

DESDE NUESTRO LABORATORIO

CEM

REPORTE DE LABORATORIO
IN-LAB-006/22

DETERMINACIÓN DE ORO EN MUESTRAS GEOLÓGICAS MEDIANTE DIGESTIÓN POR MICROONDAS

USO DE LA DIGESTIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS EN LA DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE ORO EN MUESTRAS GEOLÓGICAS



SERVOLAB

RESUMEN Este reporte presenta el uso de la técnica de digestión asistida por microondas usando el digestor de microondas MARS™ 2 (Fig. 1a) para la posterior determinación cuantitativa de oro. Este método muestra la ventaja de la reducción del lapso de tiempo de digestión de la muestra al emplear microondas. Para la evaluación del método se utilizaron dos materiales de referencia certificados (MRC) OREAS™ 236 y 259. La cuantificación del analítico se determina por espectrometría de absorción atómica de llama (FAAS) con el uso de un espectrómetro TM: NovAA™ 800F (Fig. 1b). El análisis estadístico a los resultados obtenidos por FAAS muestran que los valores promedios no difieren de los valores reportados en los certificados de los MRC utilizados, para un nivel de significancia del 0,05; por lo que el criterio de aceptación se cumple. Por lo tanto, los resultados son trazables. Todas las mediciones se encuentran dentro del rango del valor de referencia de cada MRC.

Palabras claves: oro, microondas, digestión, material geológico

Laboratory report
in-LAB-006/22

DETERMINATION OF GOLD IN GEOLOGICAL SAMPLES BY MICROWAVE DIGESTION.

USE OF MICROWAVE ASSISTED DIGESTION IN THE QUANTITATIVE DETERMINATION OF GOLD IN GEOLOGICAL SAMPLES

ABSTRACT

This report presents the use of the microwave assisted digestion technique using the MARS™ 2 microwave digester (Fig. 1a) for the subsequent quantitative determination of gold. This method shows the advantage of reduced sample digestion time when using microwaves. Two certified reference materials (CRMs) OREAS™ 239 and 256 were used for method evaluation. Quantification of the analyte is determined by flame atomic absorption spectrometry (FAAS) using a TM: NovAA™ 800F spectrometer (Fig. 1b). The statistical analysis of the results obtained by FAAS showed that the average values did not differ from the values reported in the CRM certificates used, for a significance level of 0.05; Therefore, the acceptance criterion is met. Therefore, the results are traceable. All measurements are within the reference value range of each CRM.

Key words: gold, microwave, digestion, geological material

DANIEL VILLARROEL¹, RICHARD HENRÍQUEZ¹, DANIEL GONZÁLEZ¹, EUCLIDES VELAZCO¹, JOSUÉ MAGO¹, JOSÉ MAGO¹

¹Laboratorio de Ensayos, Servolab Overseas, Inc., Puerto Ordaz, Venezuela.

INTRODUCCIÓN

Los procesos de control de la producción en la industria aurífera requieren una respuesta rápida en los análisis de las muestras enviadas al laboratorio para la cuantificación del Au. Una de las etapas en los ensayos de laboratorio que requiere de una apreciable inversión de tiempo para obtener un resultado en los análisis es la etapa de digestión. Aun cuando existen muchos métodos de digestión, la técnica analítica tradicional utilizada en muchos laboratorios de ensayos es la digestión ácida en envase abierto. Este método puede involucrar lapsos de tiempo que pueden oscilar entre las 2 y 3 horas para que una muestra (mínimo 10 g) complete la digestión y la disolución del oro. Algunos laboratorios siguen la norma ISO-11466:1995 para el proceso de digestión. Este método involucra un elevado costo de consumibles (reactivos químicos) y gran cantidad de horas-hombre para llevar a cabo los análisis, lo que se traduce en un mayor tiempo de respuesta para elaborar un reporte de contenido de Au presente en las muestras a analizar.

En función a lo antes mencionado, es prioritaria la aplicación de un método que permita minimizar el tiempo de respuesta de los reportes de análisis del contenido de Au en muestras geológicas, de tal manera que los procesos de producción en planta se agilicen mucho más.

