



UNIVERSIDAD NACIONAL "Pedro Ruiz Gallo"



FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA E INDUSTRIAS ALIMENTARIAS

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA

Para optar el Título Profesional de:

INGENIERO QUÍMICO

TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL

“EVALUACIÓN DE PARÁMETROS DE LAS CURVAS DE CALIBRACIÓN
PARA OPTIMIZAR LA DETERMINACIÓN DE ZINC Y PLATA POR
ABSORCIÓN ATÓMICA EN MINERALES SULFURADOS”

PRESENTADO POR

BACH: SÁNCHEZ MAZA YOLANDA

ASESOR

Ing.: SANTAMARIA BALDERA GERARDO

LAMBAYEQUE-PERÚ

Mayo, 2018

**“EVALUACIÓN DE PARÁMETROS DE LAS CURVAS DE CALIBRACIÓI
PARA OPTIMIZAR LA DETERMINACIÓN DE ZINC Y PLATA POR
ABSORCIÓN ATÓMICA EN MINERALES SULFURADOS”**

**Trabajo de Suficiencia Profesional para optar el Título de Profesional de
Ingeniero Químico.**

Presentado por:

Bach. Sánchez Maza Yolanda

Aprobado por:

Ing. Enrique Manuel Montejo Pinillos
Presidente

Dr. Adolfo Segundo Díaz Eyzaguirre
Secretario

M.Sc. Ronald Alfonso Gutiérrez Moreno
Vocal

Ing. Gerardo Santamaría Baldera
Asesor

Lambayeque- Perú

DEDICATORIA

A Dios por protegerme durante el transcurso de mi vida y darme fuerzas para superar obstáculos y dificultades que siempre se presentan.

A mi esposo e hija por su motivación de seguir adelante cada día y darme las ganas de superarme.

A mi madre por el apoyo incondicional, por su amor brindado, por corregir mis faltas y celebrando mis triunfos. Por guiarme por buenos caminos y enseñarme valores que sin duda ayudan en mi vida profesional.

A mi padre por la confianza y los ejemplos de perseverancia y constancia que me ha infundado siempre, por el demostrarme su amor y desearme éxitos.

A mis hermanos, por su verdadero cariño que me ayudan a sentirme segura, por sus consejos me ha ayudado a afrontar los retos que se me han presentado a lo largo de mi vida.

AGRADECIMIENTO

Agradezco en primer lugar a Dios, único dueño de todo saber y verdad, por bendecirme durante este trabajo y por permitirme finalizar con éxito; y en segundo lugar, pero no menos importante, a mi esposo Frank y mi hija Ariely por su apoyo moral brindado cada día y poder hacer posible terminar con mis objetivos profesionales.

A mis queridos padres Alfonso y Manuela, por su apoyo incondicional que me brindan día a día para ser un profesional competitivo y responsable.

A la UNIVERSIDAD NACIONAL PEDRO RUIZ GALLO por darme la oportunidad de estudiar y ser una profesional. También me gustaría agradecer a todos y cada uno de los docentes por brindarme sus enseñanzas en especial a mi asesor el Ing. Gerardo Santamaría Baldera, quien con su experiencia me oriento para poder desarrollar el presente trabajo de investigación.

Además agradezco a mis hermanos Josefa y Alfonso por su apoyo moral que me brindan día a día y por ser cómplices de mis logros.

INDICE GENERAL

I.INTRODUCCION	10
II.OBJETIVOS	13
2.1 Objetivo General	13
2.2 Objetivos Específicos.....	13
III.MARCO TEORICO	14
3.1 Teoría sobre Absorción Atómica.....	14
3.2 Ventajas y desventajas de la absorción atómica	18
3.3 Tipos de llama.....	18
3.4 Instrumentación	18
3.4.1 Reguladores de Presión y Rotámetro	19
3.4.2 Sistema Nebulizador-Quemador.....	20
3.4.3 Fuentes de luz para Absorción Atómica	22
3.4.4 Sistema Óptico.....	22
3.4.5 Sistema de Fotodetector, Amplificador y de Lectura.....	24
3.5 Interferencias en Espectrometría de Absorción Atómica.	24
3.5.1 Interferencias Espectrales.....	25
3.5.2 Interferencias Químicas.	25
3.5.3 Interferencias físicas	27
3.6 Parámetros estadísticos	28
3.7 Características particulares de los diferentes elementos.....	32
IV.MATERIALES Y METODOS.....	41
V. RESULTADOS	52
VI.CONCLUSIONES.....	64
VII.RECOMENDACIONES	65
VIII.BIBLIOGRAFIA.....	66
IX.ANEXOS	68

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Procesos que tienen lugar en la atomización.....	17
Figura 2. Atenuación de un haz de radiación por una disolución absorbente	17
Figura 3. Esquema general de un espectrofotómetro de absorción atómica	17
Figura 4. Estructura de la llama	21
Figura 5. Quemador de Ranura o Flujo laminar con cámara de nebulización	21
Figura 6. Diagrama esquemático de una lámpara de cátodo hueco	23
Figura 7 Representación grafica de la precisión y exactitud	23
Figura 8. Esfalerita	38
Figura 9. Galena	38

INDICE DE TABLAS

Tabla 1 Alta intensidad de corriente para plata.....	34
Tabla 2 Baja intensidad de corriente para plata.....	34
Tabla 3 Alta intensidad de corriente para zinc.....	34
Tabla 4 Baja intensidad de corriente.....	34
Tabla 5 Temperaturas de llama.....	37
Tabla 6 Propiedades físicas de la esfalerita.....	37
Tabla 7 Propiedades físicas de la Galena.....	39
Tabla 8 Características y propiedades de la pirita.....	40
Tabla 9 Puntos de calibración para plata primera corrida.....	46
Tabla 10 Puntos de calibración para zinc primera corrida.....	46
Tabla 11 Condiciones de operación para plata primera corrida.....	46
Tabla 12 Condiciones de operación para zinc primera corrida.....	46
Tabla 13 Puntos de calibración para plata segunda corrida.....	50
Tabla 14 Puntos de calibración para zinc segunda corrida.....	50
Tabla 15 Puntos de la curva de calibración para lectura de plata – 1C	53
Tabla 16 Resultados finales por plata de mineral pirita-1C.....	53
Tabla 17 Resultados finales por plata de mineral esfalerita-1C.....	54
Tabla 18 Resultados finales por plata de mineral galena-1C.....	54
Tabla 19 Puntos de la curva de calibración para lectura de plata – 2C	55
Tabla 20 Resultados finales por plata de mineral pirita-2C.....	56
Tabla 21 Resultados finales por plata de mineral esfalerita-2C.....	56
Tabla 22 Resultados finales por plata de mineral galena-2C.....	57
Tabla 23 Puntos de la curva de calibración para lectura de Zinc –1C...	58
Tabla 24 Resultados finales por zinc de mineral pirita-1C.....	59
Tabla 25 Resultados finales por zinc de mineral esfalerita-1C.....	59
Tabla 26 Resultados finales por zinc de mineral galena-1C	60
Tabla 27 Puntos de la curva de calibración para lectura de Zinc – 2C	61
Tabla 28 Resultados finales por zinc de mineral pirita-2C.....	61
Tabla 29 Resultados finales por zinc de mineral esfalerita-2C.....	62
Tabla 30 Resultados finales por zinc de mineral galena-2C	62

INDICE DE GRAFICOS

Grafico 1 Curva de calibración para plata- 1C	52
Grafico 2 Curva de calibración para plata- 2C	55
Grafico 3 Curva de calibración para Zinc- 1C	58
Grafico 4 Curva de calibración para Zinc- 2C	61

RESUMEN

La evaluación de parámetros para optimizar la determinación de metales por absorción atómica u otra técnica en minerales sulfurados se hace cada día más necesarios y así mejorar la rentabilidad de los procesos mineros. El presente trabajo tiene como objetivo evaluar los parámetros concentración, absorbancia y longitud de onda de las curvas de calibración para optimizar la determinación de zinc y plata mediante el método instrumental de absorción atómica en minerales sulfurados como galena, esfalerita y pirita. Se tomó las muestras de la mina Tajo Norte y se realizaron calibraciones con diferentes estándares de concentración y absorbancia a una determinada longitud de onda. Para ambos casos de plata y zinc se pesaron las muestras por duplicado para medir precisión, un patrón conocido para medir exactitud de resultados; además una muestra en blanco para ver la contaminación de las muestras.

Fue así que para la plata y zinc con la primera corrida se obtuvieron resultados precisos y exactos; con la segunda corrida se obtuvieron resultados precisos pero no exactos.

Se concluye que para determinación de plata calibrando con concentraciones 0.5, 1, 2ppm a una absorbancia de 0.320 – 0.400 UA y una longitud de onda de 328.1nm se obtuvieron resultados del mineral pirita de 0.33640z/TM de plata, del mineral esfalerita de 2.26950z/TM de plata y del mineral galena de 2.3160z/TM de plata resultados validos porque el patrón de la empresa SGS está dentro del rango 1.69480z/TM (52.63 ppm aceptable). Para determinación de zinc calibrando con concentraciones de 2.5, 5, 10ppm a una absorbancia de 0.380- 0.450UA y una longitud de onda de 213.9nm se obtuvieron resultados del mineral pirita de 0.061% de zinc, del mineral esfalerita de 1.7751% de zinc y del mineral galena de 0.20% de zinc resultados exactos porque el patrón de la empresa SGS está dentro del rango 0.907% (9072ppm aceptable).

ABSTRACT

The evaluation of parameters to optimize the determination of metals by atomic absorption or another technique in sulfurized minerals is increasingly necessary and thus improve the profitability of mining processes. The objective of this work is to evaluate the concentration, absorbance and wavelength parameters of the calibration curves to optimize the determination of zinc and silver by the instrumental method of atomic absorption in sulphide minerals such as galena, sphalerite and pyrite.

Samples were taken from the Tajo Norte mine and calibrations were performed with different concentration and absorbance standards at a certain wavelength. For both cases of silver and zinc, samples were weighed in duplicate to measure accuracy, a known pattern for measuring accuracy of results; also a blank sample to see the contamination of the samples.

It was thus that for the silver and zinc with the first run, precise and exact results were obtained; with the second run, precise but not exact results obtained.

It is concluded that for determination of silver calibrating with 0.5, 1, 2ppm concentrations at an absorbance of 0.320 - 0.400 AU and a wavelength of 328.1nm, results were obtained of the pyrite mineral of 0.33640z / MT of silver, of the mineral sphalerite of 2.26950 z / TM of silver and galena ore of 2.3160z / MT silver results valid because the company's SGS pattern is within the 1.69480z / MT range (52.63 ppm acceptable). For determination of zinc calibrating with concentrations of 2.5, 5, 10ppm at an absorbance of 0.380-0.450UA and a wavelength of 213.9nm, results were obtained for the pyrite mineral of 0.061% zinc, the mineral sphalerite of 1.7751% zinc, and of the 0.20% zinc galena ore exact results because the company's SGS pattern is within the 0.907% range (9072ppm acceptable).

I. INTRODUCCION

En el Perú las empresas que realizan análisis de minerales prestadoras de servicios o en las minas les hace falta mejorar sus procedimientos para determinar metales mediante espectroscopia de absorción atómica. Los laboratorios de análisis deben poseer un sistema de calidad cuyo fin primordial es generar resultados reproducibles y confiables. La forma de obtener estas características es evaluar ciertos parámetros. En la minería es importante saber que metales están presentes en ciertos minerales y poder establecer si es rentable o no.

Puesto que en la actualidad los diversos procesos son sometidos a pruebas de eficiencia así como también deben demostrar que dichos procesos cumplen con las especificaciones requeridas, estos pueden incluir requisitos especificados en los reglamentos (nacionales o extranjeros) las especificaciones de los compradores los acuerdos comerciales, etc. Además de establecer y monitorear los requerimientos apropiados para la protección de la salud, la seguridad y el medio ambiente.

En el presente trabajo de investigación se formula como problema ¿Qué evaluando los parámetros de concentración, absorbancia y longitud de onda es posible obtener resultados precisos y exactos de zinc y plata por el método de absorción atómica en minerales sulfurados?

Con el presente trabajo de investigación se va ayudar a que las empresas que se dedican análisis de minerales que sus resultados sean precisos y exactos, por ende los clientes se van a sentir satisfechos y puedan volver a elegir a su empresa como la mejor. El análisis por medio de la absorción atómica se emplea tanto para determinar los elementos mayoritarios como elementos minoritarios, debidos, fundamentalmente, a la rapidez del análisis, la selectividad y la sensibilidad. Por tal motivo es necesario optimizar la determinación de zinc y plata en los laboratorios de análisis instrumental de absorción atómica, de esta manera ayudara a cumplir con los requisitos de las normas internacionales de calidad.

