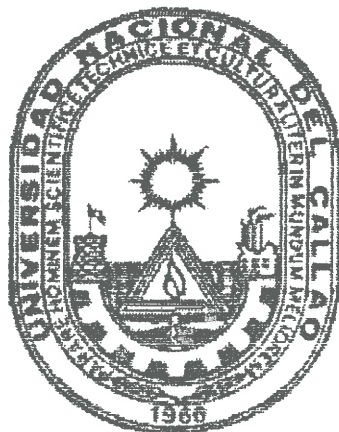


INF
000099
R+4

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO
FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA



000322

“ANALISIS GEOQUIMICO”
INGEMMET

INFORME

PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE
INGENIERO QUIMICO

PRESENTADO POR

RODRIGUEZ LOLI MARITZA AMANDA

ASESOR

ING° OSCAR RODRIGUEZ TARANCO

CALLAO – PERU

2002

El presente Informe fue Expuesto ante el **JURADO DE EXPOSICION Y CALIFICACION** de la Facultad de Ingeniería Química conformada por los siguientes Profesores Ordinarios :

ING° VIRGILIO SIPION ESPIONOZA : PRESIDENTE

ING° OSCAR CHAMPA HENRIQUEZ : SECRETARIO

ING° JUAN MEDINA COLLANA : VOCAL

ING° OSCAR RODRIGUEZ TARANCO : ASESOR

Según figura en el Folio N° 139 asentado en el Acta N° 135 del Libro de Actas de fecha 27 DE DICIEMBRE DE 2001, para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico en la modalidad de **Titulación con Informe**, de conformidad con lo establecido por el **Reglamento de Grados y Títulos**, aprobado con Resolución N° 047-92-CU de fecha 18 de Junio de 1992 y Resolución de Decano N° 171-92-DFAIQ de fecha 24 de Julio de 1992.

CONTENIDO

	Pág.
I INTRODUCCIÓN	3
II RESEÑA DE LA INSTITUCIÓN.....	4
2.1. Política Institucional	7
2.1.1. Entorno	7
2.1.2. Administración	7
2.1.3. Personal	7
2.1.4. Aspectos Técnicos.....	8
2.2. Organigrama.....	9
III OBJETIVOS.....	10
3.1. Objetivos Generales.....	10
3.2. Objetivos Específicos.....	10
IV RESUMEN	11
V FUNDAMENTOS TEORICOS	13
5.1. La Carta Geológica Nacional	13
5.2. Prospección Minera	13
5.3. Geoquímica	13
5.4. Principios Básicos de Espectroscopía.....	16
5.4.1. Espectroscopía de emisión y de Absorción.....	17
5.4.2. Absorción atómica : Sensibilidad y Límites de Detección	19
5.4.3. Interferencias.....	20
5.5. Técnicas Analíticas de Absorción Atómica	22
5.5.1. Técnica analítica de absorción atómica por flama.....	22
5.5.2. Técnica analítica de absorción atómica por horno de grafito.	26
5.5.3. Técnica analítica de absorción atómica por siste- ma de análisis de inyección de flujo (FIAS), para la generación de vapor frío de mercurio	32

VI	METODOS DE ANALISIS	36
	6.1. Tratamiento de Muestras	37
	6.1.1. Aguas	40
	6.1.2. Suelos y sedimentos	41
	6.1.3. Rocas	42
	6.2. Descomposición de Muestras Geológicas.....	42
	6.2.1. Muestras sólidas	43
	6.2.1.1. Disolución de sólidos inorgánicos	44
	6.2.1.2. Disolución de sólidos orgánicos	45
	6.2.2. Muestras líquidas	45
	6.3. Determinación Analítica.....	46
	6.3.1. Muestras de rocas y sedimentos	47
	6.3.2. Muestras no metálicas	50
	6.3.3. Otras determinaciones	51
VII	ACTIVIDADES REALIZADAS EN LA INSTITUCIÓN	53
	7.1. Actividades Cotidianas	53
	7.2. Aportes Realizados en Beneficio de la Institución	54
VIII	PARTE EXPERIMENTAL	55
IX	RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS	64
	9.1. Resultados	64
	9.2. Discusión de Resultados	71
X	CONCLUSIONES	75
Xi	RECOMENDACIONES	76
Xii	BIBLIOGRAFIA	78
	ANEXOS	80

I INTRODUCCION

Siendo la minería un sector particularmente dinámico capaz de atraer fuertes inversiones y movilizar recursos de otras actividades nacionales y extranjeras, constituye un medio importante para el desarrollo económico del país. Es indispensable para este fin proporcionar al inversionista privado información geológica básica y de recursos minerales para facilitar sus actividades de exploración minera.

El análisis químico tiene importancia fundamental en la prospección y exploración geoquímica, porque brinda al geólogo información de la abundancia, distribución, migración y leyes que rigen la movilidad de los elementos. Es decir, el geólogo en una exploración de minerales con los resultados analíticos puede efectuar la medición sistemática de las propiedades químicas que sucedieron en forma natural en un material para el conocimiento en profundidad del territorio nacional.

Las concentraciones de los elementos traza en rocas, suelos y sedimentos, pueden ir desde valores típicos en la corteza terrestre hasta niveles de explotación, razón por la cual hay una considerable variación en las características químicas y físicas de las muestras, por ello la variación de métodos de análisis que deben ser utilizados, desde instrumentales en ppb, hasta métodos clásicos en porcentajes, requieren de una selección adecuada de sensibilidad con la ausencia de interferencias en los diferentes tipos de materiales.

Por estos motivos, la importancia de este trabajo es, el de dar a conocer los análisis geoquímicos que se realiza en el INGEMMET, desde su tratamiento de muestras (rocas, suelos y sedimentos, agua, etc.), disgregación y sus determinaciones analíticas.

II RESEÑA DE LA INSTITUCIÓN

En 1852 se creó "La Junta Central de Ingenieros Civiles" y fué reglamentada el 3 de marzo de 1860 como "Cuerpo de Ingenieros Civiles del Estado". El cuerpo fué vuelto a reglamentar en 1872 como "Cuerpo de Ingenieros Civiles y Arquitectos del Estado", dividiéndose en varias secciones, entre ellas la de Minas y Manufacturas, con la finalidad de formar el mapa geológico e inventariar los recursos minerales, posteriormente Minas y Manufacturas se desprende del antiguo cuerpo para formar en 1902 el "Cuerpo de Ingenieros de Minas".

En 1940 se creó el "Instituto Geológico del Perú" y se fusionó con el Cuerpo de Ingenieros de Minas en 1950 para formar el "Instituto Nacional de Investigación y Fomento Minero" (INIFM) y en 1960 se creó la "Comisión de la Carta Geológica Nacional", donde se realiza el mapeo geológico sistemático del Perú a la escala standard de 1 en 100 mil y en 1966. La Comisión fué fusionada con el INIFM para formar el Servicio de Geología y Minería, que a su vez pasa a llamarse "Instituto de Geología y Minería" (INGEOMIN), en 1977.

En 1973 se creó el "Instituto Científico y Tecnológico Minero" (INCITEMI), y en 1979 se fusiona INGEOMIN con INCITEMI para formar el "Instituto Geológico Minero y Metalúrgico" (INGEMMET).

En 1993 el INGEMMET fué reorganizado para dedicarse exclusivamente a la Función Geológica.

La Carta Geológica Nacional viene ejecutándose desde 1960 a escala 1:100,000. Entre las tareas encomendadas al INGEMMET se ha considerado la ejecución del referido documento básico, para ser culminado en el año 2000. La meta es el levantamiento de 501 cuadrángulos que comprende 1'285,215 Km². Se tienen publicados al 30 Diciembre de 1997; 283 cuadrángulos, que abarca un área de acción de 735.324 Km². Están programados para 1998, realizar el estudio de 98 cuadrángulos, en 247.199 Km², quedando para el período 1999 - 2000, 120 cuadrángulos con un área de 302.692 Km².

Durante el período 1960 a 1991 se habían estudiado y publicado aproximadamente 75 hojas de la Carta Geológica, lo que representa un promedio de 2.5 cuadrángulos estudiados por año, utilizando procedimientos clásicos de ploteo

visual y técnicas fotomecánica para la impresión de mapas. A partir de 1993, dejando de lado actividades en metalurgia y minería, el Instituto se dedicó exclusivamente a la realización de los estudios de la Carta Geológica, investigando métodos que permitieran acelerar los procedimientos de cartografiado y publicación para avanzar más rápidamente. Así, en 1993, se llegaron a publicar 19 cuadrángulos; 16 cuadrángulos en 1994; 46 cuadrángulos en 1995; 50 cuadrángulos en 1996 y 55 cuadrángulos en el año 1997.

Geotécnia y Servicios Técnicos; Se encarga de realizar estudios geotécnicos, geodinámicos y de riesgos geológicos naturales en el territorio nacional.

La Dirección de Laboratorios, que tiene como fin, el de colaborar con el Levantamiento Geológico de todo el territorio Nacional, realizando el estudio y análisis de las muestras de prospección, tiene a su cargo los laboratorios de: Petrotomía, Petromineralogía, Química Analítica, Difracción de Rayos-X y Preparación Mecánica de Muestras.

Petrotomía; se encarga de los cortes, desbaste y pulido de rocas y a la vez se encarga de preparar las secciones delgadas y pulidas de materiales geológicos diversos como: rocas, arenas, concentrados, relaves, escorias, etc.

Petromineralogía; se encarga de hacer los estudios petrográficos, mineragráficos, análisis mineralógico, morfométrico, tinciones y el fotografiado de las muestras.

Estudios Petrográficos; Clasificación de Rocas (mineralogía, porcentaje, tamaño de granos, asociaciones mineralógicas, alteraciones hidrotermales, texturas, fracturamiento, etc.).

Estudios Mineragráficos; realiza la determinación de la mineralogía, porcentaje, ensambles mineralógicos, texturas, secuencia de formación.

Análisis Mineralógico; determina los minerales libres, porcentajes de cada uno, grado de liberación, grado de molienda, intercrecimiento, etc.

Análisis Morfométricos; determina el tamaño, forma y porcentaje de los minerales; identificación macroscópica de minerales.