Este reporte muestra un proceso rápido de digestión de muestras de origen geológico asistido por microondas para

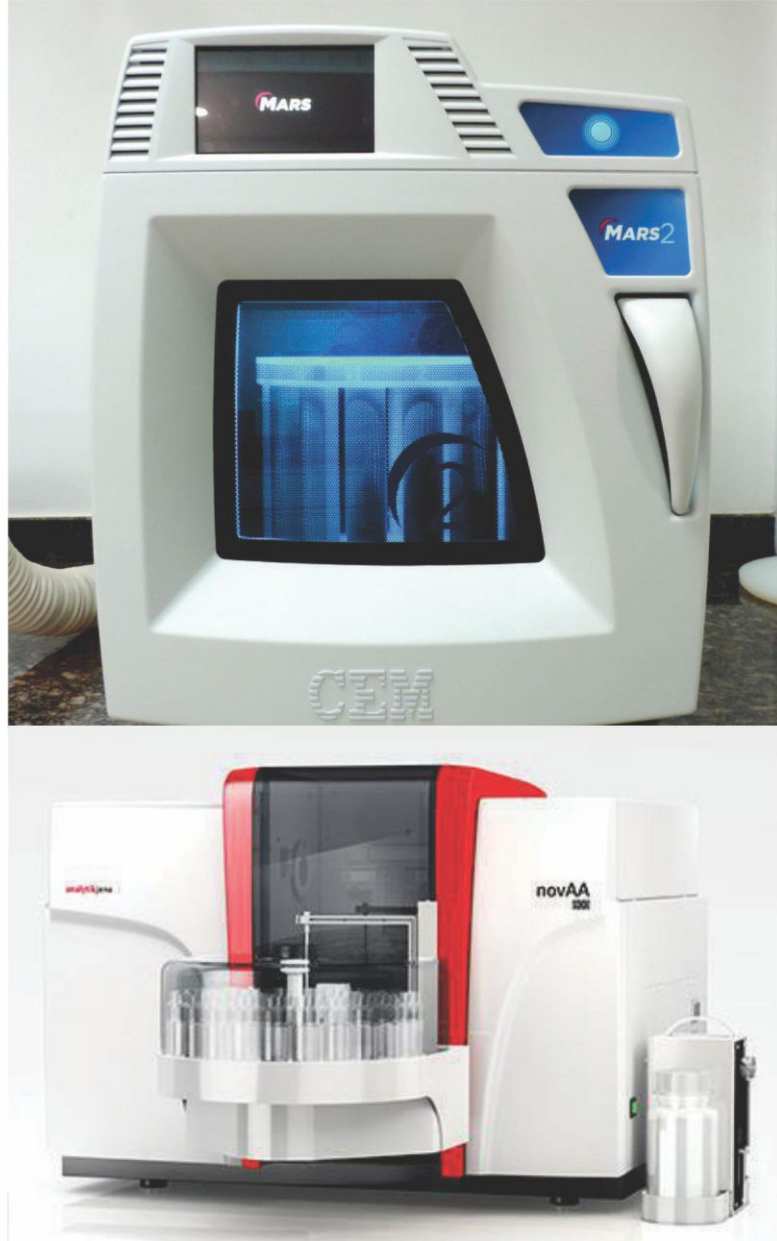


Figura 1. (a) Digestor de microondas MARS™ 2. (b) Espectrómetro de Absorción Atómica TM: NovAA™ 800F

su cuantificación por espectrometría de absorción atómica.

MATERIALES Y MÉTODOS

Instrumentación

Se utilizó un digestor de microondas CEM MARS™ 2 (Fig. 1a) para digestar las muestras. Este equipo está provisto de envases de teflón MARSXpress™, los cuales cuentan con un sistema de ventilación y resellado, que permite liberar los gases generados dentro del recipiente sin



Figura 2. Material de Referencia Certificado OREAS 239 y 256.

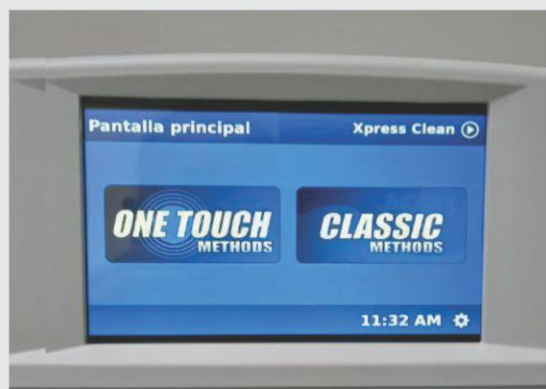


Figura 3. Pantalla de selección del método pre-instalado.