Vélez P. y Vega A. (Colombia-2011) que su investigación sobre “Validación del método de determinación de cobre y zinc por espectroscopia de absorción atómica de llama en agua cruda y tratada para el laboratorio de análisis de aguas y alimentos de la universidad tecnológica de Pereira”. Teniendo en cuenta el análisis de varianza (ANOVA), se puede concluir que tanto el método de extracción de HNO_3 como el de HCl-HNO_3 son apropiados para el análisis de Cobre y Zinc por el método de espectroscopia de absorción atómica de llama, sin embargo se prefiere el método de HNO_3 debido a su facilidad, el uso de menor cantidad de reactivos y el menor tiempo requerido para el análisis. La espectroscopia de absorción atómica de llama, resultó ser un método conveniente para la determinación de Cobre y Zinc en agua cruda y potable puesto que ofrece límites de detección significativamente menores a los valores que la Resolución 2115 de 2007 considera como aceptables. Además, es un método relativamente rápido y presenta buena exactitud. De acuerdo a los %CV obtenidos para cada muestra, se puede decir que la repetibilidad fue buena ya que la variación en los resultados obtenidos en días diferentes no es significativa. Los estándares de Cobre y Zinc presentaron una adecuada estabilidad al ser conservados a un pH menor que 2 y a una temperatura de 4 °C en recipientes de plástico. Aunque este método presenta bajos límites de detección y de cuantificación, el coeficiente de variación aumenta en muestras de concentración baja de Cobre o Zinc.

II.OBJETIVOS

2.1 Objetivo General

Evaluar los parámetros concentración, absorbancia y longitud de onda de las curvas de calibración para optimizar la determinación de zinc y plata mediante el método instrumental de absorción atómica en minerales sulfurados como galena, esfalerita y pirita.

2.2 Objetivos Específicos

- Realizar la preparación y tratamiento de las muestras de minerales sulfurados de la mina Tajo Norte.
- Seleccionar las condiciones de operación del equipo de absorción atómica para analizar zinc y plata.

III.MARCO TEORICO

Los métodos espectrométricos son un amplio grupo de métodos analíticos que se basan en las espectroscopias atómica y molecular. La espectroscopia es un término general para la ciencia que trata de las distintas interacciones de la radiación con la materia. Históricamente las interacciones de interés se producían entre la radiación electromagnética y la materia, sin embargo, ahora el termino espectroscopia se ha ampliado para incluir las interacciones entre la materia y otras formas de energía. Ejemplos de ellos son las ondas acústicas y los haces de partículas como iones o electrones. La espectrometría y los métodos espectrométricos hacen referencia a la medida de la intensidad de la radiación mediante un detector fotoeléctrico o con otro tipo de dispositivo electrónico.

3.1 Teoría sobre Absorción Atómica

El principio en el cual se basa la espectroscopia de absorción atómica (E.A.A.) es el siguiente:

La muestra es aspirada y atomizada a través de una llama; mediante un monocromador se dirige un rayo de luz a través de la llama y sobre un detector se mide la cantidad de luz absorbida.

La absorción depende de los átomos libres no excitados, pero en general la relación entre átomos no excitados y átomos excitados, en un momento determinado, es muy alta. Como la longitud de onda del rayo de luz es característica solamente de cada metal por determinar, la energía luminosa absorbida por la llama es una medida de la concentración del metal en la muestra.

Cuando a un átomo se le suministra energía suficiente para que sus electrones de la capa exterior salten a un nivel de mayor energía, se produce una absorción de luz que le permite permanecer en un estado llamado excitado.

$$E^{\circ} + \text{energía} = E^{\circ} \text{ excitado.}$$

Una vez que el electrón alcanza un nivel superior de energía, permitiendo la existencia del átomo excitado, queda en capacidad de regresar a la capa externa, o sea retornar a su nivel normal, emitiendo una energía igual a la absorbida cuando fue excitado.

$$E^{\circ} \text{ excitado} = E^{\circ} + \text{energía.}$$

La atomización de la solución sobre una llama permite eliminar sustancias interferentes que podrían acompañar los iones que se quieren analizar. La fuente de luz facilita la irradiación de los átomos con luz de longitud de onda igual a la requerida para excitarlos y de esta manera la luz absorbida es proporcional a la concentración del metal.

En la figura 1 se muestra más con exactitud el proceso de atomización de la muestra al momento de ser aspirada.

La fuente de luz emite un rayo de luz intensa y estable, de una longitud de onda determinada; cada elemento que se analiza posee una longitud de onda característica, la cual absorberá fácilmente; por ellos para cada elemento debe usarse una fuente diferente de luz, lo cual constituye una desventaja del método.

Inicialmente se hace pasar el rayo de la luz a través de la llama sin muestra y luego con muestra. Como la absorción de luz es proporcional a la concentración del metal, la disminución en intensidad observada por el aparato permite medir la concentración del metal en la muestra ya sea directamente o por comparación con curvas de calibración preparadas con anterioridad (GOMEZ, 2011).

Los métodos cuantitativos basados en la absorción requieren de dos medidas de potencia: una, antes de que el haz de luz haya pasado a través del medio que contiene el analito P_0 y la otra, después P . La transmitancia y la absorbancia son los dos términos que se utilizan ampliamente en la espectrometría de absorción y se relacionan por la razón P_0 y P .

La velocidad de desplazamiento de la energía de un haz de energía radiante, se denota con el símbolo P_0 para el rayo incidente y P para la

cantidad de energía que queda sin absorber después de haber pasado la muestra o material absorbente. La relación del poder de radiación transmitido por la muestra al poder de radiación incidente en la misma es la Transmitancia (T).

$$T = \frac{P}{P_0}$$

El Logaritmo (base 10) de la recíproca de la transmitancia es la Absorbancia (A):

$$A = -\log_{10} T = \log_{10} \frac{1}{T}$$

La ley fundamental que rige la fotometría de absorción se llama ley de Beer. Para una radiación monocromática, la absorbancia es directamente proporcional al camino óptico b a través del medio y la concentración C de la especie absorbente. Estas relaciones están dadas por:

$$A = abC$$

Donde a es una constante de proporcionalidad denominada absorptividad. La magnitud de a claramente dependerá de las unidades utilizadas para b y C . con frecuencia para disoluciones de una especie absorbente, b se da en centímetros y C en gramos por litro. Las unidades de la absorptividad en ese caso son $L \text{ g}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ se muestra una representación en la figura 2.(SKOOG, 2008)

Esquemáticamente, se muestra a continuación una figura 3 de las partes que componen un espectrofotómetro de absorción atómica.

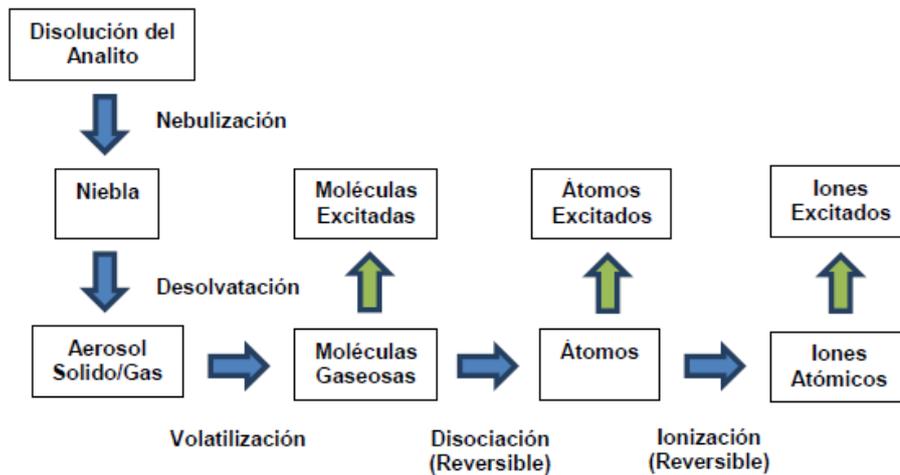


Figura 1 Procesos que tienen lugar en la atomización. Recuperado de “Análisis de minerales por absorción atómica” p10 por TECSUP 2015.

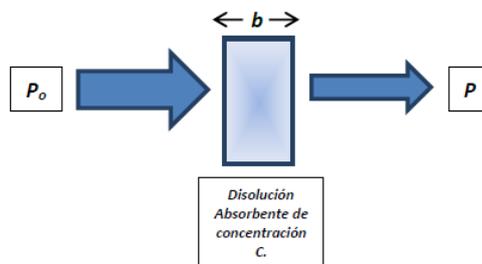


Figura 2 Atenuación de un haz de radiación por una disolución absorbente. Recuperado de “Análisis de minerales por absorción atómica” p2 por TECSUP 2015.

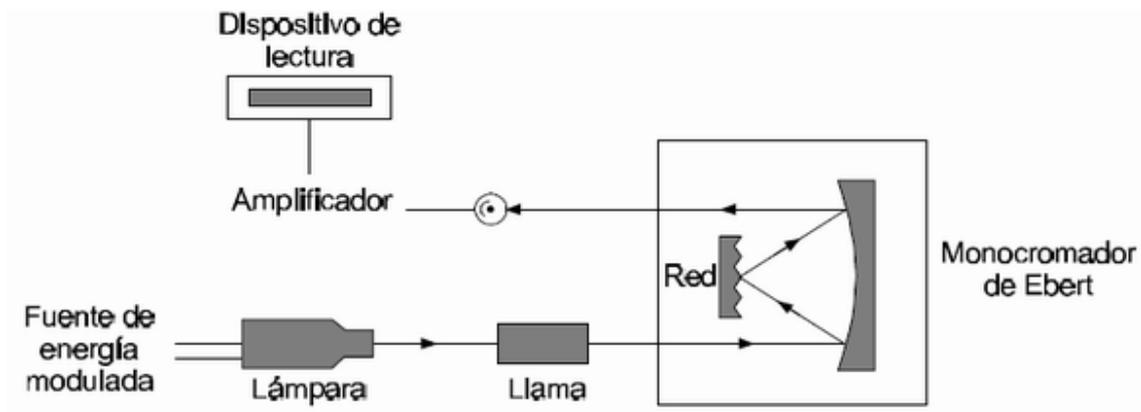


Figura 3 Esquema general de un espectrofotómetro de absorción atómica. Recuperado de “Análisis de minerales por absorción atómica” p19 por TECSUP 2015.

3.2 Ventajas y desventajas de la absorción atómica

Ventajas

- Pueden analizarse hasta 82 elementos.
- Es un método altamente específico.
- Es altamente sensible.
- Presenta un menor número de interferencias.
- Menor requerimiento energético que en emisión atómica.

Desventajas

- Tiene diferentes tipos de interferencias.
- Solo se pueden analizar elementos del sistema periódico.
- Por ser una técnica de absorción, sus curvas de calibración solo son lineales en un corto rango de concentración.(XIMENEZ,1980)

3.3 Tipos de llama

A continuación se presenta una breve descripción de los diferentes tipos de flama en la espectroscopia de absorción.

En la tabla1 se indican las temperaturas que alcanzan las diferentes combinaciones entre oxidante y combustible. Las flamas más frías están sujetas a mayores problemas de interferencias a causa de insuficiente energía aplicada para atomizar la muestra. En la gráfica 4 se muestra la estructura de la llama.

3.4 Instrumentación

Los instrumentos para espectroscopia de absorción atómica consisten en una fuente de radiación, una zona de muestra, un selector de longitud de onda, un detector y un procesador de la señal y de la lectura de salida. La zona de muestra en los instrumentos de absorción atómica es el atomizador que contiene la muestra gaseosa atomizada.

En la espectroscopia de absorción atómica, se hace pasar por la llama la radiación de una fuente externa de luz, que emite la línea espectral correspondiente a la energía necesaria para una transición electrónica del estado normal a un estado excitado. Los gases de la llama se consideran como un medio que contiene átomos libres y no excitados, capaces de

absorber radiación de una fuente externa, cuando dicha radiación corresponde exactamente a la energía requerida para una transición del elemento investigado de un estado electrónico normal a un estado mayor de excitación. La radiación no absorbida pasa entonces a través del monocromador, que aísla la línea espectral excitante de la fuente de luz y se envía hacia el detector. La absorción de radiación de la fuente de luz depende de la población del estado normal, la cual es proporcional a la concentración de la solución rociada en la llama. La absorción se mide por medio de la diferencia entre las señales transmitidas en presencia y ausencia del elemento analizado.

Los métodos espectrométricos requieren los siguientes componentes: reguladores de presión (compresores), rotámetros para el combustible y los gases oxidantes, sistema de quemador y nebulizador; sistema óptico y detectores fotosensibles; el amplificador y el sistema de lecturas con sus respectivas fuentes de energía.

Además para la absorción atómica, se necesita una fuente de luz apropiada para cada elemento que se vaya a determinar (ANAYA.1967)

3.4.1 Reguladores de Presión y Rotámetro

Para mantener un ambiente térmico constante en la llama, es imperativo que las presiones de los gases y los flujos de los mismos se mantengan constantes mientras se usa el espectrofotómetro de llama. Con los instrumentos de haz doble, este requisito ya no es tan necesario. Se deben instalar reguladores de presión doble de doble diafragma (de 10 lb/plg² para el combustible y de 30 lb/plg² para el suministro de oxidante), seguidos por un rotámetro y una válvula de aguja en las tuberías que van de los cilindros de gas al conjunto de nebulizador y quemador.

Los flujos normales varían entre 1 a 4 litros por minuto. El conocimiento de los flujos individuales de combustible y el oxidante permite al operador seleccionar varias mezclas que van desde llamas pobres hasta llamas ricas en combustible.