Tinciones; para reconocimiento de feldespatos potásicos o plagioclasas.
Fotomicrografía, representativo de las muestras.

Difracción de Rayos-X; determina las especies mineralógicas existentes en muestras de rocas y alteraciones, principalmente en arcillas, minerales no metálicos y productos metalúrgicos, a la vez se encarga de realizar al análisis multielemental por Espectrografía de Emisión y por Fluorescencia de Rayos-X.

Preparación Mecánica de Muestras; se encarga del tratamiento que reciben las muestras para su respectivo análisis químico.

Química Analítica; se encarga de realizar el análisis geoquímico de muestras de prospección de los cuadrángulos, para apoyar en la elaboración de los mapas geoquímicos.

Además, el INGEMMET ofrece a la empresa privada los servicios de sus laboratorios de Petrotomía, Petromineralogía, Química Analítica, Difracción de Rayos-X, Preparación Mecánica de Muestras, así como también el cartografiado geológico territorial, inventario de recursos minerales, el estudio de riesgos geológicos, el cartografiado geológico digital e imágenes de satélite.

Durante el ejercicio de su función, INGEMMET contó con la participación de tres Universidades: Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Universidad Nacional San Agustín (Arequipa) y la Universidad San Antonio Abad (Cuzco); para el cartografiado geológico e inventario de recursos minerales, correspondientes a los cuadrángulos de Singa, Santiago de Chonta, La Rinconada, Putina, Calca y Urubamba, contribuyendo al conocimiento geológico de 18,000 Km² de territorio nacional, también contó con la Cooperación Técnica Internacional como: la Cooperación Técnica Internacional de Alemania: con la participación de consultores externos (geólogos seniors) de la OIM (Organización Internacional para las Migraciones del gobierno de Alemania), Japón: con expertos de la Organización Minera Metálica del Japón (MMAJ), mediante el JICA (Agencia de Cooperación Internacional del Japón), Canadá: con la Agencia de Cooperación Internacional del CANADA-CIDA, cuyo estudio forma parte del Proyecto Multinacional Andino en el que participan Chile, Argentina, Bolivia y Perú, Francia: con representantes del BRGM y el ORSTOM, Corea del Sur: con el Instituto Coreano de Geología, Minería y Materiales KIGAM y la Agencia de Cooperación Internacional de Korea - KOICA.

2.1. Política Institucional

Los lineamientos presentan el ámbito en el que se debe enmarcar el desarrollo del plan:

2.1.1. Entorno

Coordinar a nivel de ancha base con todas las Instituciones relacionada al quehacer Institucional: Ministerio de Energía y Minas, Dirección General de Minería, Registro Público de Minería, Instituto Geográfico Nacional, SAN, INRENA, Defensa Civil y otras. Reactivar la captación de fuentes de Cooperación Técnica Internacional y Nacional.

Coordinar al más alto nivel el apoyo político que requiere el INGEMMET para el logro de sus resultados.

Difundir resultados a nivel nacional e internacional para lograr la confianza y el apoyo que la Institución necesita.

2.1.2. Administración

Gestión por resultado.

Mantener infraestructura y equipamiento en óptimas condiciones.

Administrar los recursos materiales y financieros en forma eficiente.

2.1.3. Personal

Motivar al personal.

Asignación de cargos acorde a su profesión y experiencia.

Estimular al profesional eficiente.

Cobertura de puestos en base a méritos y aptitudes.

Evaluación post a toda capacitación.

Establecer un adecuado nivel de comunicaciones.

2.1.4. Aspectos Técnicos

No competencia con los servicios de la actividad privada.

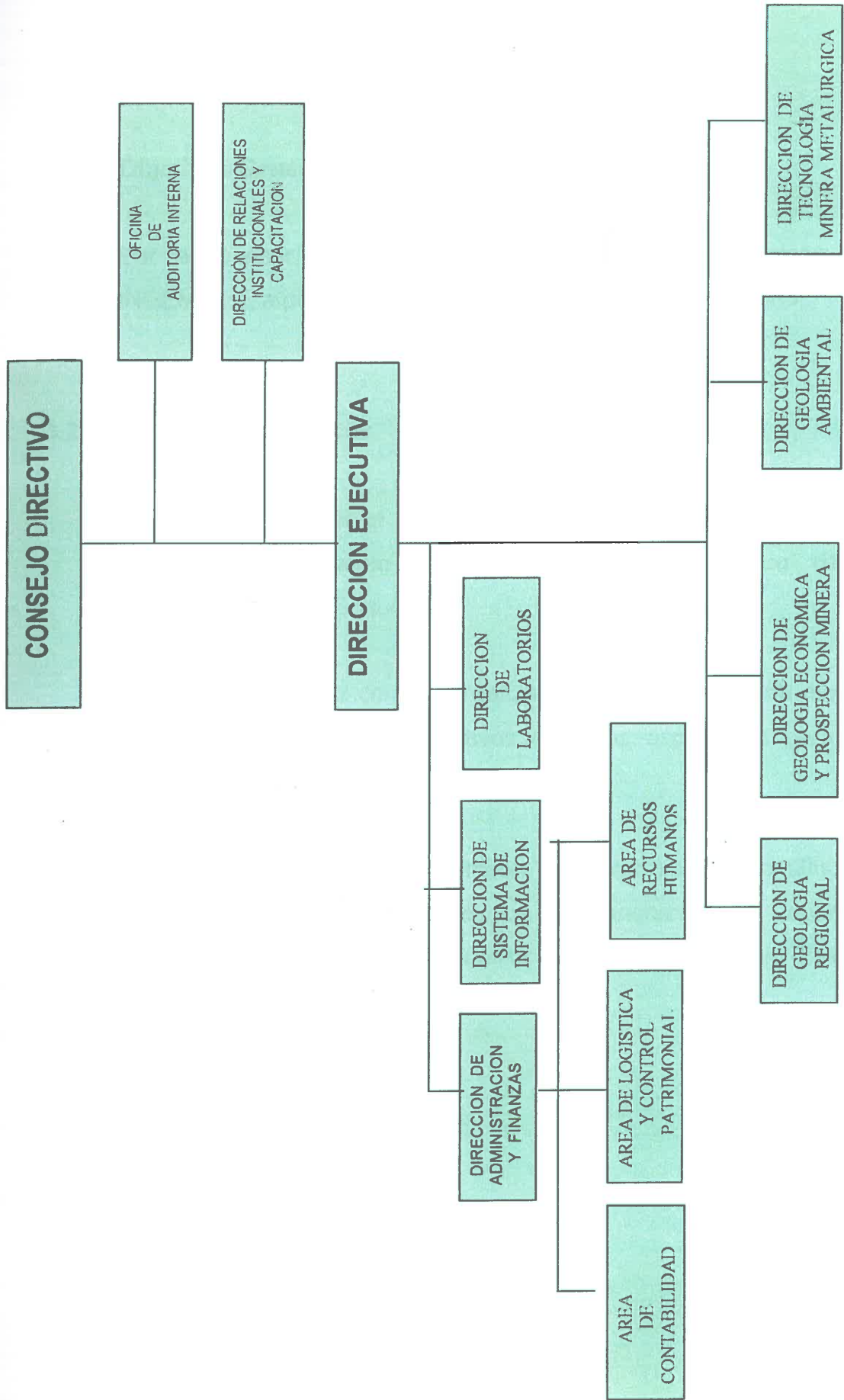
La información geológica básica estará a disposición de todo público o empresa sin restricción alguna, salvo la información confidencial.

Cobrar por todo servicio o producto.

Mantener actualizada la información.

Impulsar la Promoción y Venta de Servicios.

ORGANIGRAMA DEL INSTITUTO GEOLOGICO MINERO METALURGICO



III OBJETIVOS

3.1. Objetivos Generales

Dar a conocer como se realizan los análisis geoquímicos en el INGEMMET, a partir del desarrollo de un análisis del mercurio

3.2. Objetivos Específicos

1. Dar a conocer el tratamiento que reciben las muestras (agua, suelo, sedimento y rocas) llegadas del campo de una exploración geoquímica.
2. Dar a conocer como se realiza la descomposición de muestras geológicas usando reactivos químicos específicos para cada caso.
3. Desarrollar experimentalmente la determinación analítica del mercurio, mediante la técnica de generación de Vapor Frío, utilizando el sistema de análisis por Inyección de Flujo (FIAS).

IV RESUMEN

De la muestra traída del terreno de una exploración geoquímica o de prospección, solamente una fracción de ésta es utilizada y es la que sufre todo el proceso de tratamiento, por lo que hay que tener en cuenta las posibles contaminaciones que podrían producirse durante la manipulación y almacenamiento de la misma.

La preparación de sedimentos y suelos para análisis considera secado y tamizaje; y para rocas reducción de tamaño por chancado y molienda. Las muestras de aguas presentan problemas especiales de contaminación.

A la muestra sólida, perfectamente seca y tamizada, a una granulometría determinada, si ello fuera necesario, se pesa una cantidad mínima que sea representativa, la cuál es sometida a un proceso químico, disgregando la muestra y llevando a un volúmen determinado, lista para su determinación analítica.

Como es conocido, para obtener átomos al estado fundamental es preciso que las muestras se encuentren en disolución, por ello el primer paso a realizar será ponerla en disolución usando el disolvente adecuado. Para la descomposición de muestras geoquímicas de prospección se utilizan ácidos fuertes que generen una digestión muy enérgica con el fin de descomponer la mayoría de los minerales silicatados.

Para la elección del método analítico para muestras de exploración geoquímicas o muestras de prospección, los factores analíticos a ser considerados son su sensibilidad, ausencia de interferencias, precisión y reproducibilidad, esto se consigue usando muestras certificadas. Según sean los rangos analíticos se emplean diversas técnicas de análisis químico como Vía Clásica, Espectrofotometría UV/VIS y Absorción Atómica, utilizando técnicas analíticas por Flama, Horno de Grafito con muestreador automático para determinar elementos trazas y Sistema de Vapor Frío para determinar Mercurio, mediante la técnica por Inyección de Flujo (FIAS).