Tabla 1. Condiciones instrumentales del método preinstalado “Copper Ore” en el MARS™ 2

Parámetro	Ajuste
Etapas	1
Potencia (W)	290 – 1440
Rampa de tiempo (min)	20:00
Tiempo de mantenimiento (min)	10:00
Temperatura (°C)	200

Tabla 2. Parámetros del Espectrómetro de Absorción Atómica de Llama para la medición de Au.

Parámetro	Ajuste
Analito	Au
Llama	Acetileno/Aire
Longitud de onda (nm)	242,8
Corriente de la lámpara (mA)	5
Slit (nm)	1,2
Corrección de fondo	Lámpara de deuterio
Flujo de aspiración (ml/min)	5
Tiempo de integración (s)	10
Numero de integraciones (N°)	3

perjuicio de la muestra durante la digestión y que previene la generación de altas presiones dentro del envase sellado. Éstos se ubican en una placa giratoria de 16 posiciones, la cual se coloca dentro del equipo para la digestión.

Preparación de la muestra

Para la aplicación del método se emplearon materiales de referencia certificados (MRC) OREAS 239 y 256 (Fig. 2). Se utilizó el método pre-instalado «Copper ore» del MARS™ 2 en la opción «One touch™ methods» (Fig. 3), que comprendían las siguientes condiciones de preparación de muestra: 0,5 g de muestra y 10 mL de agua regia (3:1 de HCl:HNO₃). Se pesaron muestras por duplicado de cada MRC y se sometieron al ataque con agua regia en los envases de teflón del digestor, para lo cual se esperó alrededor de 15 minutos de pre-digestión antes de cerrar los envases.

Los envases se colocaron en la placa giratoria y ubicados en el MARS™ 2. Se activó el método pre-instalado «Copper ore™» para iniciar el proceso de digestión. Las condiciones instrumentales del método se muestran en la Tabla 1. Las muestras digestadas fueron filtradas, se les agregó 10 mL de NaCl 6 mol/L y extraídas con 5 mL de una solución de aliquat al 1% en diisobutilcetona, DIBK (Servolab 2021).

Análisis

El contenido de Au se determinó por espectrometría de absorción atómica de llama (FAAS) con un equipo Analytikjena NovAA TM 800F (Fig. 1b). Las condiciones

instrumentales del espectrómetro se listan en la Tabla 2. Los resultados obtenidos por FAAS (curva de calibración mediante un ajuste lineal) fueron sometidos a un análisis estadístico mediante la prueba t-student, según la guía Eurolab (Eurolab 2007).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Fig. 4 se muestran los gráficos de temperatura y potencia obtenidos del digestor de microondas MARSTM 2 para el método aplicado, lo que permite monitorear, en tiempo real, la evolución de ambos parámetros en el equipo durante la digestión. Todo el proceso de digestión se llevó a cabo en un lapso de tiempo de 30 minutos, que es mucho más corto que el lapso de 1 a 2 horas mínimas en una digestión ácida en envase abierto.

Para el análisis estadístico de los resultados obtenidos por FAAS para los MRC OREASTM 239 y 256 (Tablas 3 y 4), el criterio de aceptabilidad es de $t_{\text{calc}} < t_{\text{crit}}$. En ambos casos se cumple este criterio, los valores promedios no difieren estadísticamente de los valores reportados en los certificados de los materiales de referencia utilizados, para un nivel de significancia del 0,05; por lo que se cumple el criterio de aceptación. Por lo tanto, los resultados son trazables al MRC. Los gráficos de cajas (Fig. 5 y 6) muestran que todas las mediciones se encuentran dentro del rango del valor de referencia de cada MRC, por lo que no existen valores atípicos en los mismos. Finalmente, se obtiene que la incertidumbre estándar combinada para el MRC OREAS TM 239 y 256 es de 8,18% y 6,01%, respectivamente.