3.4.2 Sistema Nebulizador-Quemador

El componente más importante en cualquier espectrómetro de absorción de llama o absorción atómica es el sistema del nebulizador y el quemador. Este sistema transforma a la sustancia de la solución en vapor atómico. No debe existir efecto de memoria; es decir, el contenido de una muestra no debe afectar el resultado de otra muestra. Los otros requisitos del sistema son: facilidad de limpieza, resistencia a la corrosión y facilidad de ajuste.

Debido a que la región óptima de la llama que se vaya a usar varía para diferentes elementos, es esencial que la altura del quemador sea ajustable para asegurar la máxima señal de absorción.

El quemador es un quemador de flujo laminar o de premezclado. El aerosol se produce dentro de una cámara de mezclado donde se separan las gotas gruesas de las finas. Las gotas finas son prácticamente una neblina, se mezclan con los gases de la llama y después se vaporizan. (Ver figura 1)

La cabeza del quemador consiste en una ranura donde arde la llama para absorción atómica. Las cabezas de los quemadores son alargadas para obtener la máxima cantidad de gases de la llama en la trayectoria de la luz. Este tipo de quemador es apropiado para llamas con velocidades de quemado bajas, tales como aire – propano, aire – acetileno, óxido nítrico – acetileno.

El quemador es por lo regular una ranura de 10 cm, sencilla o triple, de 0.38 a 0.6 mm de ancho en una cabeza fabricada de aluminio o de acero inoxidable; la ranura se acorta a 5 cm cuando se emplea una llama de óxido nítrico – acetileno.

Para prevenir la reversión hacia el quemador y una explosión en la cámara de mezclado, la velocidad de corriente de la mezcla de combustible y oxidante a través del quemador debe ser por lo menos igual a la velocidad de quemado; sin embargo, para asegurarse de contar con un margen de seguridad y conseguir una llama razonablemente firme, la velocidad de corriente de los gases debe ser varias veces mayor que la velocidad de quemado. (RUBINSON.2001)

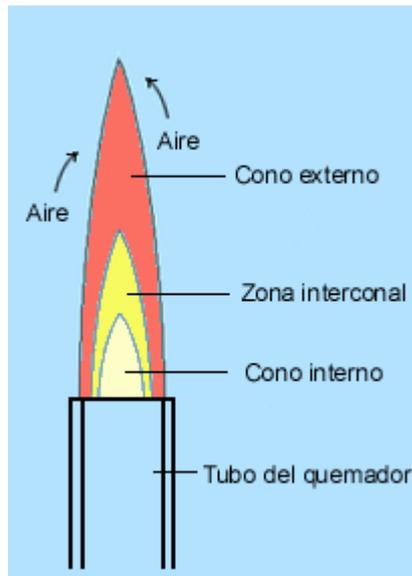


Figura 4 Estructura de la llama. Recuperado de <https://www.google.com.pe/search>

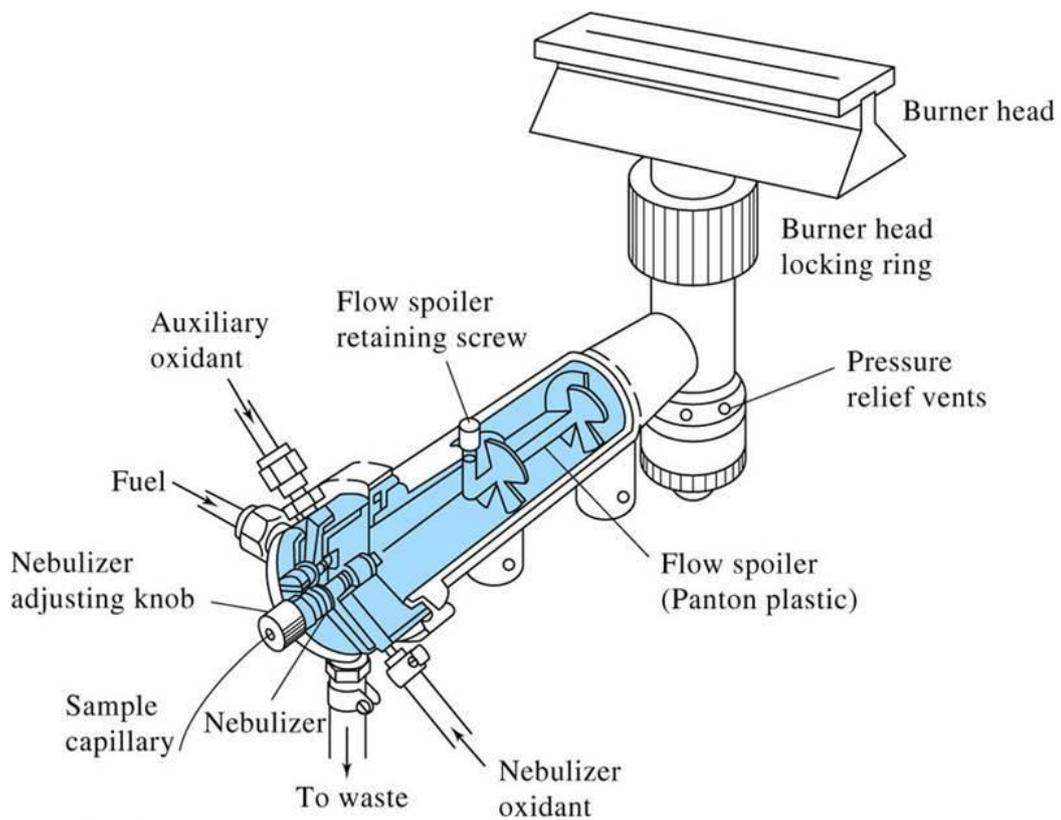


Figura 5 Quemador de Ranura o Flujo laminar con cámara de nebulización. Recuperado de <https://www.google.com.pe/search>

3.4.3 Fuentes de luz para Absorción Atómica

Para la absorción atómica, las líneas espectrales de resonancia deben ser angostas comparadas con el ancho de la línea de absorción que se vaya a medir.

La luz de un elemento específico no debe sufrir interferencia de otras líneas espectrales no resueltas por el espectrómetro, tales como las líneas que se originan de elementos de impurezas, materiales de los electrodos o de gases portadores. Todas las fuentes de luz deben tener un calentamiento previo, para que su señal de salida sea constante, de aproximadamente de 15 a 30 minutos.

La lámpara de descarga de cátodo hueco consiste de un ánodo y un cátodo cilíndrico dentro de una cámara llena de gas. Cada lámpara está fabricada con el elemento al cual se le va a realizar el análisis puesto que este elemento emite la longitud de onda necesaria para excitar los electrones del mismo elemento y así cuantificarlo. En la figura 6 se muestra el diagrama esquemático de una lámpara de cátodo hueco.

3.4.4 Sistema Óptico

La función del sistema óptico consiste en seleccionar una cierta línea en el espectro de emisión y aislarla de las demás líneas. Es posible lograr un mejor aislamiento de la energía espectral con un prisma o un monocromador de rejilla, el cual también produce una selección continua de longitudes de onda y una oportunidad para medir la radiación de fondo adyacente a una línea analítica. La anchura de la rendija espectral del monocromador está determinada por el ancho de la línea de emisión de la fuente. El monocromador se usa solo para aislar la línea deseada de otras líneas de emisión y para reducir notablemente el flujo total de luz que llega al detector. Cuando es factible, las rendijas se pueden ensanchar para permitir la entrada de más luz, esto se traduce en una mejora en la precisión y en el límite de detección.

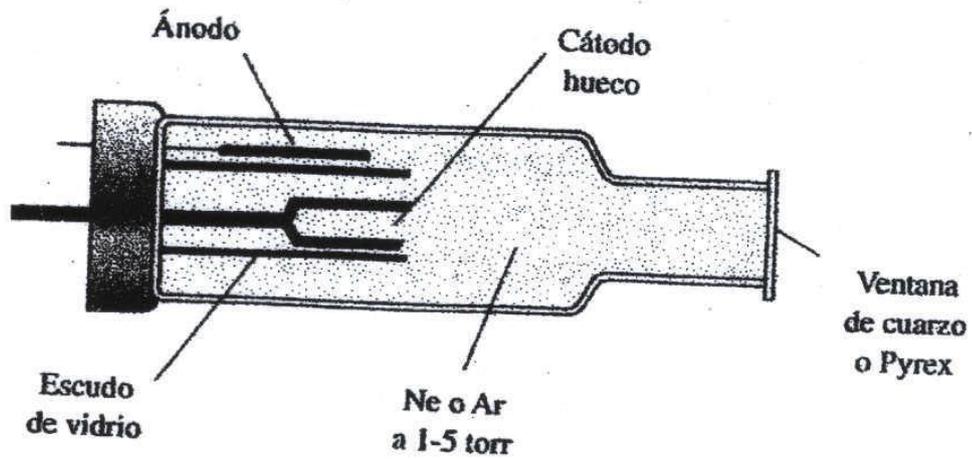


Figura 6 Diagrama esquemático de una lámpara de cátodo hueco. Recuperado de "Análisis de minerales por absorción atómica" p19 por TECSUP 2015.

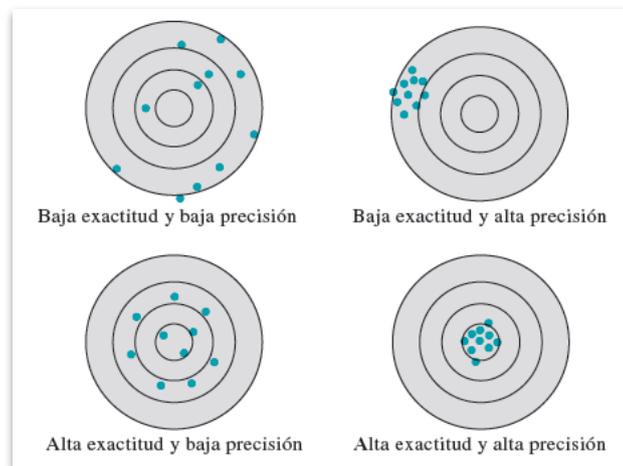


Figura 7 Representación gráfica de la precisión y exactitud. Recuperado de "Fundamentos de Química Analítica" p33 por Douglas, Skoog, Holler y Stanley .2015

3.4.5 Sistema de Fotodetector, Amplificador y de Lectura

El detector ideal debe tener una elevada sensibilidad, una elevada relación señal/ruido y una respuesta constante en un intervalo considerable de longitudes de onda. Además, debe tener un tiempo de respuesta rápido y una señal de salida igual a cero en ausencia de iluminación. Por último, la señal eléctrica producida por el transductor debería ser directamente proporcional a la potencia radiante P .

Todos los detectores de fotones (también denominados detectores fotoeléctricos) tienen una superficie activa que es capaz de absorber radiación.

Para una alta sensibilidad y precisión, es esencial contar con un fototubo multiplicador y su correspondiente suministro de energía. Se requieren fuentes de energía estables. Las fluctuaciones de corta duración se pueden manejar algunas veces con un sistema integrador en el cual la señal de salida del detector se alimenta ya sea a un condensador por un tiempo fijo (unos 30 segundos), midiéndose la señal resultante, o a un registrador durante 1 a 2 minutos, promediando los trazos. Los instrumentos de lectura pueden ser análogos o digitales.

3.5 Interferencias en Espectrometría de Absorción Atómica.

En los métodos de absorción atómica se presentan tres tipos de interferencias.

Las interferencias Espectrales se producen cuando la absorción o emisión de una especie interferente se solapa o aparece muy próxima a la absorción o emisión del analito, de modo que su resolución por el monocromador resulta imposible. Las interferencias químicas se producen como consecuencia de diversos procesos químicos que ocurren durante la atomización y que alteran las características de absorción del analito.

3.5.1 Interferencias Espectrales.

Se presentan cuando las partículas procedentes de la atomización dispersan la radiación incidente de la fuente, o cuando la absorción o emisión de una especie interferente se solapa o está cerca de la longitud de onda del analito que no puede separarlas el monocromador, en este caso se dice que existe una absorción a fondo, para compensar este problema se debe medir la absorción de fondo y restarla de la absorción total medida para determinar la señal de la absorción atómica.

Las interferencias espectrales también se producen debido a la presencia de productos de combustión, que poseen bandas de absorción anchas, o de productos en forma de partículas que dispersan la radiación. Ambos disminuyen la potencia del haz transmitido y dan lugar a errores analíticos positivos. Cuando la procedencia de estos productos es la mezcla de combustible y oxidante, se puede realizar fácilmente la corrección midiendo la absorbancia de un blanco. Esta corrección es necesaria tanto en los instrumentos de haz sencillo como en los de doble haz, ya que estos últimos el haz de referencia no pasa a través de la llama.

Cuando la absorción o la dispersión se deben a la matriz de la muestra, entonces el problema es más complicado. En este caso, la potencia del haz transmitido, P_o , se reduce por la presencia de los componentes de la matriz, mientras que la potencia del haz incidente, P , no resulta afectada; por ello, se produce un error positivo en la absorbancia y por consiguiente en la concentración.

Afortunadamente, en la atomización por llama las interferencias espectrales que provienen de los componentes de la matriz no siempre se producen, y con frecuencia se pueden evitar modificando los parámetros analíticos, como la temperatura y la relación combustible/oxidante.