Los análisis geoquímicos más frecuentes que se realizan en el Laboratorio de Química Analítica son :

- Polimetálicos: Au, Ag, Pb, Cu, Zn, Sb, Mo, Ba, Co, Ni, Cr, As, V, W, Sn, Hg, etc.
- Elementos Mayores(roca total): Si, Al, Ti, Fe, Mn, Ca, Mg, Na, K, PxC y Humedad

- Elementos Menores : Sr, Rb, Ba.

- Carbones: Cenizas, materia volátil, carbón fijo, humedad, azufre y poder calorífico.

- Aguas: Cationes, elementos pesados, Aniones y parámetros fisicoquímicos.

En este informe se abarcará el desarrollo de metodologías de análisis geoquímicos y en la parte experimental se determinará la presencia de mercurio en muestras de prospección del proyecto : "Inventario y Estudio del Hidrotermalismo en el Sur Oriente del Perú", por la técnica de Generación de Vapor Frío de Mercurio, mediante el Sistema de Análisis por Inyección de Flujo.

V FUNDAMENTOS TEORICOS

5.1. La Carta Geológica Nacional

son mapas geológicos, donde se representan rocas, suelos, su distribución espacial, naturaleza, estructura geológicas, fallas, plegamientos, edad, así como los recursos minerales metálicos y no metálicos, recursos hídricos y otros. Estos documentos son de valiosa utilidad para la ubicación de nuevas áreas de interés minero, siendo en consecuencia muy valiosa para la promoción de nuevas inversiones mineras en el país; que permite al usuario orientar su estrategia de exploración e investigación.

5.2. Prospección Minera

Encargada de planear y ejecutar los trabajos de geoquímica regional y local, con muestreos de rocas, suelos, sedimentos, materia orgánica, aguas, etc., con la finalidad de detectar las concentraciones de elementos metálicos que indiquen la existencias de áreas de interés; ésta información es interpretada en el cartografiado geológico y terminan con la generación de mapas geoquímicos y de orientación minera.

5.3. Geoquímica

La geoquímica es la ciencia que estudia los caracteres y el comportamiento en la corteza terrestre de los diferentes elementos químicos, su distribución cuantitativa, sus combinaciones así como sus migraciones (dispersiones y concentraciones); intenta explicar estos procesos y trata de hacerlos utilizables.

Cuando un elemento químico es liberado de las rocas mediante la meteorización, su migración supergénica, es decir su movilidad y dispersión, depende en gran parte de los factores tales como la solubilidad, el pH y el Eh de un ambiente, la adsorción y reacciones competidoras.

ROCA MADRE Y SUS MINERALES

Las muestras que se usan con más frecuencia en geoquímica aplicada provienen de rocas, suelos y sedimentos fluviales. Las muestras que proporcionan los mejores datos para localizar un yacimiento, evaluar su ley, estimar su volúmen e interpretar su génesis es la roca madre.

La roca madre provee datos geoquímicos representativos del lugar de muestreo. La concentración en una mena de uno o varios elementos indicadores suele aumentar en la roca madre fresca (y en sus minerales) con la cercanía a la zona mineralizada. Además con la cantidad del elemento buscado o de elemento traza en las rocas encajantes pueden indicar cuáles podrían contener yacimientos de mena y cuáles de los elementos de la mena serán dominantes en tales yacimientos.

SEDIMENTO FLUVIAL

Suele ocurrir muy a menudo, que la roca madre no aflore extensamente para permitir un muestreo sistemático y esté cubierta y oculta un suelo de espesor variable que se desarrolló de la roca misma y de la vegetación. En este caso, el sedimento fluvial (o de aluvión) se presta como una muestra de reconocimiento representativa de los productos de meteorización de rocas en el área de río arriba.

SEDIMENTO DE LAGO

Puesto que los lagos son cuencas de sedimentación de material detrítico y de metales en solución, la concentración elevada de metales en los sedimentos de lagos puede reflejar la descarga en un lago de sedimento o de agua fluvial, o de ambos, enriquecidos con metales, así como también los metales en solución en el agua subterránea.

SUELO Y SUS COMPONENTES

El suelo residual constituye la muestra más importante para ubicar mineralización potencial debajo de la superficie terrestre. El suelo representa el área inmediata de su recolección y su contenido de metales puede dar una indicación de la concentración de estos mismos metales en la roca de donde se desarrolló el suelo.

AGUAS

En los procesos geológicos-geoquímicos activos el agua tiene un papel muy importante: en la preparación de muestras geoquímicas (por la meteorización) y en su transporte a los sitios de muestreo. El agua misma también constituye una muestra que proporciona datos geoquímicos básicos e importantes para la investigación aplicada.

El concepto en que se basa el uso del agua en la geoquímica aplicada consiste en que cuando las aguas subterráneas o fluviales se ponen en contacto con mineralización de sulfuros, ellas pueden oxidar los sulfuros con la consiguiente formación de aguas ácidas cargadas con varios metales y anión de sulfato. Estas aguas continúan su flujo direccional como parte del sistema hidrológico subterráneo hasta que se descargan en los sistemas fluviales.

Las consideraciones geoquímicas surgen de la conducta de los elementos traza durante su dispersión y la formación de anomalías geoquímicas. Las anomalías geoquímicas en suelos o sedimentos pueden resultar ya sea del transporte mecánico de partículas ricas en metales o por hidromorfismo, es decir, dispersión de iones disueltos.

5.4. Principios Básicos de Espectroscopía

Si suministramos una determinada cantidad de energía a un átomo cualquiera, que se encuentre en su estado fundamental en un estado energético, que llamaremos E_0 , esta energía es absorbida por el átomo, de tal forma que se incrementará el radio de giro de sus electrones de la capa externa llevando al átomo a un nuevo estado energético E_1 al que llamamos estado excitado.

La cantidad de energía necesaria para llevar un átomo de su estado fundamental al excitado la llamamos energía de excitación E , que será :

$$E = E_1 - E_0$$

Esta energía de excitación podemos suministrársela al átomo en estado fundamental de muy diferentes maneras, como por ejemplo:

Térmicamente, eléctricamente, mediante un rayo Laser, por inducción electromagnética, con radiaciones de diversa naturaleza, etc.

Cuando un átomo en estado excitado vuelve nuevamente a su estado fundamental, éste cede una determinada cantidad de energía cuantitativamente idéntica a su energía de excitación, pero siempre de una misma forma, emitiendo radiaciones a longitudes de onda determinadas.

$$E = E_1 - E_0 = hv$$

Todo este fenómeno lo representó Planck en una ecuación que dice:

“Un átomo en estado excitado se encuentra en equilibrio con átomos en estado fundamental emitiendo una serie de radiaciones, a diferentes longitudes de onda, características para cada uno de los diferentes elementos.

$$Me^E = Me^0 + hv_1 + hv_2 + hv_3 + \dots$$

Ecuación de Planck

La representación gráfica de la intensidad de emisión de estas radiaciones, en función de la longitud de onda, se llama espectro de emisión.

Si estudiamos los espectros de emisión de los elementos del sistema periódico, observaremos fácilmente que todos ellos presentan unos máximos de energía, pero siempre a diferentes longitudes de onda y con distinta intensidad.

5.4.1. Espectroscopía de Emisión y de Absorción

La ecuación de Planck es un equilibrio reversible, que podemos desplazar en un sentido o en otro, fundamentalmente en función de la temperatura o de la cantidad y forma de energía que suministramos a los átomos.

Si el aporte de energía es grande, la mayoría de los átomos se encontrarán en estado excitado, lo cual nos permitirá, con la instrumentación adecuada, medir la energía emitida, precisamente por los átomos excitados, a sus longitudes de onda características y, consecuentemente, poder realizar el análisis cuantitativo por espectroscopía de emisión.

Si, por el contrario, la energía que suministramos a los átomos es inferior al caso anterior, un considerable número de ellos se quedarán en el estado fundamental.

Una vez más, según la ecuación de Planck, si los átomos en estado fundamental se encuentran con radiaciones, precisamente de su misma naturaleza, la citada ecuación se desplazará de derecha a izquierda, produciéndose una absorción de esas radiaciones por los átomos en estado fundamental.

Cuando los átomos en estado fundamental se encuentran con las mismas radiaciones que ellos mismos son capaces de emitir, se producirá una absorción de las radiaciones por los átomos en estado

fundamental, desplazándose el equilibrio hacia la izquierda y pasando los átomos del estado fundamental al excitado.

El fenómeno anteriormente indicado, consistente en la absorción de radiaciones a determinadas longitudes de onda por cualquier medio absorbente, se llama Espectroscopía de Absorción. En el caso particular en que el medio absorbente, son átomos en estado fundamental, se llama Absorción Atómica.

La fuente de radiaciones características del elemento que deseamos analizar, se obtiene para cada elemento mediante una lámpara que contiene cátodo exactamente de la misma naturaleza que el elemento que queremos analizar. Por ejemplo, si queremos fabricar una lámpara de cobre, su cátodo será de cobre.

A la lámpara anteriormente indicada se le suministra una fuerte cantidad de energía, mediante una corriente eléctrica, a una diferencia de potencial e intensidad determinadas. La fuerte cantidad de energía de esta forma suministrada es capaz de excitar al cátodo en este ejemplo de cobre, para llevar sus átomos al estado excitado, emitiendo las radiaciones típicas del cobre o del elemento del cual se encuentre fabricado el cátodo.

El sistema de obtención de átomos en estado fundamental consiste básicamente en un nebulizador capaz de aportar la muestra a un sistema energético, donde se suministra a las moléculas las dosis de energía rigurosamente necesaria para romper los enlaces moleculares y llevar los átomos al estado fundamental. El sistema energético al que nos referimos suele ser generalmente una llama obtenida por la combustión del acetileno y el aire. Para aquellos elementos refractarios que requieren un mayor aporte energético tales como aluminio, silicio, titanio, vanadio, etc., se suele utilizar la llama originada por el óxido nitroso y el acetileno.

Cuando se focalizan las radiaciones características emitidas por la lámpara, de un elemento cualquiera, sobre átomos en estado fundamental de la misma naturaleza del cátodo de que esta construída

la lámpara, según la ecuación de Planck, se producirá una absorción exactamente a las longitudes de onda emitidas por la lámpara y no a otras.

