentes, como se pudo confirmar con los resultados de medición obtenidos en el material de referencia empleado como control, el cual es comparable con respecto a los valores obtenidos por las dos técnicas de medición, donde se obtuvieron valores consistentes, la incertidumbre expandida relativa para Au de 30 % es adecuada, al nivel de un método implementado para mediciones de Au a nivel de $\mu\text{g/kg}$ en una matriz natural compleja.

REFERENCIAS

- [1] Promexico. (n.d.). Minería. Retrieved from [http://www.promexico.gob.mx/es_us/promexico/Miner ing](http://www.promexico.gob.mx/es_us/promexico/Miner%20ing)
- [2] Valle M. E., Arvizu T. M.R., Lara M. J. V., Medición de arsénico en tejido marino empleando el método de calibración con material de referencia certificado interno y adición de material de referencia certificado, octubre de 2014.
- [3] ISO 14644-1. Part 1: 1999 Classification of air cleanliness.
- [4]. EURACHEM-CITAC, Guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2nd. Edition (2000), ISBN 0 948926 15-5
- [5]. ISO-GUM, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements, ISBN 92-67-10188-9, 1st Ed., International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland, (1995).