3.5.2 Interferencias Químicas.

Es la interferencia más frecuente en absorción atómica se dan como resultado de diversos procesos químicos que ocurren durante la atomización y que alteran las características de absorción del analito.

Estas se pueden clasificar en:

- Formación de compuestos volátiles
- Equilibrios de disociación
- Ionización en llamas

Formación de compuestos volátiles

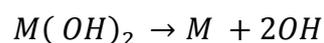
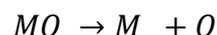
Es el tipo más común de interferencia, ocurre cuando los aniones forman compuestos poco volátiles con el analito y, por lo tanto, reducen su velocidad de atomización, lo que origina resultados menores de los esperados.

Una de las maneras de corregir este tipo de interferencias es aumentando la temperatura o empleando los llamados “agentes liberadores”, que son cationes que reaccionan preferentemente con la interferencia e impiden su interacción con el analito. Por ejemplo la adición de un exceso de iones lantano reduce a un mínimo la interferencia del fosfato en la determinación de calcio.

Los llamados “agentes protectores” impiden las interferencias formando con el analito especies estables volátiles, por ejemplo el EDTA, la 8-Hidroxiquinoleína y el APDC (la sal de amonio del ácido 1-pirrolidinacarboditióico).

Equilibrio de disociación

En el medio gaseoso y caliente de una llama se producen diversas reacciones de disociación y asociación que provocan la conversión de los constituyentes metálicos a su forma elemental. Es probable que se formulen las siguientes reacciones

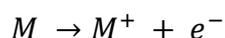


Donde M representa a los átomos del analito

Ionización de llamas

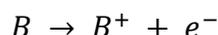
En las mezclas de combustión que contienen aire como oxidante, la ionización de los átomos y moléculas es pequeña, y por lo general puede despreciarse.

Pero en las llamas en las que el oxidante es el oxígeno o el óxido nitroso de, temperaturas más elevadas, la ionización es más importante, y hay una concentración notable de electrones libres como consecuencia del equilibrio:



Donde M representa un átomo o molécula neutra y M^+ a su ion. Se considera fundamentalmente los equilibrios en los M es un átomo metálico.

Es importante considerar que el tratamiento del proceso de ionización como un equilibrio (con electrones libres como uno de los productos) implica necesariamente que el grado de ionización de un metal este fuertemente influido por la presencia en la llama de otros metales ionizables. Así, si en el medio está presente no sólo la especie M, sino también la especie B, y si B se ioniza según la ecuación.



El grado de ionización de M se reducirá por el efecto de la adición de masas de los electrones formados a partir de B.

3.5.3 Interferencias físicas

Se llaman interferencias químicas a los efectos causados por las propiedades físicas de la muestra en disolución, las cuales pueden alterar algunos de los procesos típicos ocasionados en la llama.

Entre los factores que ocasionan interferencias físicas se podrían citar:

- Aspiración de la muestra
- Nebulización
- Transporte de la solución a la llama
- Evaporación del disolvente

- Temperatura de la disolución(Tecsup, 2015)

3.6 Parámetros estadísticos

3.6.1 Selectividad. La capacidad de un método para determinar el analito sin interferencias de impurezas, productos de degradación, excipientes u otras sustancias presentes en la muestra, se relaciona con el término de selectividad. La selectividad es la capacidad de un método analítico para medir y/o identificar simultánea o separadamente los analitos de interés de forma inequívoca, en presencia de otras sustancias químicas que pueden estar presentes en la muestra.

3.6.2 Linealidad. Es la capacidad del método para proporcionar resultados que son directamente (o por medio de transformaciones matemáticas) proporcionales a la concentración del analito en la muestra dentro de un rango establecido. Siempre que sea posible se busca una respuesta de tipo lineal que facilitara su trazado, interpolación e interpretación.

La linealidad. En un procedimiento analítico es su capacidad para obtener resultados de prueba que sean proporcionales ya sea directamente, o por medio de una transformación matemática bien definida, a la concentración del analito en muestras en un intervalo dado. La linealidad se refiere a la relación entre la concentración y la medida de valoración. El objetivo es obtener un modelo que describa con precisión la relación de la concentración versus respuesta, ya sea lineal o no.

3.6.3 Rango. El rango se define como el intervalo entre la concentración superior e inferior de analito para el cual se ha demostrado la correcta precisión, exactitud y linealidad del método descrito.

3.6.4 Precisión. La precisión describe cuán reproducibles son las mediciones de un análisis; en otras palabras, describe cuánto se repite el resultado de dos o más mediciones cuando dichas mediciones han sido llevadas a cabo exactamente de la misma manera. Por lo general, para calcular de manera sencilla la precisión de una medición se debe repetir dicha medición un conjunto de muestras réplica.(SKOOG,2014)

La procedencia de las muestras destinadas al estudio de precisión puede ser de muestras reales o preparadas en el laboratorio. El objeto del estudio de la predicción es conocer la variabilidad o el mas-menos del método de ensayo. Esta variabilidad es debida a errores aleatorios inherentes a todo método de ensayo. Como consecuencia de la existencia de estos errores, los análisis efectuados sobre muestras idénticas, en las mismas circunstancias, no conducen generalmente a resultados idénticos. Los factores susceptibles a influir sobre los resultados de un ensayo no pueden ser siempre controlados (analista, equipo instrumental, reactivos, tiempo, entre otros.) de aquí la importancia del estudio de la precisión.

Existen tres términos ampliamente utilizados para describir la precisión de los datos en un conjunto de réplicas: la desviación estándar, la varianza y el coeficiente de varianza, las cuales son una medida de cuánto se aleja un resultado individual x_i de la media, lo que se llama desviación de la media d_i .

$$d_i = ||x_i - \bar{x}||$$

3.6.5 Repetibilidad. Estudia la variabilidad del método efectuando una serie de análisis sobre la misma muestra en las mismas condiciones operativas (por un mismo analista, con los mismos aparatos y reactivos, entre otros), en un mismo laboratorio y en un periodo de tiempo corto.

La repetibilidad se expresa matemáticamente por el coeficiente de variación (desviación estándar relativa) de una serie de medidas. Uno de los factores que pueden influir en la repetibilidad del método de análisis es la concentración del analito, ya que la desviación estándar de las respuestas obtenidas aumenta al disminuir la concentración del analito. Por otro lado el valor aceptado del coeficiente de variación depende del intervalo de aceptación especificado en el método de análisis. El número de réplicas se deduce a partir del coeficiente de variación de repetibilidad del método.

3.6.6 Reproducibilidad. Evalúa la concordancia entre resultados independientes obtenidos mediante la variación del método de análisis, del instrumento, del laboratorio o incluso del experimentador.

3.6.7 Exactitud. La exactitud indica la cercanía que existe entre un valor medido y el valor real o aceptado; para expresar la exactitud, empleamos el error. Note cómo la exactitud mide la concordancia que existe entre el resultado de una medición y su valor aceptado. La precisión, por otro lado, describe la concordancia que existe entre los resultados de varias mediciones hechas de la misma manera.

Se puede determinar la precisión simplemente haciendo mediciones de las muestras réplica. La exactitud puede resultar más difícil de determinar dado que, generalmente, el valor esperado es desconocido. En lugar del valor esperado, se sugiere emplear un valor aceptado. La exactitud se mide ya sea en términos del error absoluto o del error relativo. En la figura 7 se muestra la representación gráfica de la precisión y exactitud.

Error absoluto

El error absoluto E en la medición de una magnitud x está dado por la ecuación

$$E = x_i - x_t$$

Donde x_t es el valor real o el valor aceptado para dicha magnitud.

El error absoluto de una medición está dado por la diferencia entre el valor medido y el valor real. El signo del error absoluto indica si el valor medido está por encima o por debajo del valor real. Si el signo es negativo, significa que el valor medido está por debajo del valor real. Si el resultado es positivo, significa que el valor medido por encima del valor real.

Error relativo

Generalmente, el error relativo es una cantidad mucho más útil que el error absoluto. El error relativo se expresa en porcentaje y se calcula con la siguiente ecuación

$$E_r = \frac{x_i - x_t}{x_t} * 100\%$$

El error relativo de una medición es igual al error absoluto dividido entre el valor real. El error relativo puede ser expresado en porcentaje, en partes por mil o partes por millón, dependiendo de la magnitud del resultado.

3.6.8 Límite de cuantificación. Dado un método analítico determinado, se entiende por límite de cuantificación (LQ) de dicho método, la mínima cantidad de analito presente en la muestra que se puede cuantificar, bajo las condiciones experimentales descritas, con una adecuada predicción y exactitud. El límite de cuantificación es una característica de las valoraciones cuantitativas de compuestos que se encuentran en baja concentración en la matriz de una muestra.

3.6.9 Límite de detección. El límite de detección (LD) se define como la mínima cantidad de analito en la muestra que se puede detectar aunque no necesariamente cuantificar bajo dichas condiciones experimentales. El límite de detección es una característica de las pruebas de límite. La cantidad mínima de la muestra que puede detectarse, aunque no necesariamente cuantificarse, en las condiciones experimentales indicadas. Las pruebas de límite simplemente comprueban que la cantidad del analito se encuentra por encima o por debajo de un nivel determinado. El límite de detección se expresa habitualmente en forma de concentración de analito (por ejemplo, porcentaje, partes por millón, entre otras).

3.6.10 Robustez. La robustez de un método analítico como la medida de su capacidad para permanecer inalterado ante pequeñas pero deliberadas variaciones en ciertos parámetros, proporcionando idea de su fiabilidad o estabilidad durante su empleo. Es por lo tanto la capacidad que demuestra el procedimiento de análisis para proporcionar resultados válidos en presencia en presencia de pequeños cambios respecto de las condiciones descritas en el método, susceptibles de producirse durante su utilización.

La robustez de un procedimiento analítico es una medida de su capacidad para no resultar afectando por variaciones pequeñas pero deliberadas en los parámetros enumerados en la documentación del procedimiento, y a la vez,

da una idea de su aptitud durante su uso normal. La robustez puede determinarse durante la etapa de desarrollo del procedimiento analítico.

3.6.11 Desviación estándar. Estadístico básico indicativo de la dispersión y variabilidad de los resultados.

$$s = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Siendo:

S=Desviación estándar

x=puntaje bruto

\bar{x} = medida de la distribución

n=tamaño de la muestra

Esta fórmula se aplica para $n < 30$

3.7 Características particulares de los diferentes elementos

Condiciones generales de trabajo

✓ Plata (Ag)

Parámetros instrumentales:

Longitud de onda: 328.1 nm

Resolución (slit). 1nm

Mechero: aire –acetileno

Tipo de llama: oxidante, azul, limpia

Rango lineal de concentración:

En solución acuosa, en condiciones normales de operación: 4 ppm

Sensibilidad:

1% de absorción= 0.0044 unidades de absorbancia.

Alta intensidad de corriente: 15mA.

Un standard de 0.7ppm producirá una lectura en absorbancia de 0.05

Baja intensidad de corriente: 5mA

Un standard de 0.7ppm producirá una lectura en absorbancia de 0.1

Interferencias

No se ha observado efecto sobre la sensibilidad de la Ag por la presencia de borato, bromuro, cloruro, perclorato, carbonato, dicromato, ferricianuro, ferricianuro ioduro, molibdato, nitrilo, nitrato, fosfato, tiocianato, sulfato, persulfato, tiosulfato, vanadato, acetato, formiato, oxalato, tartrato, ftalato o citrato. El iodato permanganato o wolframato, interfieren precipitando la plata. Soluciones al 6% de SO_4H_2 o PO_4H_3 disminuyen la sensibilidad y un 5% de ácido acético aumenta (XIMENEZ, 1980)

✓ **Zinc (Zn)**

Parámetros instrumentales:

Longitud de onda: 213.9 nm

Resolución (slit). 1nm

Mechero: aire –acetileno

Tipo de llama: oxidante, azul, limpia

Rango lineal de concentración:

En solución acuosa, en condiciones normales de operación: 1 ppm

Sensibilidad:

1% de absorción= 0.0044 unidades de absorbancia.

Alta intensidad de corriente: 9mA

Un standard de 0.25ppm producirá una lectura en absorbancia de 0.07

Baja intensidad de corriente: 3mA

Un standard de 0.25ppm producirá una lectura en absorbancia de 0.1

Interferencias

No se ha observado interferencias químicas en la llama aire-acetileno. Las especies no atómicas que se forman en la llama de aire-acetileno absorben fuertemente a 213.9 nm, es conveniente usar el corrector de deuterio.

El silicio da lugar a una ligera depresión en la absorción del Zinc. (XIMENEZ, 1980)

Tabla 1
Alta intensidad de corriente para plata

Nm	Slit	Sensibilidad
328	4	0.6
338.2	4	0.17

Nota. Recuperado de "Espectroscopia de absorción atómica" p 240 por Ximénez, L. 1980.

Tabla 2
Baja intensidad de corriente para plata

Nm	Slit	Sensibilidad
328.1	1	0.03
338.3	0.5	0.06

Nota. Recuperado de "Espectroscopia de absorción atómica" p 240 por Ximénez, L. 1980.