Por construcción la lámpara emite a muchas longitudes de onda, y sólo una nos interesa generalmente, es preciso conducir las radiaciones que han traspasado la llama, hasta un monocromador con el poder de resolución suficiente como para poder aislar completamente la longitud de onda de interés. Al conjunto formado por monocromador, lentes, espejos y el detector, se llama sistema óptico.

Las señales a la salida del detector son procesadas por un complejo sistema electrónico capaz de medir cuantitativamente este fenómeno de absorción y permitir realizar el análisis.

5.4.2. Absorción Atómica: Sensibilidad y Límites de Detección.

La bibliografía utiliza dos conceptos diferentes para cuantificar hasta que niveles de concentración pueden analizarse cada uno de los diferentes elementos. Estos conceptos son sensibilidad y límite de detección.

La sensibilidad es la concentración que hay que introducir en un aparato de Absorción Atómica para que este produzca una señal con una intensidad del 1% de absorción; en otras palabras, en una escala de absorción comprendida entre cero y 100%, la sensibilidad será aquella concentración capaz de producir una amplitud del 1% correspondiente al valor más pequeño que podremos medir con exactitud. Si la concentración de la muestra del elemento que necesitamos determinar sospechamos pueda ser superior a su sensibilidad, lo más probable será que podamos analizarla sin dificultad.

El límite de detección se define como la concentración que hay que introducir en un aparato de absorción atómica para que éste produzca una señal con una intensidad doble que el ruido de fondo, entendiéndose por ruidos de fondo las posibles fluctuaciones en las lecturas que pueda tener el aparato por sí mismo, generalmente debidas a la lámpara electrónica y sobre todo al sistema de obtención de átomos al estado fundamental.

Factores instrumentales que influyen en la sensibilidad de un equipo de absorción atómica.

- Longitud del mechero.
- Anchura del haz de llama.
- Temperatura de la llama.
- Relación oxidante - combustible.
- Caudal de aspiración del nebulizador.
- Naturaleza de la llama.
- Resolución del monocromador.
- Intensidad de corriente de lámpara.

5.4.3. Interferencias

Se llaman interferencias la influencia que ejerce uno o más elementos presentes en la muestra sobre el elemento que se pretende analizar, los cuáles originan errores sistemáticos en las determinaciones analíticas., estas son :

- Interferencias físicas
- Interferencias espectrales
- Interferencias químicas
- Interferencias por efecto de matriz

Interferencias físicas

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

Entre los factores que ocasionan interferencias físicas podríamos citar:

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

Interferencia espectral

Definimos la interferencia espectral a la producida por radiaciones que alcanzan al detector a la misma o muy próxima longitud de onda del elemento que se está investigando. Estas radiaciones pueden provenir de la muestra o de la lámpara.

Puede encontrarse este tipo de interferencias por las siguientes causas:

- Superposición de líneas de emisión.
- Superposición de líneas de Absorción procedentes de los diferentes elementos contenidos en la llama.
- Superposición de líneas de emisión y absorción.

Interferencia por efecto de matriz

Se llama efecto de matriz la influencia que tiene el entorno que rodea a los átomos en estado fundamental que se pretenden analizar. Cuando las disoluciones son muy diluídas se puede decir que el efecto matriz

es muy pequeño, puesto que los átomos en estado fundamental, diferentes al elemento que se pretende analizar, se encuentran, por decirlo de esta manera, muy alejados del elemento de interés, gracias a lo cual la influencia del entorno sobre el citado elemento no es considerable.

Por el contrario, en muestras muy complejas, en la cual el elemento a analizar generalmente se encuentra en una gran "minoría", la influencia que tiene todo el entorno sobre el citado elemento puede interferir gravemente.

5.5. Técnicas Analíticas de Absorción Atómica

La espectroscopía de absorción atómica es una técnica que generalmente sólo precisa poner la muestra en disolución y realizar las medidas en las condiciones normales de trabajo. Sin embargo, se pueden presentar dos casos: una concentración muy alta o muy diluida que requieran una disminución o un incremento de la sensibilidad, en el primero de los casos el problema se resuelve por dilución; en el segundo caso se requieren técnicas de trabajo especiales reemplazando las partes de absorción a la flama por otras que se discutirán a continuación.

5.5.1. Técnica Analítica de Absorción Atómica por Flama

La instrumentación, para un equipo de absorción atómica, consta de los siguientes sistemas:

Sistema de obtención de radiaciones características.

Es uno de los componentes principales. Tres propiedades fundamentales debe tener cualquier fuente de radiaciones:

Monocromaticidad:

la línea de resonancia se deberá seleccionar con toda precisión exactamente a la longitud de onda del elemento a determinar, sin que se presenten líneas próximas.

Intensidad:

deberá ser lo suficientemente intensa a la longitud de onda de interés que pueda ser detectada con una buena relación señal/ruido.

Estabilidad:

suficiente como para poder realizar las medidas sin fluctuaciones considerables.

Las fuentes de radiación son de dos clases:

- De emisión continua: Deuterio, hidrógeno, xenón, tungsteno.
- De emisión discontinua: Lámparas de cátodo hueco y de descarga sin electrodos (EDL).

Sistema de obtención de átomos al estado fundamental.

Para obtener átomos al estado fundamental, es necesario suministrar a las muestras unas dosis de energía de una forma rápida y repetitiva, en cantidad suficiente como para disociar las moléculas, romper sus enlaces y llevar a los átomos al estado fundamental, procurando no rebasar este estado energético.

Cualquier disolución puede ser convertida con relativa facilidad en una dispersión muy fina de gotas de pequeño tamaño, que podrán mezclarse con un oxidante y un combustible, que al quemarse originarán una llama capaz de suministrar la energía necesaria para conseguir una considerable población de átomos al estado

fundamental. Para que los elementos de una muestra cualquiera lleguen a su estado fundamental será preciso pasar por una serie de etapas.

Dispositivos para obtener átomos al estado fundamental por absorción atómica a la flama.

Los diferentes dispositivos para obtener átomos al estado fundamental son: el nebulizador, la cámara de mezcla, mecheros y llama.

Nebulizador.- Dispositivo necesario para convertir una disolución en un vapor con un tamaño de gota muy pequeño, para que pueda mezclarse perfectamente con un oxidante y combustible y que al alcanzar esta mezcla la llama, el suministro de energía sea lo más completo posible, puesto que los líquidos son malos conductores del calor.

Cámara de premezcla.- Se encuentra inmediatamente después del nebulizador, es el lugar donde se separan la fase al estado vapor de la fase líquido, mezclándose la primera con el oxidante y el combustible de forma que al alcanzar el mechero la llama suministrará la energía necesaria para romper las moléculas en sus átomos y llevarla al estado fundamental. Consiste, generalmente, en un cilindro hueco fabricado de un material inerte (polipropileno, que además no contamina y resiste los disolventes orgánicos) y dispositivos para evitar el retroceso de la llama y de drenaje de la fase líquida.

Mechero.- Dispositivo colocado sobre la cámara de premezcla y por donde sale la llama con la temperatura suficiente para poder comunicar a las muestras la energía suficiente como para llevar los átomos al

estado fundamental. Generalmente contruidos de titanio, por ser bastante refractario y su coeficiente de dilatación lineal a altas temperaturas. El mechero usado para llamas aire/acetileno tiene una longitud de 10 cm. y el de llamas para óxido nitroso acetileno 5 cm.

Flama o llama.- Se produce en el mechero. Es el medio de aporte de energía a la muestra, que deberá efectuar una serie de etapas para obtener átomos al estado fundamental. Se dispone de los siguientes tipos de flama: aire/gas de ciudad, aire/butano, aire/propano, aire/acetileno, aire/hidrógeno, oxígeno/hidrógeno, oxígeno/acetileno, óxido nitroso/acetileno, óxido nitroso/hidrógeno, argón/hidrógeno.

Sistema óptico.- Es el conjunto de componentes necesarios para conducir las radiaciones emitidas por las lámparas a través del sistema de obtención de átomos en estado fundamental y el monocromador hasta llegar al detector. El Sistema óptico está formado por los siguientes componentes:

- Espejos
- Lentes
- Redes de difracción
- Láminas plano paralelas
- Obturador.

Sistema electrónico.- Una vez producida la absorción, las radiaciones son conducidas a través de todo el sistema óptico hasta el detector, el cual convierte la energía a la longitud de onda determinada por el monocromador en una señal eléctrica. En absorción atómica se utiliza un fotomultiplicador como detector.

5.5.2. Técnica Analítica de Absorción Atómica por Horno de Grafito.

Como hemos visto en la sección de instrumentación, para obtener átomos al estado fundamental es necesario suministrar a la muestra diferentes dosis de energía en cantidad suficiente como para disociar las moléculas, romper sus enlaces y llevar los átomos que lo constituyen al estado fundamental. Para realizar de una forma repetitiva todas estas operaciones el dispositivo de aporte energético más utilizado es una llama, desgraciadamente una llama realiza todos estos pasos en un tiempo muy breve incontroladamente.

Una forma de controlar las etapas necesarias para llevar los átomos que constituyen una muestra a su estado fundamental es suministra la energía programadamente por medios electrotérmicos. Para ello depositamos la muestra sobre un tubo de grafito de unos 5 cm de longitud y 7 mm diámetro, y a sus extremos le aplicamos una pequeña diferencia de potencial (5 - 10 V) a una intensidad de corriente muy alta (350 - 500 A). Para evitar se queme el tubo de grafito hacemos pasar una pequeña corriente de un gas inerte.

La cámara de grafito funciona de la siguiente forma:

Un pequeño volumen de muestra (10 - 20 μL) se introduce en el horno, con una micropipeta (autosampler), por un pequeño orificio que tiene el tubo en su parte central.

A continuación se controla la corriente eléctrica para obtener una diferencia de potencial tal que nos permita alcanzar una temperatura de 100 °C para eliminar el disolvente durante un tiempo programado previamente, seguidamente la fuente de alimentación incrementará automáticamente la diferencia de potencial hasta el valor necesario para que el tubo de grafito alcance la temperatura seleccionada durante el tiempo que se considere necesario como para destruir la matriz. Finalmente, automáticamente la fuente de alimentación

incrementará el voltaje, de tal forma que se alcance la temperatura necesaria (temperatura de atomización) para llevar los átomos al estado fundamental.

