

Determinación de As en concentrados de Au por el método espectral de emisión

E. Abad P.; N. Abrahantes R.; B. Rodríguez C.; P. Mariño C.; L. Pérez T.
y M. Cobas A.
Universidad de Oriente

RESUMEN

Se presenta un método para la determinación cuantitativa de As en concentrados industriales de Au mediante AEE utilizando patrones naturales. Se da el límite de detección y el error del método en la determinación cuantitativa de As en ocho muestras, comparándose los resultados obtenidos en las mismas con los del método semiabsoluto de activación por neutrones, demostrándose que no existen diferencias estadísticas significativas.

ABSTRACT

A method for quantitative determination of As in industrial concentrates of gold by Emission Spectral Analysis, using natural standards is presented. Limit of detection and error of the method in the determination of As in eight samples, are given. Comparison of results for the investigated samples shows that there isn't statistically significant differences with neutron activation analysis method.

INTRODUCCIÓN

Es conocido que en el proceso de extracción del Au a partir de concentrados industriales del mismo, el contenido de As en estos provoca un efecto indeseable ya que dificulta la separación del oro de dichos concentrados. Por tal motivo se procedió a la elaboración de un método de determinación cuantitativa de As mediante Análisis Espectral de Emisión con el objetivo

adicional de brindar la información obtenida en la investigación a la planta procesadora de los mencionados concentrados.

Simultáneamente se analizaron las muestras de interés para la determinación cuantitativa de As por el método de Activación con Neutrones en régimen de capas saturadas, desarrollado para el análisis de este mismo tipo de muestras y con el objetivo de tener un método de comparación de los resultados obtenidos por AEE.

La investigación se desarrolló usando un generador de arco con una intensidad de corriente de 12 A, obteniéndose los espectros en un espectrógrafo DFS-8 con red de 1200 líneas/mm y registrándose los espectros en placas espectrales ORWO-WU3.

DESARROLLO:

Para el montaje del método de determinación cuantitativa de As mediante Análisis Espectral de Emisión, se prepararon un conjunto de patrones naturales a partir de una muestra cuya concentración de As fue previamente determinada por métodos químicos, la cual fue calentada previamente hasta 800°C.

Mediante diluciones sucesivas de la muestra en grafito se obtuvieron cuatro patrones, teniendo en cuenta el límite de detección reportado para este elemento en la literatura (1): $P_1 = 1,5 \%$; $P_2 = 0,6 \%$; $P_3 = 0,2 \%$; $P_4 = 0,1 \%$.

En calidad de Standard interno se utilizó el Ge agregado a muestras y patrones en 0,1 %. El par analítico utilizado fue AsI 278,01: HeI 265,10 nm:

Utilizando estos patrones se construyó el gráfico de graduación usando el método de mínimos cuadrados en coordenadas ΔY Vs $\log C..$ y mediante la variante del gráfico independiente.

En la construcción del gráfico de graduación se tuvieron en cuenta los criterios estadísticos de verificación de la hipótesis de homogeneidad de las dispersiones del ΔY medido, estimación de la hipótesis de linealidad, construcción del intervalo de confiabilidad y cálculo del coeficiente de correlación (2).

El gráfico de graduación obtenido se muestra en la figura 1 en el que se ha añadido el corredor de errores correspondiente para ilustrar el hecho de que, de acuerdo con el criterio estadístico establecido, no hay razón para excluir ninguno de los puntos considerados en su construcción. El coeficiente de correlación obtenido en este caso que $r = 0,90$ se debe como se ve, a la relativamente alta dispersión de los puntos respecto a la recta, ocasionada a nuestro juicio, por la forma en que fueron preparados los patrones.

Una vez obtenido el gráfico se procedió al cálculo del límite de detección del método utilizando para ello el criterio de Kaiser (3) dado por:

$$\Delta Y_{an;min} = \Delta Y_{Blanco} + \frac{2t_{\beta}(f)\sigma_{\Delta Y_{Blanco}}}{\sqrt{n}}$$

Siendo $t_{\beta}(f)$ el coeficiente de student para un 95 % de intervalo de confiabilidad y bajo la consideración de que $\sigma_{\Delta Y_{Blanco}} \sim \sigma_{\Delta Y_{an;min}}$.

En calidad de blanco se utilizó una cola del proceso industrial mencionado en la que se comprobó previamente la no existencia, bajo las mismas condiciones experimentales, del elemento analítico y de referencia.

El límite de detección obtenido fue de 10^{-2} % lo cual coincide por lo reportado en la literatura (4).

Con el método establecido se analizaron ocho concentrados del proceso de con un intervalo de concentraciones del Au de 10^{-3} - 10^{-2} %, obteniéndose un error en la determinación de As de 6,4 %.

Los resultados obtenidos por nuestro método se compararon con los del método semiabsoluto de activación por neutrones en régimen de capas saturadas.

En dicho método se utiliza una instalación con un irradiador múltiple de neutrones térmicos de 16 canales, el que contiene en el centro de su estructura una fuente isotópica de Am-Be de 5 curies (5). En las muestras estudiadas se midió su actividad β en régimen de capas saturadas.

El límite de detección y el error obtenidos con este método fueron $4,5 \cdot 10^{-2}$ % y 20 % respectivamente.

Los resultados obtenidos por ambos métodos se muestran en la tabla I.

RESULTADOS OBTENIDOS

Tabla I. Resultados obtenidos de la concentración de As por los métodos de AEE y AAN

Muestra	AEE		AAN	
	C (%)	s	C (%)	s
M ₁	1,94	0,05	1,34	0,07
M ₂	1,83	0,03	1,62	0,07
M ₃	2,27	0,02	1,79	0,26
M ₄	2,69	0,10	2,90	0,54
M ₅	4,17	0,49	5,29	0,40
M ₆	4,83	0,32	6,49	1,30
M ₇	4,56	0,43	2,30	0,15
M ₈	1,34	0,11	2,83	0,57

Con el objetivo de comprobar si ambos métodos analíticos dan resultados similares, se aplicó el criterio de comparación de los valores medios obte-

nidos por dos métodos con diferente error de reproducibilidad (2) obteniéndose que no existen diferencias estadísticas significativas.

CONCLUSIONES

1. Se elaboró un método para la determinación cuantitativa de As en concentrados industriales por AEE, obteniéndose un límite de detección $10^{-2}\%$ y un error de 6,4 %, lo que corresponde con lo reportado en la literatura.
2. Se comparan los resultados obtenidos con los del método semiabsoluto de activación por neutrones en régimen de capas saturadas demostrándose que no existen diferencias estadísticas significativas en las concentraciones determinadas por ambos métodos.

BIBLIOGRAFÍA

- 1) Rusanov, A.K.
Fundamentos de Análisis Espectral Cuantitativo de rocas y minerales. Edic. Subsuelo, Moscú 1971.
- 2) Nalimov, V.V.
The application of Mathematical Statistics to Chemical analysis. Pergamon Press 1963.
- 3) Zilbershtein, X.I.
Análisis espectral de Sustancias puras. Ed. Moscú 1971.
- 4) Ahrens, L. and S.R. Hard Taylor
Spectrochemical Analysis Pergamon Press 1961.
- 5) J. Marisy F.; P. Mariño C.; B. Rodríguez C.; L. Pérez T.
Análisis por activación neutrónica de As en muestras minerales en régimen de capas saturadas.
(enviado para su publicación en la Revista Cubana de Física en sept. 1984).

Recibido: 4 de octubre de 1985.