Tabla 3
Alta intensidad de corriente para zinc

Nm	Slit	Sensibilidad
213.9	4	0.015
307.6	4	127.5

Nota. Recuperado de "Espectroscopia de absorción atómica" p 270 por Ximénez, L. 1980.

Tabla 4
Baja intensidad de corriente

Nm	Slit	Sensibilidad
213.9	1	0.008
307.6	0.5	68

Nota. Recuperado de "Espectroscopia de absorción atómica" p 270 por Ximénez, L. 1980.

3.8 Minerales sulfurados

Los sulfuros son muy importantes ya que comprenden la mayoría de las menas minerales. La mayoría de estos minerales son reconocibles porque su brillo es metálico, son opacos, tienen colores distintivos y raya de colores característicos. Los no opacos, como el cinabrio, el rejalgar y el oropimente, poseen índices de refracción elevados y transmiten luz sólo en los bordes delgados.

Muchos de los sulfuros tienen enlaces iónicos y covalentes pero otros, que poseen la mayoría de propiedades de los metales, tienen parcialmente enlaces metálicos. Algunos ejemplos son los siguientes: calcocita, galena, acantita, esfalerita, cinabrio, pirrotita bornita, calcopirita, pirita, marcasita, arsenopirita, rejalgar, oropimente, estibinita, calcosina, covelina, cobaltita, molibdenita, etc.

3.8.1 Esfalerita

La esfalerita es un mineral compuesto por sulfuro de zinc (ZnS) que anteriormente era conocida como blenda de cinc o blenda acaramelada. Es un mineral semiduro y pesado, perfectamente exfoliable y de fractura irregular a concoidea. Su color es variable según la especie, esto es, desde tonalidades amarillo-verdosas hasta pardo-rojizas pero con un denominador común, su ennegrecimiento en función de la proporción de hierro (sobretudo), manganeso o cadmio que contenga.

El Zn está casi siempre sustituido de forma parcial por Fe, dependiendo la cantidad o porcentaje de éste, de la temperatura en el momento de cristalización, amén de la cantidad de Fe disponible en el entorno. Cuanta más temperatura, más Fe; por tanto, la esfalerita puede ser utilizada como "termómetro geológico".

3.8.2 Galena

La galena se encuentra de forma cristalina o maciza. Se halla tanto en rocas metamórficas como en depósitos volcánicos de sulfuros, a menudo acompañado por minerales de cobre. Fórmula química: PbS

Uno de los yacimientos más importantes de la historia del mineral es en la Ciudad de Linares (Jaén). Actualmente se encuentran cerradas. La mayoría

de pozos e instalaciones están situados en la parte norte de la ciudad. En la actualidad, podemos llegar hasta buena parte de estas ruinas siguiendo una extensa red de senderos de pequeño recorrido debidamente señalizados.

3.8.3 Pirita

La Pirita posee la propiedad de generar chispas si es golpeada con algún objeto metálico, su nombre viene dado por esta condición y la raíz griega “pyr” que significa fuego, con el intercambio comercial del mineral en diferentes culturas y los cambios fonéticos derivó en la palabra que hoy denomina al mineral como Pirita

La Pirita se presenta en gran cantidad en ambientes muy variados siendo el mineral más frecuente de los sulfuros. Encontramos la Pirita en yacimientos con presencia de rocas sedimentarias, volcánicas y metamórficas, como mineral accesorio en rocas ígneas, en filones hidrotermales de contacto, en depósitos de metamorfismo de contacto, en pizarras con hábito cúbico muy bien formado y también podemos encontrar fósiles con recubrimientos de pirita como los amonites piritizados (SANCHO, 1989).

Mina Tajo Norte (El Brocal)

La mina Tajo Norte, es una operación a tajo abierto que explota minerales de contenido polimetálico, conformado principalmente por sulfuros de plata, plomo, zinc y cobre; constituido principalmente por galena, esfalerita y en menor proporción por galena argentífera, y enargita; y la ganga está constituida por pirita, baritina, hematina y siderita. La mineralización se presenta en capas paralelas a la estratificación, alternando con horizontes de calizas, margas y tufos que forman un sinclinal (Flanco Principal) y un anticlinal (Flanco Mercedes Chocayoc).

Ubicada en el distrito de Colquijirca, provincia de Pasco, región Pasco. La mina forma parte de la Unidad de Producción Colquijirca, de Sociedad Minera El Brocal, empresa subsidiaria de Buenaventura.

Tabla 5
Temperaturas de llamas

OXIDANTE- COMBUSTIBLE	°C
Aire- metano	1875
Aire- gas natural	1700-1900
Aire- hidrógeno	2000-2050
Aire- acetileno	2125-2400
Óxido nitroso- acetileno	2600-2800

Nota. Recuperado de “Análisis de minerales por absorción atómica” p10 por TECSUP.2015

Tabla 6
Propiedades físicas de la esfalerita

Color	Varía entre amarillento y gris
Raya	Blanca a amarillo impuro
Lustre	Resinoso o adamantino, submetálico en variedades ricas en hierro
Sistema cristalino	Cúbico
Dureza	3,5-3 (Mohs)
Peso específico	3,9 a 4,2
Densidad	3,9-4,1 g/cm ³

Nota. Recuperado de <https://es.wikipedia.org/wiki/Blenda>



Figura 8 Esfalerita. Recuperado de <https://www.google.com.pe/search=esfalerita>



Figura 9 Galena. Recuperado de <https://www.google.com.pe/search=GALENA>

Tabla 7
Propiedades físicas de la Galena

Color	Gris plomo, algo menos claro si contiene plata.
Raya	Gris plomo
Lustre	Metálico en fracturas recientes. Mate en superficies antiguas.
Sistema cristalino	Cúbico
Hábito cristalino	Masivo, fibroso y granular.
Exfoliación	Cúbica perfecta
Fractura	Subconcoidea
Dureza	2,5-3 Mohs
Peso específico	7,58 g/cm ³
Densidad	7,6 g/cm ³

Nota. Recuperado de <https://es.wikipedia.org/wiki/Galena>

Tabla 8
Características y propiedades de la pirita

Clase Mineral de la Pirita	Grupo II Sulfuros
Color de la Pirita	Amarillo latón, Amarillo gris
Raya de la Pirita	Negro verdoso
Dureza de la Pirita	6 – 6,5 Mohs
Densidad de la Pirita	4,9 – 5,2
Exfoliación de la Pirita	Imperfecta
Fractura de la Pirita	Concoidea, desigual, frágil
Cristalización de la Pirita	Cubico
Habito Cristalino de la Pirita	Los más comunes son el cubo dodecaedro regular y pentagonal
Composición Química de la Pirita	Fe S ₂
Transparencia de la Pirita	Opaco
Brillo de la Pirita	Metálico
Índice de refracción de la Pirita	No medible
Birrefringencia de la Pirita	Ninguna
Dispersión de la Pirita	Ninguna
Pleocroísmo de la Pirita	Ausente
Fluorescencia de la Pirita	Ninguna

Nota. Recuperado de <http://www.minadepiedras.com/es/biblioteca-de-minerales/44-pirita.html>

IV.MATERIALES Y METODOS

4.1 Materiales

- Fiola de 100ml- marca Alquimia
- Fiola de 25ml- marca Alquimia
- Fiola de 1litro- marca Alquimia
- Fiola de 200ml- marca Alquimia
- Fiola de 250ml- marca Alquimia
- Pipeta de 5ml- marca Isolab
- Pipeta de 1ml- marca Isolab
- Pipeta de 2ml- marca Isolab
- Bombilla de succión
- Vasos precipitados de 150ml- marca Pyrex
- Vasos precipitados de 250ml- marca Pyrex
- Lunas de reloj
- Espátula
- Pinza para vasos
- Pizeta

4.2 Equipos

- Balanza analítica, resolución 0.1mg- marca Precisa Cociba
- Espectrofotómetro de absorción atómica- marca Varian
- Plancha de digestión de muestras
- Campana de extracción
- Computadora de escritorio- marca Lenovo
- Lámpara de cátodo hueco de Zinc- marca Varian
- Lámpara de cátodo hueco de Plata- marca Varian
- Quemador de 5cm marca Varian
- Quemador de 10cm marca Varian
- Dispensadores de ácidos.
- Compresora
- Termohidrometro.

4.3 Reactivos

- Agua purificada
- Ácido Nítrico (65% - 70%)- marca Merck
- Ácido Clorhídrico (35% - 38%)- marca Merck
- Ácido Perclórico (69% - 70%)- marca Merck
- Ácido Sulfúrico (65% - 70%)- marca Merck
- Estándar de 1000ppm de Zn -marca Merck
- Estándar de 1000ppm de Ag- marca Merck
- Estándar de 5ppm de Cu- marca Merck
- 1 Balón de acetileno

4.4 Metodología

4.4.1 Toma de la muestra

Se procede con la toma de nueve muestras de la mina Tajo Norte de minerales sulfurados. Tres de cada mineral: pirita, galena y esfalerita.

4.4.2 Preparación de las muestras

- Si la muestra de minerales sulfurados (pirita, galena y esfalerita) llega húmeda esta será secada en una estufa a 110°C por 10min.
- Una vez seca la muestra se extiende sobre una manta de jebe y triturar la muestra con ayuda de un rodillo y poder observar la presencia de otros minerales que podrían dar un resultado diferente.
- Una vez limpia la muestra se procede a reducir la totalidad de la muestra hasta deshacer todos los brumos con la ayuda de un mortero de ágata y obtener partículas muy finas sucesivamente se homogeniza dentro de una bolsa plástica.
- La muestra triturada y homogenizada constituye el stock de muestra a analizar.

4.4.3 Tratamiento de las muestras para determinar plata

- Pesar aproximadamente 0.5 gramos de muestra por duplicado de cada mineral: pirita, esfalerita y galena, incluir un blanco y patrón. Transferir a un vaso de precipitado de 150ml.
- Adicionar 10ml de ácido nítrico, 5ml de ácido clorhídrico, 2ml de ácido perclórico y cubrir con luna de reloj. Digestar en plancha a 200°C hasta pastosa. Retirar y enfriar.
- Trasvasar a una fiola de 25ml retomar al 25%HCl, aforar con agua purificada y homogenizar.
- El elemento será cuantificado en el espectrofotómetro de absorción atómica con corrección back ground.

4.4.4 Tratamiento de las muestras para determinar Zinc

- Pesar aproximadamente 0.5 gramos de muestra por duplicado, de cada mineral: pirita, esfalerita y galena, incluir un blanco y patrón.
- Transferir a un vaso de precipitado de 250ml.
- Adicionar 10ml de ácido nítrico, 10ml de ácido clorhídrico, 5ml de ácido sulfúrico y cubrir con luna de reloj. Digestar en plancha a 230°C hasta pastosa. Retirar y enfriar.
- Trasvasar a una fiola de 100ml retomar al 10%HCl, aforar con agua purificada y homogenizar.
- El elemento será cuantificado en el espectrofotómetro de absorción atómica sin corrección back ground.

4.4.5 Preparación de estándares de calibración

La preparación de estándares de calibración resulta ser un parámetro muy importante para la obtención de resultados confiables y fidedignos, ya que cuando las absorbancias de los estándares de calibración se grafican contra

sus concentraciones respectivas, se obtiene una curva de calibración que permite determinar las concentraciones de las muestras problema.

En la curva de los estándares de calibración se presenta como una línea recta, lo que nos indica un comportamiento lineal y que cumple con la ley de Beer.

Las preparaciones se realizarán en base a la siguiente ecuación:

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

Se realizarán dos corridas con diferentes puntos de calibración para cada analito Zinc y Plata incluido un patrón con valores ya conocidos que nos ayudara a ver si los resultados son precisos y exactos. Así poder concluir con cuál de los puntos de calibración son los adecuados y poder optimizar el proceso de absorción atómica para minerales sulfurados.

1. Preparación de medios para plata y zinc

- En una fiola de 1litro agregar 250ml de ácido clorhídrico concentrado (35% - 38%) y aforar con agua purificada. Esto equivale a un medio de 25%HCl para determinación de plata.
- En una fiola de 1litro agregar 100ml de ácido clorhídrico concentrado (35% - 38%) y aforar con agua purificada. Esto equivale a un medio de 10%HCl para determinación de zinc.

2. Preparación de estándares de plata para primera corrida

Para la preparación de estándares de calibración se toma en cuenta el procedimiento de lectura de plata y zinc en minerales concentrados-empresa SGS.

- Se toma una alícuota de 5ml del estándar de 1000mg/L de plata, se agrega en una fiola de 50ml y se afora con agua purificada equivalente a 100 mg/L.
- Se toma una alícuota de 1ml del estándar 100 mg/L, se agrega en una fiola de 200ml y se afora con medio de 25%HCl equivalente a 0.5 mg/L.

- Se toma una alícuota de 2ml del estándar 100 mg/L, se agrega en una fiola de 200ml y se afora con medio de 25%HCl equivalente a 1mg/L.
- Se toma una alícuota de 2ml del estándar 100 mg/L, se agrega en una fiola de 100ml y se afora con medio de 25%HCl equivalente a 2mg/L.
- En la tabla 5 se muestran los puntos de calibración para plata primera corrida.