Como el tubo de grafito se encontrará dentro del camino óptico, perfectamente alineado, al atravesar las radiaciones emitidas por la lámpara, la nube de átomos en estado fundamental, se producirá como es habitual una absorción función de la población de estos átomos en estado fundamental.

Optimización de condiciones del horno

El análisis por flama, disolución de la muestra, disociación de la matriz y la generación de átomos al estado basal del analito, ocurre virtualmente instantáneamente. En determinaciones de Horno, los mismos procesos ocurren secuencialmente durante el secado, pretratamiento térmico (calcinado) y atomización. Un análisis realizado con el horno requiere un período de tiempo más largo y cuidadosa selección de los pasos de temperatura para asegurar que cada proceso es corrida efectivamente; muchas muestras pueden ser analizadas con el horno de grafito, usando las temperaturas para los respectivos pasos mencionados en las condiciones recomendadas y adecuados períodos de tiempo.

Con muestras complejas, conteniendo composiciones no conocidas, es esencial chequear si las condiciones recomendadas pueden ser usadas directamente o si las alteraciones son necesarias para obtener resultados óptimos. Estas alteraciones pueden incluir tiempo y temperatura y/o el uso de pasos de pretratamiento adicionales previo a la atomización.

El propósito de todo programa de pretratamiento térmico en el Horno es para descomponer y/o remover todos los materiales acompañantes tan totalmente como sea posible, ya que la atomización

del elemento analito pueda ser corrido sin interferencias. Los sucesos de esta separación es determinado por las propiedades físicas de todos los materiales y componentes presentes en la muestra matriz.

Cuando los materiales que le acompañan al analito son mas volátiles que éste, la separación es mas fácil.

Selección del programa

Para un análisis por espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito, la muestra normalmente debe ser secada, térmicamente pre-tratada y atomizada. El número de pasos de programa requeridos para una determinación es dependiente más de la naturaleza de la muestra.

Los pasos de secado y pre-tratamiento térmico son cruciales para un análisis donde el elemento bajo estudio es totalmente libre de matriz, se da lugar a una adecuada atomización.

Para soluciones acuosas, un programa de tres pasos comprendido en secado, pre-tratamiento térmico y atomización pueden ser suficientes. Muchas muestras tienen matrices complejas como materiales biológicos, aceites combustibles, etc., requieren programas con más pasos.

Temperatura y tiempo de secado

La fase de secado de la muestra, donde se elimina el disolvente, es realmente la más importante. Son críticas tanto el tiempo como la temperatura seleccionada; si el tiempo es corto o la temperatura alta puede ocurrir que se produzca salpicaduras, pérdidas o muy desigual distribución de la muestra en el tubo de grafito.

El secado deberá realizar durante un tiempo, al menos, de un número de segundos dobles que el número de microlitros de muestra inyectada. La temperatura de secado deberá ser la adecuada al

disolvente que se pretende volatilizar. Es recomendable usar dos etapas de secado, empezando a una temperatura 20% inferior a la del punto de ebullición e incrementarla lentamente hasta una temperatura 20% superior al punto de ebullición del disolvente; operando de esta forma no se producirá ninguna salpicadura y la muestra quedará uniformemente distribuida.

La temperatura del tubo es elevado lentamente a un valor cerca de 20 a 40°C por encima del punto de ebullición del solvente. A 5 seg. del tiempo de rampa, a una temperatura de 120 a 160°C debe ser típico para una dilución acuosa. Para muestras desconocidas se usa el espejo dental para observar el secado de la muestra sobre la plataforma del tubo de grafito, la gota de muestra debe decrecer en tamaño lenta y constantemente durante el paso del secado y debe ser completado antes de que el siguiente paso empiece; si se observa dispersión el secado está procediendo rápidamente y debe ser controlado por el incremento de tiempo de rampa o decrecimiento de la temperatura.

Temperatura y tiempo de pretratamiento térmico

El paso de pretratamiento térmico es usado para remover en lo más posible la matriz antes de la atomización; éste decrece la posibilidad de interferencias químicas y reduce la magnitud de la señal de background.

La destrucción térmica de la matriz no presenta problema cuando se pretende analizar elementos inorgánicos en aguas muy puras. Por el contrario presenta graves dificultades cuando la matriz es complicada o contiene materia orgánica. En estos casos también será necesario combinar adecuadamente el tiempo y la temperatura. Para establecer estos valores será preciso conocer la presión de vapor de los componentes, así como la temperatura de volatilización del elemento que se pretende determinar. Si la temperatura del pre-tratamiento

térmico es demasiado alta para una matriz en particular es probable que en esta fase se pierda parte del elemento de interés antes del período de atomización, con la consiguiente disminución de la lectura final. Este problema lo presenta el Mercurio, Arsénico, Cadmio, Plomo; los cuales se vaporizan a unos pocos cientos de grados centígrados. En este caso particular se deberá añadir a la muestra algún producto fijador de los elementos volátiles que sea perfectamente estable a la lectura de pre-tratamiento térmico.

Para elegir el programa de pre-tratamiento térmico se deberá tener en cuenta los siguientes factores:

- a. Un tiempo de pre-tratamiento suficientemente largo y una temperatura de pretratamiento bastante alta debe ser usado para volatilizar completamente las interferencias o "smoke" que producen algunos componentes matriz.
- b. El tiempo de pre-tratamiento debe ser bastante corto y la temperatura bastante baja para asegurar que no se pierda analito durante el paso de pre-tratamiento térmico.

Ambos de estas metas pueden usualmente encontrarse para elementos(o componentes) de baja volatilidad en matrices que son fáciles para calcinar o para volatilizar a temperaturas bajas. Para elementos que forman componentes volátiles éste puede ser más difícil y es requerido una temperatura de pre-tratamiento más baja que el óptimo para remover la matriz y para evitar la pérdida del elemento.

La temperatura máxima para pre-tratamiento térmico es determinado por la estabilidad térmica del elemento bajo estudio o por la matriz en el cual está presente.

La incompleta destrucción de la matriz producirá lecturas incorrectas en el período de atomización.

Temperatura y tiempo de atomización

La temperatura seleccionada para atomización debe ser bastante alta para garantizar volatilización completa del elemento analito entre unos pocos segundos. La temperatura más baja debe ser seleccionada, el cual de máxima o cercanamente máxima sensibilidad en absorbancia integrada o absorbancia peak. Una relación de calentamiento rápido y una temperatura de atomización baja son generalmente preferibles o relaciones de calentamiento lento y temperaturas de atomización muy alta.

La temperatura al cual un elemento es volatilizado depende más de las propiedades del componente en el cual esté presente; es por ello la importancia del uso del modificador de matriz.

El tiempo de atomización es generalmente seleccionado a ser tan corto como sea posible, para dar una completa volatilización. La observación del pico de atomización a temperatura óptima, indicará el tiempo requerido antes que la señal de atomización retorne a la base.

Si el tiempo de atomización es también corto, algo del elemento analito puede ser retenido en el horno y dar resultados erróneos para las muestras sucesivas. Completa volatilización y retorno de la señal a la base es particularmente importante cuando trabajamos con absorbancias integradas, porque el área de la señal entera debe ser integrada; por otra parte la precisión puede ser degradada si el tiempo de integración seleccionado es mucho más largo que el necesario, este es porque el ruido de la base está incluida en la señal de integración.

Modificador de matriz

El modificador de matriz ha sido propuesto como una técnica para dar mejor separación del analito de los componentes matriz, haciendo la matriz más volátil y/o estabilizando el analito.

El modificar de matriz reduce las interferencia espectrales químicas, dejando al analito bien definido; esto permite usar condiciones de pre-tratamiento térmicos bien definidos para una variedad de muestras.

5.5.3. Técnica Analítica de Absorción Atómica por Sistema de Análisis de Inyección de Flujo (FIAS), para la generación de Vapor Frío de Mercurio.

Desde que los átomos de la mayoría de los elementos no pueden existir en estado libre, fundamental a la temperatura ambiente, se debe aplicar calor a las muestras para romper los enlaces que combinan los átomos en moléculas. La única excepción notable a esto es el mercurio. Los átomos de mercurio libre pueden existir a la temperatura ambiente y por eso, el mercurio puede ser medido mediante la absorción atómica sin una celda caliente.

En la técnica de Vapor Frío, el mercurio es químicamente reducido a su estado atómico libre mediante la reacción de la muestra con un agente reductor fuerte como el cloruro estañoso o borohidruro de sodio, en un sistema cerrado de reacción. El mercurio libre volátil es luego conducido del recipiente de reacción por medio del burbujeo de aire o argón a través de la solución, los átomos de mercurio son llevados en la corriente de gas a través de tubos conectados a una celda de absorción, la cual está ubicada en el paso de luz del espectrómetro de AA.



El sistema de análisis por inyección de flujo (FIAS), es el método más moderno de flujo continuo, que es usado en espectroscopia de absorción atómica para complementar y extender las técnicas de flama y MHS (Mercury Hydride System). Se basa en introducir volúmenes de muestra medidos con una gran precisión en una corriente, donde la muestra y reactivos se transportan a través de tubos de plástico flexible por la acción de una bomba peristáltica hacia la celda de reacción, donde se libera el mercurio metálico o el hidruro (As, Se, Te, Sb, Bi, Sn, Ge) correspondiente, que luego es transportado por una corriente de gas inerte (N_2 o Ar) al atomizador, donde es medido espectroscópicamente por absorción atómica.