Tabla 3. Resultados obtenidos por FAAS y análisis estadístico para el MRC OREASTM 239

Nº muestra	Concentración de Au
1	3,23
2	3,20
3	3,37
4	3,27
5	3,31
6	3,13
7	3,24
8	3,09
9	2,94
10	2,74
número de muestras	10
Promedio, $\bar{x}$	3,15
Sesgo	-0,26
% relativo del sesgo	-7,57
%Recuperación	92,43
Desviación estándar, s	0,19
Desviación estándar relativa, s_r	5,54%
Desviación estándar del MRC, u_{MRC}	0,162
Concentración MRC	3,41
t -student calculado, t_{calc}	1,49
t -student crítico, t_{crit}	2,26
Incertidumbre de la trazabilidad, u_{traz}	5,16%
Incertidumbre estándar combinada, u_{comb}	8,18%

Tabla 4. Resultados obtenidos por FAAS y análisis estadístico para el MRC OREAS TM 256

Nº muestra	Concentración de Au
1	7,44
2	7,18
3	7,13
4	6,84
5	6,93
6	7,12
7	6,72
8	7,38
9	7,21
número de muestras	9
Promedio, $\bar{X}$	7,11
sesgo	-0,43
% relativo del sesgo	-5,76
%Recuperación	94,24
Desviación estándar, s	0,24
Desviación estándar relativa, s_r	3,16 %
Desviación estándar del MRC, u_{MRC}	0,304
Concentración MRC	7,54
t -student calculado, t_{calc}	1,38
t -student crítico, t_{crit}	2,31
Incertidumbre de la trazabilidad, u_{traz}	4,27%
Incertidumbre estándar combinada, u_{comb}	6,01%

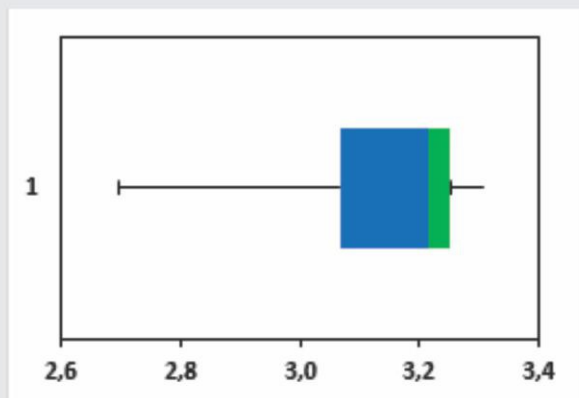


Figura 5. Gráfico de caja para el MRC OREAS™ 239

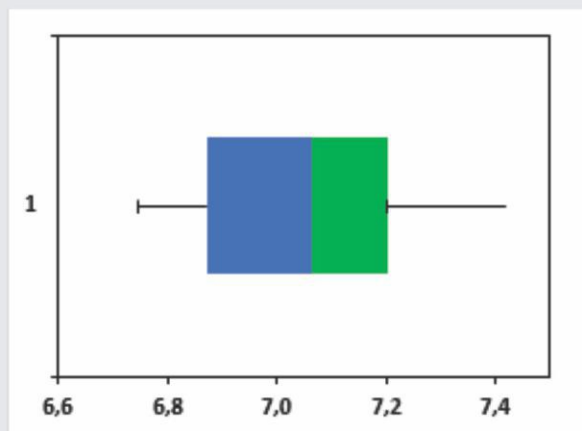


Figura 6. Gráfico de caja para el MRC OREAS™ 256.

CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos demuestran que la digestión asistida por microondas permite obtener resultados confiables en la cuantificación de Au en muestras geológicas minimizando parámetros, tales como el consumo de reactivos y el tiempo de respuesta; los cuales resultan elevados para una digestión ácida en envase abierto. Esto hace que la digestión asistida por microondas sea una excelente alternativa como método de laboratorio para los controles de los procesos industriales en la minería extractiva del Au. Este método está en concordancia con la norma ISO 14869-3:2017.

Ya que el método utiliza una cantidad de muestra de 0,5 g, el límite de detección está por el orden de 2 g/t. Esto da como resultado que esta técnica de digestión es aplicable para tenores de Au superiores a este límite.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Eurolab 2007. Technical report No. 1. Measurement uncertainty revisited: Alternative approaches to uncertainty evaluation. EUROLAB Technical Secretariat. Paris.

ISO 11466:1995. Soil quality-Extraction of trace elements soluble in aqua regia.

ISO 14869-3:2017. Soil quality-Dissolution for the determination of total element content-Part 3: Dissolution with hydrofluoric, hydrochloric and nitric acids using pressurised microwave technique.

Servolab 2021. Determinación de oro en muestras geológicas por extracción con DIBK y medición por espectrometría de absorción atómica. Informe de validación. Servolab Overseas, Puerto Ordaz, Venezuela.