3. Preparación de estándares de zinc para primera corrida

- Se toma una alícuota de 5ml del estándar de 1000mg/L de zinc, se agrega en una fiola de 50ml y se afora con agua purificada equivalente a 100 mg/L.
- Se toma una alícuota de 5ml del estándar 100 mg/L, se agrega en una fiola de 200ml y se afora con medio de 10%HCl equivalente a 2.5 mg/L.
- Se toma una alícuota de 5ml del estándar 100 mg/L, se agrega en una fiola de 100ml y se afora con medio de 10%HCl equivalente a 5mg/L.
- Se toma una alícuota de 10ml del estándar 100 mg/L, se agrega en una fiola de 100ml y se afora con medio de 10%HCl equivalente a 10mg/L.

En la tabla 6 se muestran los puntos de calibración para zinc primera corrida.

4.4.6 Selección de condiciones de operación del equipo para el análisis de metales

Para el análisis de muestras se seleccionan las condiciones de operación, y se procede a optimizar el equipo y obtener las curvas de calibración, las condiciones para zinc y plata (estas condiciones se toman de referencia del manual del VARIAN, del libro Espectroscopia de absorción atómica y procedimiento de la empresa SGS en el anexo 1, 2 y 3 y las condiciones de operación se muestran en las tablas 7 y 8.

Tabla 9**Puntos de calibración para plata primera corrida**

Estándar de calibración	Concentración(mg/L)
1	0.5
2	1
3	2

Nota. Elaboración propia

Tabla 10**Puntos de calibración para zinc primera corrida**

Estándar de calibración	Concentración(mg/L)
1	2.5
2	5
3	10

Nota. Elaboración propia

Tabla 11**Condiciones de operación para plata primera corrida**

Longitud de onda	328.1nm
Flama	Aire/acetileno
Flujo de oxidante(aire)	13,5 L/min
Flujo de combustible(acetileno)	2 L/min
Fondo activado	Si
Tipo de lámpara	Cátodo hueco
Flow spoiler	No
Cabezal o mechero	10cm

Nota. Elaboración propia

Tabla 12**Condiciones de operación para zinc primera corrida**

Longitud de onda	213.9nm
Flama	Aire/acetileno
Flujo de oxidante(aire)	13,5 L/min
Flujo de combustible(acetileno)	2 L/min
Fondo activado	No
Tipo de lámpara	Cátodo hueco
Flow spoiler	Si
Cabezal o mechero	5cm

Nota. Elaboración propia

Con las condiciones mencionadas en la tabla 7 y 8 se procede hacer la lectura de concentración de las muestras de minerales sulfurados en el equipo de absorción atómica de la siguiente manera:

ENCENDIDO

- Presionar el botón verde del tablero en marcha del extractor.
- Encender la computadora anexada al espectrofómetro.
- Cuando aparezca en el escritorio de la computadora dar clic derecho al icono SpectrAA y de inmediato se ingresa al menú del software en donde aparece cuatro opciones: hoja de trabajo, informes, administración y salida. Dar click en hoja de trabajo en donde se visualiza una ventana con tres opciones: nueva, nueva desde y abrir.
- Nueva si va a crear una nueva hoja de trabajo, nueva desde si va a cargar una nueva hoja utilizando una plantilla ya existente y abrir para cargar una hoja ya existente.
- Dar click en nueva y llenar las condiciones de operación dependiendo que analito se va hacer lectura.
- Colocar la lámpara de cátodo hueco de plata y zinc. Y encender.
- Hacer click en el botón optimizar inmediatamente aparece una barra verde de la energía. Alinear la lámpara girando las perillas que se encuentran en el lado inferior de la lámpara hasta obtener el menor porcentaje de ganancia (barra verde de energía) y presionar el botón de ajuste de escala.
- Activar el botón de optimizar señal y luego presionar el botón de cero instrumental terminando así con la alineación.

➤ Ajustar la altura del quemador con la perilla vertical para esto se utiliza la tarjeta burner cleaning & aligent card por la cual el haz de luz pasa por la intersección de dos rectas que cortan diametramente una circunferencia.

➤ Encender la llama presionando el botón negro.

ANALISIS DE LAS MUESTRAS DE MINERALES SULFURADOS

➤ Colocar la lámpara del elemento analizar plata o zinc en el portalámparas del equipo.

➤ Luego se procede con la calibración con la solución de más alta concentración hacer llegar a una absorbancia de 0.320 – 0.400(para plata) y 0.380- 0.450(para zinc).

➤ Se enciende la llama y dar click en el icono calibración inmediatamente el equipo pide cero de calibración y las soluciones estándar de calibración.

➤ Entra cada lectura de solución estándar se absorbe una cantidad de agua con la finalidad de evitar contaminación por arrastre de la soluciones en la siguiente lectura.

➤ Luego de construir la curva se hace lectura del patrón interno, muestras y blancos.

➤ Aspirar las muestras y asegurar que el capilar se encuentre inmerso en la muestra a analizar, presionar el icono muestra y dar click.

➤ Si las lecturas salen mayor a los estándares de calibración se deben realizar diluciones 10x.

APAGADO

➤ Una vez concluido con el análisis en el equipo, dejar que aspire agua purificada luego presionar el botón rojo y la llama se apagará.

➤ Dar click en apagar lámpara y luego cerrar.

CALCULO PARA DETERMINACIÓN POR ABSORCIÓN ATÓMICA

Se van a calcular con la siguiente fórmula (referencia del instructivo de calidad de la empresa SGS):

$$Ag = Zn = \frac{V(L - L_{BK})}{W}$$

Donde:

V= volumen, ml

L= lectura del analito en solución, ppm

L_{BK} = lectura del blanco, ppm

W= peso de la muestra, gramos

4.4.7 Preparación de estándares de plata para segunda corrida

1. Se toma una alícuota de 5ml del estándar de 1000mg/L de plata, se agrega en una fiola de 50ml y se afora con agua purificada equivalente a 100 µg/L.
2. Se toma una alícuota de 2ml del estándar 100 mg/L, se agrega en una fiola de 200ml y se afora con medio de 25%HCl equivalente a 1 mg/L.
3. Se toma una alícuota de 2ml del estándar 100 mg/L, se agrega en una fiola de 100ml y se afora con medio de 25%HCl equivalente a 2mg/L.
4. Se toma una alícuota de 5ml del estándar 100 mg/L, se agrega en una fiola de 100ml y se afora con medio de 25%HCl equivalente a 5mg/L.

En la tabla 9 se muestran los puntos de calibración para plata segunda corrida.

Tabla 13
Puntos de calibración para plata segunda corrida

Estándar de calibración	Concentración(mg/L)
1	1
2	2
3	5

Nota. Elaboración propia

Tabla 14
Puntos de calibración para zinc segunda corrida

Estándar de calibración	Concentración(mg/L)
1	10
2	20
3	30

Nota. Elaboración propia

4.4.8 Preparación de estándares de zinc para segunda corrida

1. Se toma una alícuota de 5ml del estándar de 1000mg/L de zinc, se agrega en una fiola de 50ml y se afora con agua purificada equivalente a 100 mg/L.
2. Se toma una alícuota de 10ml del estándar 100 mg/L, se agrega en una fiola de 100ml y se afora con medio de 10%HCl equivalente a 10 mg/L.
3. Se toma una alícuota de 5ml del estándar 1000 mg/L, se agrega en una fiola de 250ml y se afora con medio de 10%HCl equivalente a 20mg/L.
4. Se toma una alícuota de 3ml del estándar 1000 mg/L, se agrega en una fiola de 100ml y se afora con medio de 10%HCl equivalente a 30mg/L.

En la tabla 10 se muestran los puntos de calibración para zinc segunda corrida.

Luego se sigue los mismos pasos anteriormente mencionados en la primera corrida.

V. RESULTADOS

5.1 Determinación de plata para minerales sulfurados

Son en total 9 muestras que se tomaron de minerales sulfurados, tres muestras de cada mineral: pirita, esfalerita y galena.

5.1.1 Para la primera corrida

Para esta primera corrida todas las muestras se aforan a un volumen de 25ml. El patrón que se pesa es un patrón que tiene como valor **52.8 ppm** ± 1 . Patrón interno de la empresa SGS tiene validado para lectura de plata al 25%HCL. Anexo 5

Se toman en cuenta algunos parámetros óptimos que el manual VARIAN donde nos indica que la longitud de onda adecuada es de **328,1 nm**

Se arma la curva con los siguientes puntos de calibración con la máxima absorbancia que el mayor punto de la curva alcanza en este caso alcanzo una absorbancia de 0.3292UA (tabla 11).

Según los detalles de la metodología anteriormente descrita obtenemos los siguientes resultados.

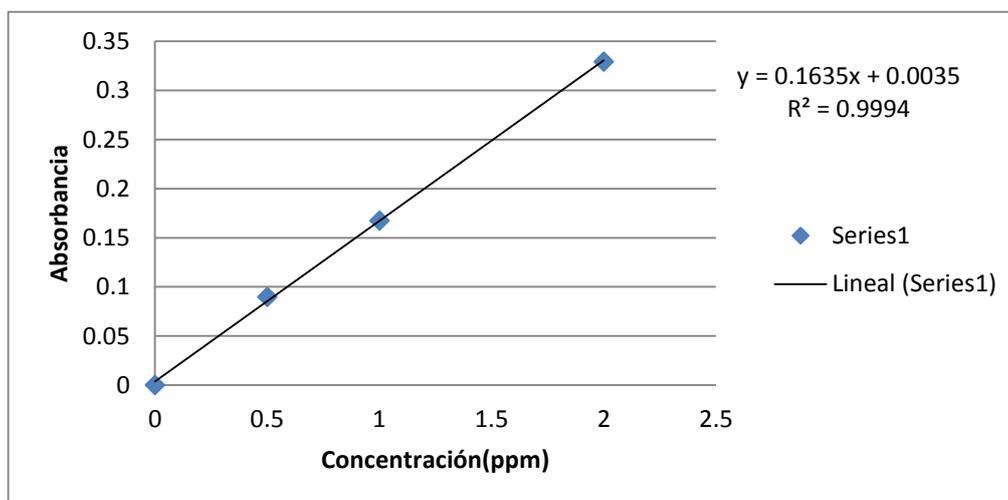


Gráfico 1 Curva de calibración para plata- 1C. Elaboración propia

Tabla 15
Puntos de la curva de calibración para lectura de plata – 1C

Primera corrida	
Concentración(ppm)	Absorbancia(UA)
0	0
0.5	0.0896
1	0.1675
2	0.3292

Nota. Elaboración propia

Cálculo de los resultados finales de las muestras de mineral pirita:

$$Ag = \frac{V(L - L_{BK})}{W}$$

Donde:

V= volumen, ml

L= lectura del analito en solución, ppm

L_{BK} = lectura del banco, ppm

W= peso de la muestra, gramos

Tabla 16
Resultados finales por plata de mineral pirita-1C

Muestra	Peso(g)	Volumen(ml)	Lectura(ppm)	Conc. Final(ppm)
1.1	0.5004	25	0.2012	10.0320
1.2	0.5002	25	0.2014	10.0460
2.1	0.501	25	0.218	10.8583
2.2	0.5	25	0.2156	10.7600
3.1	0.5003	25	0.213	10.6236
3.2	0.5005	25	0.208	10.3696
patrón	0.5	25	1.054	52.6800
blanco		25	0.0004	

Nota. Elaboración propia

Promedio de concentración final: 10.4482ppm de plata en mineral pirita.

Equivalente a 0.3364 oz/TM. Se obtienen resultados precisos y exactos. Se demuestra que son precisos porque su duplicado vemos que son resultados similares y exactos se demuestra porque el patrón está dentro del rango ya establecido.

Para determinar plata de las muestras de mineral esfalerita y galena se siguen con los pasos del mineral pirita.

Tabla 17
Resultados finales por plata de mineral esfalerita-1C

Muestra	Peso(g)	Volumen(ml)	Lectura(ppm)	Conc. Final(ppm)
4.1	0.5004	25	1.4079	70.3237
4.2	0.5002	25	1.4082	70.3669
5.1	0.501	25	1.4168	70.6836
5.2	0.5	25	1.4156	70.7650
6.1	0.5003	25	1.4087	70.3778
6.2	0.5005	25	1.409	70.3646
Patrón	0.5	25	1.053	52.6350
Blanco		25	0.0003	

Nota. Elaboración propia

Promedio de concentración final: 70.4803ppm de plata en mineral esfalerita.

Equivalente a 2.2695oz/TM. Se obtienen resultados precisos y exactos. Se demuestra que son precisos porque su duplicado vemos que son resultados similares y exactos se demuestra porque el patrón está dentro del rango ya establecido.

Tabla 18
Resultados finales por plata de mineral galena-1C

Muestra	Peso(g)	Volumen(ml)	Lectura(ppm)	Conc. Final(ppm)
7.1	0.5004	25	1.4423	72.0424
7.2	0.5002	25	1.4445	72.1811
8.1	0.501	25	1.4367	71.6766
8.2	0.5	25	1.4376	71.8650
9.1	0.5003	25	1.4398	71.9318
9.2	0.5005	25	1.4389	71.8581
patrón	0.5	25	1.05	52.4850
blanco		25	0.0003	

Nota. Elaboración propia

Promedio de concentración final: 71.9259ppmde plata en mineral galena.