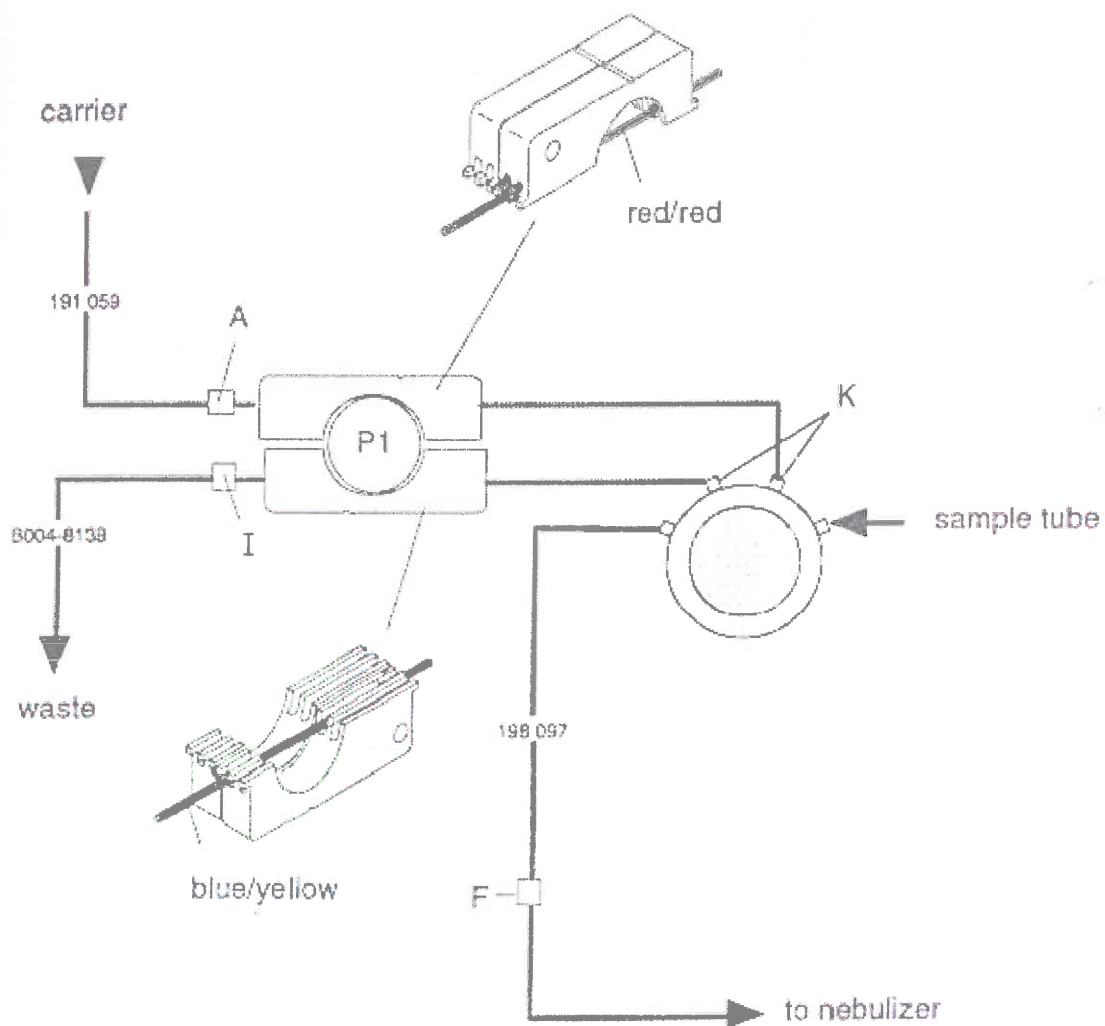
El FIAS - 100, es un accesorio automatizado para el espectrofotómetro de AA, que permite la determinación de alta sensibilidad de Hg y de elementos que forman hidruros volátiles.

Componentes del FIAS – 100 :

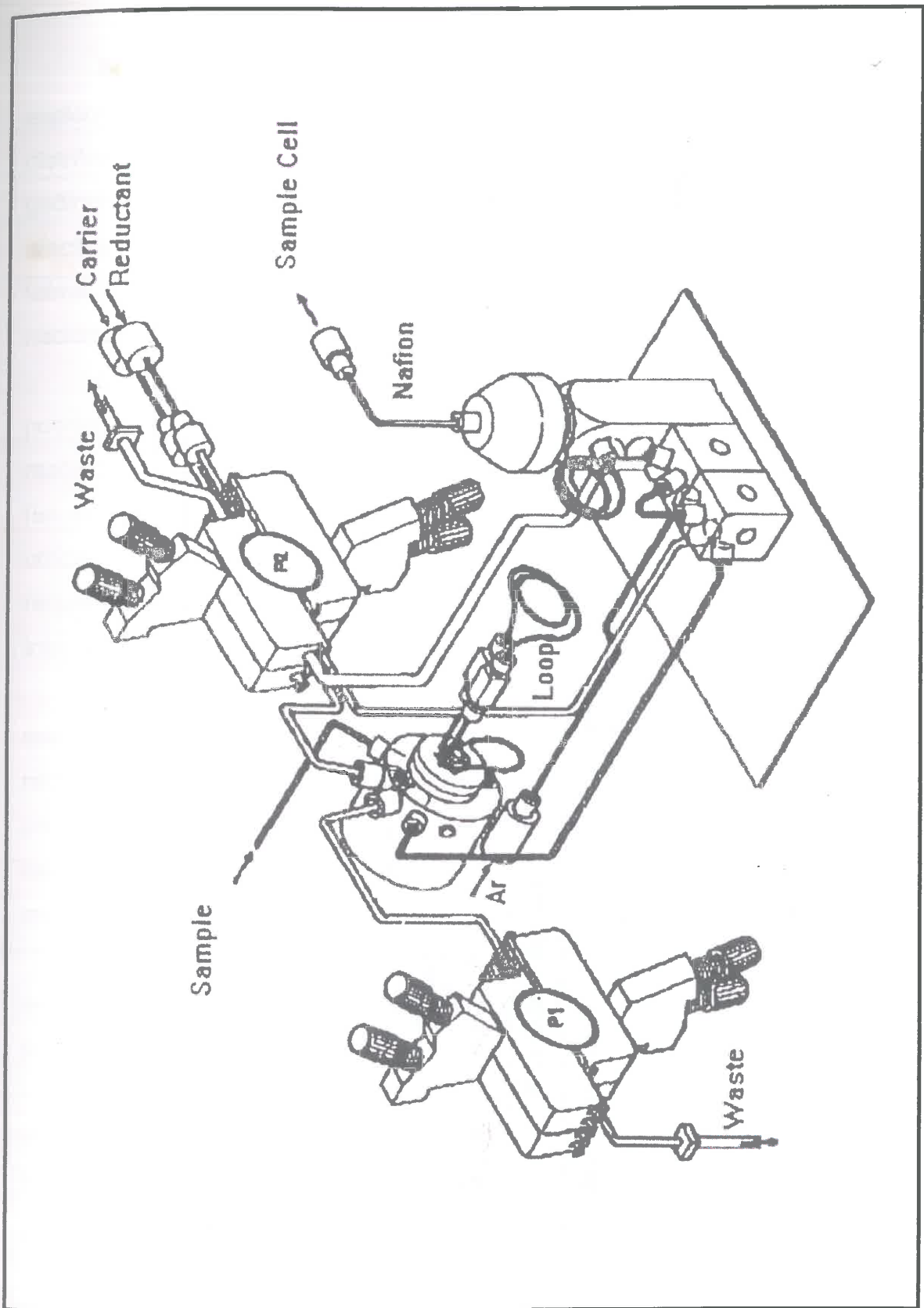
- Bomba Peristáltica
- Válvula de Inyección
- Sistema de mezcla "Chemifold"
- Gas de arrastre
- Lazo de reacción " Reaction coil"
- Separador gas – líquido
- Tubo de cuarzo atomizador
- Lazo de muestra

En la lámina N° 1, se presenta los accesorios del FIAS – 100 , que se utiliza para la obtención del mercurio en su estado atómico, por la técnica de generación de vapor frío, mediante el Sistema de análisis por Inyección de Flujo.

ACCESORIOS DEL FIAS-100



Note: arrange the tubing between the valve and nebulizer to be as short as possible



SISTEMA DE INYECCIÓN POR FLUJO PARA EL ANÁLISIS DE MERCURIO POR ARRASTRE DE VAPOR

VI METODO DE ANALISIS

El análisis químico, tiene importancia fundamental en la prospección y exploración geoquímica porque brinda al geólogo información de la abundancia, distribución, migración y leyes que rigen la movilidad de los elementos; es decir el geólogo en una exploración de minerales con los resultados analíticos puede efectuar la medición sistemática de las propiedades químicas que sucedieron en forma natural en un material para el conocimiento en profundidad del territorio nacional.

Las concentraciones de los elementos traza en rocas, suelos y sedimentos, pueden ir desde valores típicos en la corteza terrestre hasta niveles de explotación, razón por la cual hay una considerable variación en las características químicas y físicas de las muestras, por ello la variación de métodos de análisis que deben ser utilizados, desde instrumentales en ppb, hasta métodos clásicos en porcentaje, requieren de una selección adecuada de sensibilidad con la ausencia de interferencias en los diferentes tipos de materiales.

Teniendo en cuenta la dispersión de un elemento, tanto la preparación y el método analítico deben ser escogidos para resaltar el contraste de las anomalías y reducir la probabilidad de resaltar falsas anomalías. Con respecto a los procedimientos del laboratorio, una buena metodología debería considerar un tamaño óptimo de partícula de tal forma que un análisis total o parcial permita el mayor contraste de la anomalía.

El geólogo sabe que existe una movilidad relativa de ciertos elementos según el pH del medio ambiente y esto va a incidir en la elección del método para la preparación de muestra.

El límite de detección esperado para Absorción Atómica, está considerado en relación al promedio de la abundancia en la corteza terrestre de los elementos. Ninguna técnica entrega una adecuada sensibilidad para todos los elementos que podrían ser de interés en una exploración geoquímica.

Para la elección del método analítico los factores analíticos a ser considerados son su sensibilidad, ausencia de interferencias, precisión y reproducibilidad, esto se consigue usando muestras certificadas.

La Absorción Atómica es el método más útil y más utilizado hoy día por la mayoría de los laboratorios geoquímicos por la sencillez de su operación, su sensibilidad (partes por millón), la exactitud de los datos, la rapidez de análisis una vez que se han preparado las muestras y su capacidad multielemental.