Equivalente a 2.3160 oz/TM.

Se obtienen resultados precisos y exactos. Se demuestra que son precisos porque su duplicado vemos que son resultados similares y exactos se demuestra porque el patrón está dentro del rango ya establecido.

5.1.2 Para la segunda corrida

Para esta corrida todo se afora a un volumen de 25ml. El patrón que se pesa es un patrón que tiene como valor **52.8 ppm ± 1**. Este patrón se sigue considerando ya que las muestras en la primera corrida demuestran que los resultados obtenidos están cerca al valor del patrón.

En esta corrida se decide seguir tomando en cuenta los parámetros que el manual VARIAN nos indica longitud de onda: **328,1 nm**

Se arma la curva con los siguientes puntos de calibración con la máxima absorbancia máxima de 0.400UA tomando en cuenta el anexo 3.

Tabla 19
Puntos de la curva de calibración para lectura de plata – 2C

Segunda corrida	
Concentración(ppm)	Absorbancia(UA)
0	0
1	0.0835
2	0.1654
5	0.4089

Nota. Elaboración propia

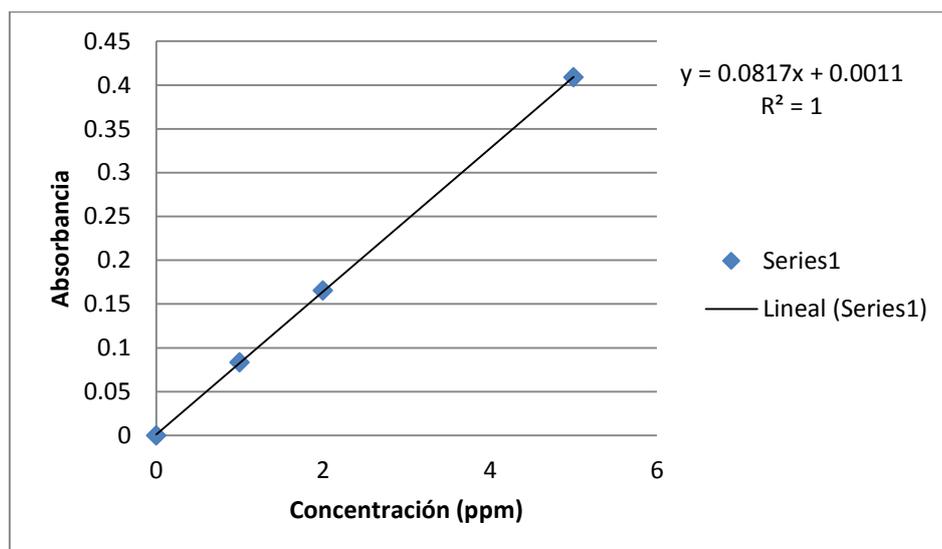


Gráfico 2 Curva de calibración para plata- 2C. Elaboración propia

Tabla 20
Resultados finales por plata de mineral pirita-2C

Muestra	Peso(g)	Volumen(ml)	Lectura(ppm)	conc. Final(ppm)
1.1	0.5004	25	0.3106	15.4976
1.2	0.5002	25	0.3102	15.4838
2.1	0.501	25	0.3218	16.0379
2.2	0.5	25	0.3216	16.0600
3.1	0.5003	25	0.3104	15.4907
3.2	0.5005	25	0.3113	15.5295
patrón	0.5	25	1.084	54.1800
blanco		25	0.0005	

Nota. Elaboración propia

Promedio de concentración final: 15.6833ppm de plata en mineral pirita.
Equivalente a 0.5050oz/TM.

Con esta corrida con los puntos de calibración: 0ppm, 1ppm, 2ppm y 5ppm. Se obtienen resultados son precisos y pero no exactos. Se demuestra que son precisos porque su duplicado vemos que son resultados similares y no exactos porque el patrón no está dentro del rango ya establecido.

Tabla 21
Resultados finales por plata de mineral esfalerita-2C

Muestra	Peso(g)	Volumen(ml)	Lectura(ppm)	conc. Final(ppm)
4.1	0.5004	25	1.5679	78.3173
4.2	0.5002	25	1.5689	78.3986
5.1	0.501	25	1.5878	79.2166
5.2	0.5	25	1.5866	79.3150
6.1	0.5003	25	1.5857	79.2225
6.2	0.5005	25	1.5845	79.1309
Patrón	0.5	25	1.0853	54.2500
Blanco		25	0.0005	

Nota. Elaboración propia

Promedio de concentración final: 78.9335ppm de plata en mineral esfalerita.
Equivalente a 2.5417oz/TM.

Con esta corrida con los puntos de calibración: 0ppm, 1ppm, 2ppm y 5ppm. Se obtienen resultados son precisos y pero no exactos. Se demuestra que son precisos porque su duplicado vemos que son resultados similares y no exactos porque el patrón no está dentro del rango ya establecido

Tabla 22

Resultados finales por plata de mineral galena-2C

Muestra	Peso(g)	Volumen(ml)	Lectura(ppm)	Conc. Final(ppm)
7.1	0.5004	25	1.5823	79.0368
7.2	0.5002	25	1.5845	79.1783
8.1	0.501	25	1.5967	79.6607
8.2	0.5	25	1.5976	79.8650
9.1	0.5003	25	1.5898	79.4273
9.2	0.5005	25	1.5889	79.3506
patrón	0.5	25	1.085	54.2350
blanco		25	0.0006	

Nota. Elaboración propia

Promedio de concentración final: 79.4198ppm de plata en mineral galena.

Equivalente a 2.5573oz/TM.

Con esta corrida con los puntos de calibración: 0ppm, 1ppm, 2ppm y 5ppm.

Se obtienen resultados son precisos y pero no exactos. Se demuestra que son precisos porque su duplicado vemos que son resultados similares y no exactos porque el patrón no está dentro del rango ya establecido

5.2 Determinación de Zinc para minerales sulfurados

Son en total 9 muestras que se tomaron de la mina Tajo Norte de minerales sulfurados, tres muestras de cada mineral: pirita, esfalerita y galena. Se realizan dos corridas a diferentes puntos de calibración.

5.2.1 Para la primera corrida

Para esta corrida todo se afora a un volumen de 100ml. El patrón que se pesa es un patrón que tiene como valor **9070 ppm \pm 70**. Patrón interno de la empresa SGS para análisis de zinc al 10%HCl. Anexo 5 certificado de validación del patrón.

Se elige la longitud de onda: **213.9 nm** indicada por manual VARIAN parámetro apto para concentración bajas de zinc. Ya que los minerales sulfurados elegidos para el experimento por bibliografía tienen concentraciones bajas de zinc.

Se arma la curva con los siguientes puntos de calibración con una absorbancia de 0.380- 0.450 UA con el mayor punto de la curva. Referencia del procedimiento de la empresa SGS. Anexo 4.

Tabla 23

Puntos de la curva de calibración para lectura de Zinc –1C

Primera corrida	
Concentración(ppm)	Absorbancia(UA)
0	0
2.5	0.1076
5	0.2099
10	0.4087

Nota. Elaboración propia

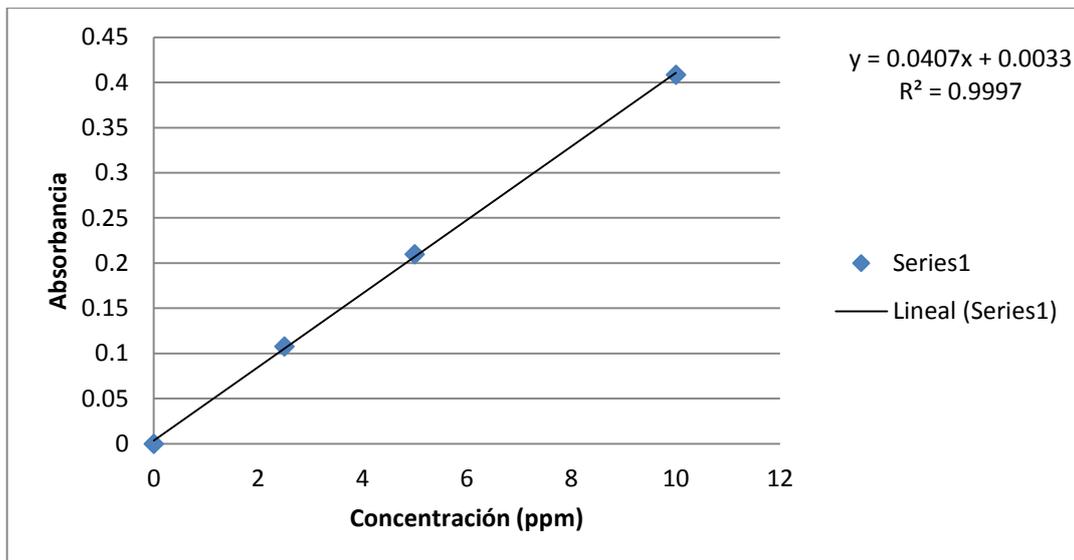


Gráfico 3 Curva de calibración para Zinc- 1C. Elaboración propia.

Para el caso del zinc las lecturas de las muestras originales son mayores a los estándares de calibración, realizar dilución 10x si es necesario.

Cálculo de los resultados finales de las muestras de mineral pirita:

$$Zn = \frac{V(L - L_{BK})}{W} \times DILUCION$$

Tabla 24
Resultados finales por zinc de mineral pirita-1C

Muestra	Peso(g)	Volumen(ml)	Lectura(ppm)	Conc. Final(ppm)	Conc.x dilución
1.1	0.5006	100	3.0486	608.9093	608.90930
1.2	0.5004	100	3.0482	609.0727	609.0727
2.1	0.5007	100	3.0586	610.7849	610.7849
2.2	0.5005	100	3.056	610.5095	610.5094
3.1	0.5004	100	3.0494	609.3125	609.3125
3.2	0.5005	100	3.0473	608.7712	608.7712
patrón	0.5	100	4.5355	907.0200	9070.2
blanco		100	0.0004		

Nota. Elaboración propia

Con esta corrida con los puntos de calibración: 0ppm, 2.5ppm, 5ppm y 10ppm absorbancia de 0.380 -0.450UA y longitud de onda 213.9nm se obtienen valores de 609.56ppm de plata en el mineral pirita. Equivalente a 0.061% de zinc.

Se obtienen resultados precisos y exactos. Se demuestra que son precisos porque su duplicado vemos que son resultados similares y exactos se demuestra porque el patrón está dentro del rango ya establecido.

Tabla 25
Resultados finales por zinc de mineral esfalerita-1C

Muestra	Peso(g)	Volumen(ml)	Lectura(ppm)	Conc. Final(ppm)	Conc.x dilución
4.1	0.5006	100	8.899	1777.6069	17776.06
4.2	0.5004	100	8.8882	1776.1591	17761.59
5.1	0.5007	100	8.8768	1772.8181	17728.18
5.2	0.5005	100	8.8756	1773.2867	17732.86
6.1	0.5004	100	8.8857	1775.6595	17756.59
6.2	0.5005	100	8.8845	1775.0649	17750.64
patrón	0.5	100	4.54	907.9400	9079.4
blanco		100	0.0003		

Nota. Elaboración propia

Con esta corrida se obtienen en promedio resultados de 17750.919ppm de zinc en el mineral esfalerita. Equivalente a 1.7751% de zinc.

Se obtienen resultados precisos y exactos. Se demuestra que son precisos porque su duplicado vemos que son resultados similares y exactos se demuestra porque el patrón está dentro del rango ya establecido.

Tabla 26
Resultados finales por zinc de mineral galena-1C

Muestra	Peso(g)	Volumen(ml)	Lectura(ppm)	Conc. Final(ppm)	Conc.x dilución
7.1	0.5006	100	1.0123	202.1574	2021.5741
7.2	0.5004	100	1.0145	202.6779	2026.778
8.1	0.5007	100	1.0367	206.9902	2069.902
8.2	0.5005	100	1.0376	207.2527	2072.527
9.1	0.5004	100	1.0298	205.7354	2057.354
9.2	0.5005	100	1.0289	205.5145	2055.1448
Patrón	0.5	100	4.538	907.5400	9075.4
Blanco		100	0.0003		

Nota. Elaboración propia

Se obtienen resultados de 2050.5469ppm de zinc en mineral de galena. Equivalente a 0.2051% de zinc.

Se obtienen resultados precisos y exactos. Se demuestra que son precisos porque su duplicado vemos que son resultados similares y exactos se demuestra porque el patrón está dentro del rango ya establecido.

5.2.2 Para la segunda corrida

En este nuevo experimento todas las muestras se aforan a un volumen de 100ml. El patrón que se pesa es un patrón que tiene como valor **9070 ppm** ± 70. Patrón interno de la empresa SGS.

Se trabaja con una longitud de onda: **213.9 nm**

Se arma la curva con los siguientes puntos de calibración con una absorbancia de 0.380- 0.450 con el mayor punto de la curva.