Además de la Absorción Atómica a la llama, tenemos el análisis sin llama, que es el Horno de Grafito, que se usa para la atomización electrotérmica de las muestras; el vapor pasa a través de la luz de una lámpara de tipo cátodo hueco o descarga sin electrodos, mediante esta técnica, los límites de detección de los elementos bajan significativamente, así como también los efectos de matriz cuando se alcanzan temperaturas elevadas y uniformes.

Respecto a la elección del método analítico es evidente que una misma muestra podría ser analizada por diferentes procedimientos, dependiendo de los objetivos del análisis y las facilidades disponibles.

El análisis de todo material natural implica 3 etapas fundamentales: Preparación de la muestra, digestión y finalmente determinación.

6.1. Tratamiento de Muestras

Los procesos de preparación de las muestras y su puesta en solución están íntimamente relacionadas, por lo cual se podría decir que un resultado puede ser tan bueno como lo es la muestra, en otras palabras, si la muestra proporcionada al analista es homogénea y representativa del total del material y un apropiado método analítico es correctamente usado, el resultado puede ser válido para el total del material. Ahora si el proceso de muestreo es aceptable y es necesario tener la muestra en solución, entonces se podría decir que el resultado es tan bueno como la disolución de la muestra.

El siguiente cuadro esquematiza y resume los tipos de tratamiento por etapas:

MATERIAL	PREPARACION DE MUESTRAS	DISOLUCION DE MUESTRAS	METODO ANALITICO
ROCAS	SECADO CHANCADO MOLIENDA	DISOLUCION O ATAQUE ACIDO FUSION	ABSORCION ATOMICA : -Flama -Arrastre de vapor ENSAYO AL FUEGO COLORIMETRIA
SUELOS SEDIMENTOS	SECADO DISGREGACION TAMIZADO CALCINACION A 650°C	DISOLUCION O ATAQUE ACIDO FUSION	ABSORCION ATOMICA : -Flama -Arrastre de vapor ENSAYO AL FUEGO COLORIMETRIA
VEGETACION	SECADO CALCINACION A 650°C	ATAQUE ACIDO	ABSORCION ATOMICA COLORIMETRIA
AGUA	CATIONES : FILTRACION ACIDIFICACION A UN pH < 2 EVAPORACION ANIONES :		ABSORCION ATOMICA -Flama -Horno de grafito -Arrastre de vapor ABSORCION ATOMICA : -Flama COLORIMETRIA VOLUMETRIA GRAVIMETRIA ION SELECTIVO

La preparación de sedimentos y suelos para análisis considera secado y tamizaje, y para rocas reducción de tamaño por chancado y molienda. Muestras de aguas presentan problemas bastantes diferentes, donde lo principal es asegurar que su composición no sea alterada con los cambios, los cuales comienzan desde el momento de la toma de muestra.

De la muestra traída del terreno, solamente una fracción de esta es utilizada y es la que sufre todo el proceso de manipulación, por lo cual hay que tener presente los posibles contaminantes que podrían producirse durante las operaciones y el almacenamiento.

Contaminantes potenciales

Material	Posibles contaminantes
Platos de molienda de acero y hierro	Fe, Co, Cr, Cu, Mo, Mn, Ni, V.
Platos cerámicos de alúmina	Al, Cu, Fe, Ga, Li, Ti, B, Ba, Co, Mn, Zn, Zr.
Carburo de Tungsteno	Co, Ti, W.
Agata	SiO ₂
Material de envase	
Polietileno	Ti, Ba, Zn, Cd.
Polipropileno	Ti.
PVC	Ti, Zn, Na, Cd.

El grado de contaminación varía de acuerdo a la dureza de la muestra y del tiempo de pulverización empleado.

6.1.1 Aguas

Las aguas naturales pueden ser analizadas por metales traza y pH y más a menudo por aniones (Cl^- , SO_4^{2-} , HCO_3^- , CO_3^{2-} y F^-), temperatura, conductividad y oxígeno disuelto. Las determinaciones de pH y aniones deben hacerse lo antes posible desde su recolección, de preferencia en el terreno. Para la determinación de metales traza normalmente se requiere el almacenamiento y envío al laboratorio. Durante el almacenamiento las bajas concentraciones de metales presentes en el agua son susceptibles al cambio debido a la actividad bacterial, a la contaminación de los recipientes y pérdidas por adsorción en las paredes del recipiente.

Para la toma de muestras en el terreno normalmente se usan frascos de polietileno o polipropileno en lugar de vidrio. Sin embargo, muchos metales traza de importancia son incorporados en el plástico durante su elaboración. El Zinc es uno de los más problemáticos. Para prevenir contaminaciones es conveniente un completo lavado de botellas y tapas, primero con ácido nítrico o clorhídrico al 50%, luego con abundante agua destilada y finalmente ambientar con el agua a recolectar.

Se ha detectado, que niveles de contaminación bastante bajos, se han presentado en aguas ultra pura almacenadas durante cuatro años en frascos de polietileno lavados con ácidos.

Para evitar las pérdidas por adsorción en las paredes de los envases, una variedad de procedimientos especiales han sido sugeridos. Acidificación a pH 1 con HCl y adición de 50 mg de Br por litro es efectivo para oro y adiciones de solución de permanganato o dicromato previenen pérdidas de Hg. Procedimientos de preservación de aplicación general para muchos elementos traza es la acidificación a pH menor de 2 con HNO_3 (2 ml / l muestra). Sin embargo, a menos que la muestra haya sido filtrada previamente, el aumento de la acidez lixivía elementos contenidos en los sedimentos en suspensión

aumentando el contenido de los metales disueltos. Por lo tanto filtraciones inmediatamente después de la recolección deberían proceder a la acidificación. Desafortunadamente filtraciones, en particular a través de filtros standard para muestras de agua de 0.45 μm , puede significar mucho trabajo en terreno.

6.1.2. Suelos y sedimentos

La preparación de suelos y sedimentos involucran secado, luego disgregación y tamizado para separar el tamaño de fracción elegido para el análisis. Un tamiz de malla 80 (177 μm), es usado usualmente porque la fracción inferior a mallas 80 se ha encontrado que da un buen contraste a las anomalías, además de ser abundante en muchos suelos y sedimentos donde la obtención de pocos gramos para el análisis no presenta dificultades.

Suelos y sedimentos deben ser recogidos en bolsas de papel altamente resistente a la humedad en la cual pueda ser secada la muestra sin abrir el paquete. En climas calientes no húmedos es suficiente poner la bolsa bajo el sol. Desecadores de gabinetes eléctricos son usados en los laboratorios. Para evitar que las muestras lleguen a barro reseco, lo cual haría más difícil la disgregación, las temperaturas no deben superar los 65 $^{\circ}\text{C}$. Se han reportado pérdidas de hasta el 42% del Hg contenido en suelos secados a 80 $^{\circ}\text{C}$ en lugar de 20 $^{\circ}\text{C}$, y otros volátiles, tales como "Se" podrían perderse.

Una vez seca la muestra puede ser disgregada y tamizada. El objeto de la disgregación no es para moler el material sino para romper las aglomeraciones y trozos y obtener así la distribución de tamaño natural. La mejor forma de obtenerlo es mediante una suave molienda en un mortero de porcelana. La muestra es tamizada a través de un tamiz de seda o de nylon, también podría utilizarse de acero inoxidable pero son más caros y deben ser tratados con cuidado porque normalmente se utiliza soldadura de plata en su fabricación. Entre

muestra y muestra el equipo debe ser limpiado con brocha o aire comprimido.

6.1.3. Rocas

Muestras de rocas recolectadas por los geólogos son sometidas a un tratamiento de preparación mecánica muy diferente al de suelos y sedimentos. La cantidad mínima varía de 1.00 a 5.00 Kg. (ésta depende de la zona en estudio, considerando que debe ser la más representativa).

La muestra se le somete a un secado de 60°C, para luego proceder con un chancado primario. La muestra se homogeniza y se realiza un cuarteo (si es necesario), se continúa con el chancado secundario con su respectivo homogenizado y cuarteado. Finalmente la muestra se pulveriza (\pm 150 Mallas) y se homogeniza.

Para evitar contaminaciones antes y después de pasar cada tipo de muestra, todos los materiales y equipos deben de limpiarse con una carga de cuarzo o sílice pura, manteniendo en todo momento encendido el sistema de extracción de polvos.

El análisis químico para una roca mayormente es por elementos mayores; es decir a aquellos que se encuentran en mayor porcentaje como: Si, Al, Ti, Fe, Ca, Mg, Mn, Na y K, como óxidos..

6.2. Descomposición de Muestras Geológicas

Para la descomposición de la muestra se ofrecen varias alternativas que van desde la disolución con ácidos fuertes, la fusión que permite liberar la mayoría de los elementos traza o lixiviación con reactivos comparativamente suaves. Este último puede ser usado ya sea para liberar metales débilmente adsorbidos o para dejar en libertad metales asociados.

6.2.2. Muestras sólidas

Como es conocido, para obtener átomos al estado fundamental es preciso que las muestras se encuentren en disolución, por ello el primer paso a realizar será ponerla en disolución usando el disolvente adecuado.

La muestra sólida, perfectamente seca y tamizada, a una granulometría determinada, si ello fuera necesario, se pesará una cantidad (la mínima que sea representativa), diluirla a un volumen final determinado de forma que la concentración esperada del elemento de más baja concentración se encuentre comprendido en el rango óptimo de trabajo para el elemento a analizar.

Para la descomposición de muestras geoquímicas de prospección (rocas, suelos y sedimentos), se utilizan ácidos fuertes que generen una digestión muy enérgica con el fin de descomponer la mayoría de los minerales silicatados.

La digestión Ácida Mixta (ácido perclórico, agua regia y ácido fluorhídrico), se recomienda para el análisis químico de polimetálicos y de elementos mayores, más no para el arsénico (As), ya que se volatiliza a temperaturas mayores de 65 °C., para ello se recomienda el uso de ácido perclórico más ácido nítrico a temperatura de digestión < 65°C.

Para el caso del Mercurio (Hg), su tratamiento de descomposición se realiza utilizando ácido nítrico, ácido sulfúrico y ácido perclórico a temperatura < 20°C., para evitar volatilización del elemento.