Tabla 27
Puntos de la curva de calibración para lectura de Zinc – 2C

Segunda corrida	
Concentración(ppm)	Absorbancia(UA)
0	0
10	0.1366
20	0.273
30	0.4089

Nota. Elaboración propia

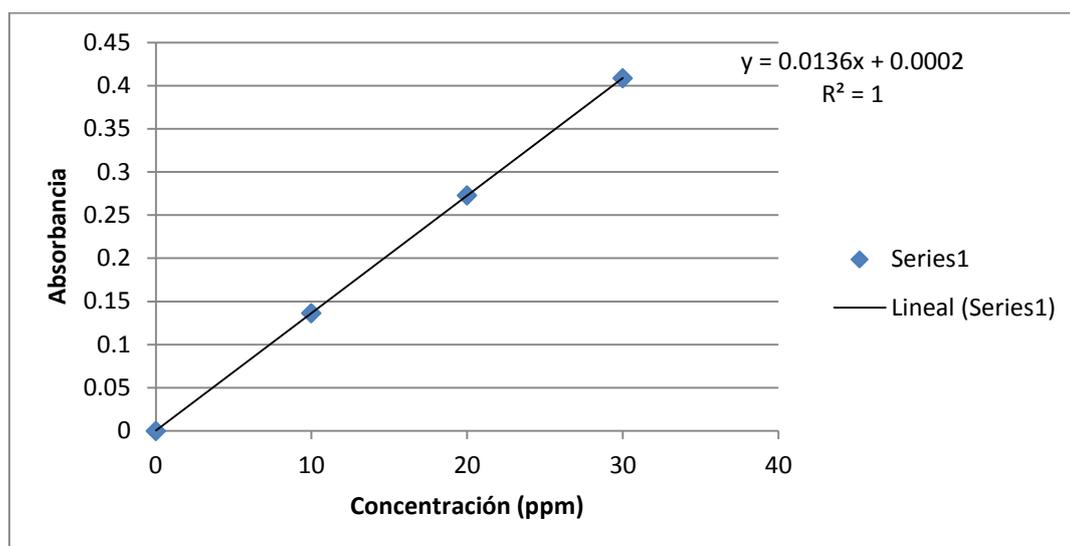


Grafico 4 Curva de calibración para Zinc- 2C. Elaboración propia

Tabla 28
Resultados finales por zinc de mineral pirita-2C

Muestra	Peso(g)	Volumen(ml)	Lectura(ppm)	Conc. Final(ppm)	Conc.x dilución
1.1	0.5006	100	3.8886	776.7080	776.707
1.2	0.5004	100	3.8882	776.9384	776.9384
2.1	0.5007	100	3.8906	776.9523	776.9522
2.2	0.5005	100	3.895	778.1419	778.1418
3.1	0.5004	100	3.8894	777.1783	777.17825
3.2	0.5005	100	3.8873	776.6034	776.6033
Patrón	0.5	100	4.784	956.7200	9567.2
Blanco		100	0.0005		

Nota. Elaboración propia

Se obtienen resultados en promedio de 777.087ppm de zinc en mineral pirita. Equivalente a 0.077% de zinc.

Se obtienen resultados son precisos y pero no exactos. Se demuestra que son precisos porque su duplicado vemos que son resultados similares y no exactos porque el patrón no está dentro del rango ya establecido.

Tabla 29
Resultados finales por zinc de mineral esfalerita -2C

Muestra	Peso(g)	Volumen(ml)	Lectura(ppm)	Conc. Final(ppm)	Conc.x dilución
4.1	0.5006	100	9.9679	1991.1306	19911.30643
4.2	0.5004	100	9.9689	1992.1263	19921.26299
5.1	0.5007	100	9.9978	1996.7046	19967.04614
5.2	0.5005	100	9.9766	1993.2667	19932.66733
6.1	0.5004	100	9.9857	1995.4836	19954.83613
6.2	0.5005	100	9.9845	1994.8452	19948.45155
Patrón	0.5	100	4.75	949.9400	9499.4
Blanco		100	0.0005		

Nota. Elaboración propia

Se obtienen resultados de 19939.2618ppm de zinc en el mineral esfalerita. Equivalente a 1.9939%de zinc

Se obtienen resultados son precisos y pero no exactos. Se demuestra que son precisos porque su duplicado vemos que son resultados similares y no exactos porque el patrón no está dentro del rango ya establecido.

Tabla 30
Resultados finales por zinc de mineral galena-2C

Muestra	Peso(g)	Volumen(ml)	Lectura(ppm)	Conc. Final(ppm)	Conc.x dilución
7.1	0.5006	100	1.9223	383.9393	3839.3927
7.2	0.5004	100	1.9345	386.5308	3865.3077
8.1	0.5007	100	1.9467	388.7358	3887.3576
8.2	0.5005	100	1.9476	389.0709	3890.7092
9.1	0.5004	100	1.9398	387.5899	3875.8992
9.2	0.5005	100	1.9389	387.3327	3873.3266
Patrón	0.5	100	4.754	950.7400	9507.4
Blanco		100	0.0006		

Nota. Elaboración propia

Se obtienen resultados de 3871.9989ppm de zinc en mineral galena. Equivalente a 0.3872% de zinc.

Se obtienen resultados son precisos y pero no exactos. Se demuestra que son precisos porque su duplicado vemos que son resultados similares y no exactos porque el patrón no está dentro del rango ya establecido.

VI.CONCLUSIONES

1. Para determinación de plata con concentraciones de 0.5, 1, 2ppm a una absorbancia de 0.320 – 0.400 UA y una longitud de onda de 328.1nm se obtuvieron resultados del mineral pirita de 0.3364oz/TM de plata , del mineral esfalerita de 2.2695oz/TM de plata y del mineral galena de 2.316oz/TM de plata resultados validos porque el patrón de la empresa SGS está dentro del rango 1.6948oz/TM (52.8 ±1 ppm aceptable) mientras que con concentraciones de 1, 2, 5ppm a una absorbancia de 0.320 – 0.400 UA y una longitud de onda de 328.1nm se obtuvieron resultados no válidos. Para determinación de zinc con concentraciones de 2.5, 5, 10ppm a una absorbancia de 0.380- 0.450UA y una longitud de onda de 213.9nm se obtuvieron resultados del mineral pirita de 0.061% de zinc, del mineral esfalerita de 1.7751 de zinc y del mineral galena de 0.20%de zinc resultados validos porque el patrón de la empresa SGS está dentro del rango 0.907% (9070 ±70 ppm aceptable) mientras que con concentraciones de 10, 20, 30ppm a una absorbancia de 0. 400- 0.450UA y una longitud de onda de 213.9nm se obtuvieron resultados no preciosos.

2. Se realizó la preparación de las muestras de minerales sulfurados secar si es necesario, reducir de tamaño, limpiar la muestra y triturar hasta obtener particular finas. El tratamiento a las muestras de minerales sulfurados se realizó primero se pesa, se digesta, se trasvasa y se procede con las lecturas de las muestras por el espectrofotómetro de absorción atómica.

3. Se seleccionó las condiciones de operación tales como tipo de llama a usar aire – acetileno apta para determinación de zinc y plata, además es necesario usar background corrector activado para plata sin embargo para zinc no.

VII.RECOMENDACIONES

1. Observar cuidadosamente la digestión, evitar salpicaduras o pérdidas de la muestra.
2. Lavar la cámara de atomización con agua purificada.
3. Evitar mirar directamente la lámpara y la llama cuando se encuentren encendidas.
4. Limpiar el nebulizador con mucho cuidado y de manera periódica en función de las soluciones aspiradas o cuando se presente una deficiencia de absorbancia.
5. Controlar temperatura y humedad en las lecturas por absorción atómica y pesada de muestras.
6. Mantener siempre llama laminar. En caso sea necesario apagar para limpiar o lavar el cabezal.
7. No coger el cabezal caliente, puede producir quemadura.
8. Usar EPP como: mandil manga larga, guantes de nitrilo, lentes y zapatos de seguridad.
9. Hacer la verificación de la operatividad del equipo antes de proceder con las lecturas.
10. Realizar la parte estadística, ya que en este trabajo no se realizó.

VIII. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- ANAYA P, Fernando. 1967. Determinación de metales en minerales sulfosales por espectrofotometría de absorción atómica. Universidad Mayor de San Marcos. Departamento de Ingeniería Química. Pág. 35-40.
- DOUGLAS A. SKOOG, F. JAMES HOLLER Y STANLEY R.CROUCH. 2015. Fundamentos de Química Analítica. 9va. Edición. Cengage learning. Pag. 30-37.
- GÓMEZ, D. 2011. Validación de la metodología por el método estándar 3111^a absorción atómica para el análisis de metales pesados en muestras de aguas y aguas residuales. Universidad Tecnológica de Pereira. Pereira. México. Pág. 6-10.
- HERNÁNDEZ, L. y GONZALES, C. 2002. Introducción al análisis instrumental. 1era. Ed. Ariel. Pág. 15-35.
- Instructivo de calidad de la empresa SGS INIC-IO-O6. 2016.
- LÓPEZ, M. 2003. Optimización del sistema de calidad analítica en el laboratorio de análisis de aguas de la Carder. Manizales. Universidad Nacional de Colombia. Departamento de Ingeniería Química. Pág. 278-290.
- Perkin-Elmer. 1996. Analytical Methods for Atomic Absorption Spectroscopy. Pág. 12-57.
- Procedimiento de lectura de plata por absorción atómica de la empresa SGS INIC PO-2. 2016
- Procedimiento de lectura de zinc por absorción atómica de la empresa SGS INIC PO- 7.2016
- RUBINSON, A. y RUBINSON, J. 2001. Análisis Instrumental. 1era. Edición. Pág. 300-306.
- SANCHO, VERDEJA y BALLESTER. 1999. Metalurgia extractiva-Procesos de obtención. Volumen II. Pag.38-50.
- SKOOG, HOLLER y CROUCH. 2008. Principios de Análisis Instrumental. 6ta. Ed. McGraw-Hill. Pág.157-158.
- TECSUP. 2015. Análisis de minerales por absorción atómica. Pág.25-29.

- XIMENEZ, L. 1980. Espectroscopia de absorción atómica. Volumen I. Publicaciones Analíticas. Madrid. Pág. 263-270.

IX.ANEXOS

Anexo 1

Condiciones estándares para plata por absorción atómica

Longitud de onda(nm)	Rendija(nm)	Rango de trabajo optimo(ppm)
328.1	0.5	0.02-10
338.3	0.5	0.06-20

Nota. Recuperado de "Analytical Methods for Flame Atomic Absorption Spectrometry" p13 por Perkin-Elmer. 1996

Anexo 2

Condiciones estándares para plata por absorción atómica

Longitud de onda(nm)	Rendija(nm)	Rango de trabajo optimo(ppm)
213.9	1	0.01-100
307.6	1	100-14000

Nota. Recuperado de "Analytical Methods for Flame Atomic Absorption Spectrometry" p33 por Perkin-Elmer. 1996

Anexo 3 Procedimiento de condiciones de lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica para analito plata en medio 25%HCl para minerales concentrados- empresa SGS

Condiciones fijas

Corriente de lámpara: 4-10nm

Tipo de llama: aire –acetileno (oxidante)

Señal tipo: background corrector AA

Flujo de aire: 13.5L/min

Flujo de acetileno: 2-2.1 L/min

Tiempo de lectura: 1.5s

Replicas: 3

Sistema de atomización: impact bed

Tipo de curva: racional nuevo

Condiciones de trabajo variable

Longitud de onda (nm)	Slit (nm)	Posición Del mechero	Curva de calibración (ppm)	Abs. Min (UA)	Abs. Max (UA)	Abs. aceptable (UA)
328.1	0.5	0°	0,0.2,0.5,1	0.320	0.400	0.360
328.1	0.5	30°	0,2,5,10	0.320	0.400	0.360

Anexo 4 Procedimiento de condiciones de lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica para analito zinc en medio 10%HCl para minerales concentrados- empresa SGS

Condiciones fijas

Corriente de lámpara: 4-10nm

Tipo de llama: aire –acetileno (oxidante)

Flujo de aire: 13.5L/min

Flujo de acetileno: 2-2.1 L/min

Tiempo de lectura: 1.5s

Replicas: 3

Sistema de atomización: impact bed

Tipo de curva: racional nuevo

Condiciones de trabajo variable

Longitud de onda (nm)	Slit (nm)	Posición Del mechero	Curva de calibración (ppm)	Abs. Min (UA)	Abs. Max (UA)	Abs. aceptable (UA)
213.9	0.5	30°	0,5,10,20	0.380	0.450	0.400
213.9	0.5	180°	0,20,50,100	0.380	0.450	0.400

Anexo 5 certificados de validación de patrones internos para lecturas plata y zinc- empresa SGS

CERTIFICADO DE VALIDACION DE PATRONES INTERNOS

SGS

PARA PLATA- 25%HCl

Patrón ZN28 valores permitidos 52.8 ± 1 ppm aceptable.

PARA ZINC- 10% HCl

Patrón CUG1 valores permitidos 9070 ± 70 ppm aceptable.

Estos valores resultan de hacer varias corridas a nivel de toda la empresa SGS e incluso enviando muestras a otros laboratorios para corroborar resultados.



VIRGINIA CONTRERAS C.

Supervisora del laboratorio minerales concentrados