Es muy importante que en un lote de muestras geoquímicas de prospección se corran tanto blancos como muestras controles (muestras certificadas), procurando que tengan el mismo proceso de

digestión de manera que las cantidades que lleguen a la llama sean iguales y las lecturas comparables.

Ahora, si la muestra no se disuelve totalmente y el residuo no tiene interés analítico, las partículas sólidas se eliminan por centrifugación o por filtración.

6.2.1.1. Disolución de sólidos inorgánicos.

La disolución de sólidos inorgánicos como: minerales, aleaciones, se puede realizar por los siguientes caminos:

En agua destilada: Cuando la muestra es soluble, se calienta para completar la disolución.

En ácidos diluidos: Si la muestra no es soluble en agua se calienta para aumentar la velocidad de solubilización. Los ácidos utilizados son: ácido clorhídrico, ácido nítrico.

En ácidos concentrados: Se realiza cuando no se pueden solubilizar las muestras por el procedimiento anterior. Una vez terminado el ataque se continúa el calentamiento para llevar la muestra a sequedad, el residuo obtenido se extrae bien con ácido diluído o con agua destilada.

Con un reactor a presión: Se usa cuando se precise disolver muestras que requieren un tratamiento químico enérgico y no se pueden perder volátiles por la temperatura o su velocidad de disolución es muy lenta. El reactor a presión se compone de un vaso de reacción fabricado de un derivado del teflón, completamente inerte y de unas propiedades mecánicas determinadas. En su composición no puede entrar silicio. El vaso

de reacción se aloja en un recipiente cilíndrico de acero o aleación de aluminio, de alta capacidad calorífica y gran resistencia a la presión (Hermético).

6.2.1.2. Disolución de sólidos orgánicos

Típicamente: alimentos, plantas, polímeros, etc. Se debe seguir los siguientes caminos:

Digestión Enérgica: De la misma forma que en el caso anterior, con la adición de ácidos oxidantes fuertes como el perclórico. (Precaución: el ácido perclórico llevado a sequedad explosiona).

Calcinación: Es una buena técnica, mineraliza la materia orgánica fácilmente y en seguida se sigue el camino de disolución para sólidos inorgánicos. Tiene el inconveniente de poder perderse elementos como el mercurio, arsénico y selenio.

En reactor a presión: Idéntica forma al caso de sólidos inorgánicos.

6.2.2 Muestras líquidas

Suelen llegar al laboratorio generalmente como soluciones acuosas orgánicas o inorgánicas; tales como aguas residuales, aguas potables, aguas de mar, bebidas, etc. Requieren una preparación muy simple: dilución, adición de agentes complejantes, procesos de desgasificación y concentración. Estas operaciones son muy sencillas, para diluir basta con aforar adecuadamente, la concentración se puede realizar por: evaporación, intercambio iónico o extracción con disolventes orgánicos.

Para algunos elementos con muy baja abundancia, la preconcentración será invariablemente necesaria al ser analizado por Absorción Atómica. Esto también válido para la determinación de la mayoría de los elementos traza en aguas naturales.

6.3. Determinación Analítica

La Determinación analítica de muestras geológicas se efectúa bajo las siguientes técnicas:

1. Espectrofotometría de Absorción Atómica (AAS).

Espectrofotómetro Perkin Elmer, Mod. 3100, con corrector de fondo (lámpara de Deuterio), con sistema PC, configurado para determinaciones con:

- Flama (concentraciones en ppm)
- Horno de grafito (concentraciones en ppb, análisis de aguas y sedimentos).
- Sistema de vapor frío (para analizar Hg).

Espectrofotómetro Perkin Elmer: ANALYST - 300, Automatizado, con Sistema de Análisis por Inyección de Flujo (FIAS).

Cuenta con un FIAS - 100, para la técnica de análisis de MHS (Mercury Hydride System).

2. Ensayo al fuego (Fire Assay).

- Ensayo al fuego combinado con Espectrofotometría por Absorción Atómica.
- Gravimetría.

3. Colorimetría.

- Fotocolorímetro UV/visible Hitachi-Modelo : 100-60

4. Volumetría.

A continuación se dá algunas metodologías de análisis geoquímicos más importantes que se realizan en el laboratorio de química analítica del Ingemmet.

6.3.1. Muestras de rocas y sedimentos

Ag, Cu, Pb, Zn, Fe, Cd, Co, Ni, Cr, Sb, Bi, Cs, Mo, V.

- Se Toma 1 g. de muestra y se vierte en un vaso de teflón abierto.
- Se agrega 2 ml de HClO_4 y se lleva a la plancha caliente hasta sequedad (sólo a sedimentos o cuando las muestras no son oxidadas o presentan materia orgánica).
- Se agregar 5 ml de HNO_3 y luego 5 ml de HCl y se lleva a pastoso.
- Se bajar de la plancha y se dejar enfriar.
- Se agrega 1ml de HF en el caso de sedimentos y 3 ml en el caso de rocas y se lleva a sequedad total sobre la plancha caliente.
- Se agrega 5 ml de HCl y se deja secar completamente en la plancha.
- Se afora en fiola de 25 ml, disolviendo con agua destilada y HCl al 20 % para Ag y al 10% para los otros elementos.
- Se añade la solución soporte cuando corresponda.
- Se agita y se decanta.
- Determinación por E.A.A. – Flama

Límites de detección (LD), ppm :

Ag	0.25	Sb	5.00
Cu	0.50	Cs	5.00
Pb	0.50	Ni	0.50
Zn	0.05	Co	1.00
Fe	0.50	Cr	1.00
Mo	2.00	Bi	2.00
Cd	0.50	V	15.00

As

- Se toma 3 g de muestra (vaso de vidrio de 250 ml).
- Se agrega 30 ml de una mezcla $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1).
- Se tapa con luna de reloj y se calienta en la plancha a temperatura inferior a 50°C por 1 hora.
- Se destapa y se aumenta la temperatura a 110°C , se lleva a pastoso.
- Se enrasa en fiola de 25 ml, se agita y se decanta.
- Determinación por E.A.A.-Flama.

LD (ppm) = 5

Au

PROCESO DE FUNDICIÓN O ENSAYO AL FUEGO COMBINADO CON DETERMINACIÓN POR ABSORCIÓN ATÓMICA

- Se pesa una muestra de 30 g en crisol refractario.
- Se mezcla con 80 g. de fundente hasta obtener una mezcla homogénea y sin grumos.
- Haciendo un agujero en el centro, se agregan en éste 4 - 5 gotas de AgNO_3 al 15% más 15 - 20g de bórax.
- Se lleva el crisol al horno por 1 - 1.5 horas a $950^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ para realizar la escorificación y así obtener el régulo Pb-Au-Ag
- Se vacía la fundición para que se enfríe y se saca el régulo para darle forma cúbica.
- Se calienta en el horno la copela por 30 minutos, para después colocar el régulo en ésta.
- Se copela a 850°C , con la puerta del horno abierta para así eliminar los gases. Al finalizar de la copelación se obtendrá un botón de Au - Ag.
- Se retira la copela del horno y se deja enfriar junto con el botón.
- Se retira el botón de la copela para limpiarlo, laminarlo y se coloca en un crisol de porcelana.
- Se ataca el botón con HNO_3 al 15 % hasta 2/3 del volumen del crisol y se coloca en plancha tibia para disolver la plata, se observará la presencia de oro por la formación de unas pepitas negras en el fondo del crisol.
- Se lava las partículas de oro con agua ultrapura.

Rangos mayores de 10 ppm:

- Se seca y se calcina con el mechero hasta que las partículas tomen el color natural del oro.

- Se pesa el oro.
Determinación Gravimétrica.

$$LD \text{ (gAu/TM)} = 10$$

Rangos menores de 10 ppm:

- Se disuelve con agua regia
- Se enrasa al volúmen según la concentración de la muestra.
Determinar por E.A.A.-Flama

$$LD \text{ Flama (gAu/TM)} = 0.01$$

6.3.2. Muestras no metálicas

Se encuentran el grupo de las arcillas, feldespatos, calizas, yeso, dolomitas, etc.

SiO₂, Al₂O₃, TiO₂, Fe₂O₃, MnO, CaO, MgO, Na₂O, K₂O, Ba, Sr, Li, Rb, etc.

- Se toma 0.2 - 1 g de muestra en vaso de teflón con tapa hermética.
- Se agrega 2 ml de HCl y 1 ml de HNO₃ y se lleva a sequedad.
- Se agrega 1 ml de HCl y 1 ml de HNO₃. Se elimina los gases nitrosos bajo campana.
- Se deja enfriar y se le agrega 3 ml de HF. Se cierra inmediatamente los vasos y se coloca en el dispositivo a presión, sobre la plancha a temperatura de 110⁰C durante 4 horas.
- Se apaga la plancha y dejar enfriar toda la noche.

- Se trasvasa la muestra a una fiola de polipropileno de 250 ml, utilizando para ello 15 ml de HCl, 25 ml de H₃BO₃ al 5% caliente con agua ultrapura para enrasar.
- De la solución anterior se toman las alícuotas para cada elemento con adición de supresor si corresponde al elemento.
- Determinación por E.A.A.- Flama.

6.3.3. Otras determinaciones

S

Metodología : Vía Clásica : método Gravimétrico como : BaSO₄

Carbón

Metodología : Vía Clásica : Método Gravimétrico : Determinación de Humedad, Cenizas, Materia Volátil, Carbón Fijo y azufre.

AGUAS:

Determinaciones Físico-químicas : **pH, TDS, Conductividad.**

Metodología : Vía Instrumental.

Cationes:

Ca, Mg, Na, K, Al, Sr, Li, Ba, Si.

Metodología : Método Espectrofotométrico de Absorción Atómica – Flama.

Metales Pesados :

Cu, Pb, Zn, Fe, Mn, Cd, Cr, Hg, As.

Metodología :

Vía Instrumental : Método Espectrofotométrico de Absorción Atómica –
Horno de Grafito.

Aniones:

Sulfatos (SO_4^{2-})

Metodología : Vía Clásica : Método Gravimétrico como BaSO_4 .

Acidez/Alcalinidad (CO_3^{2-} , HCO_3^-)

Metodología : Vía Clásica : Método Volumétrico.

Cloruros (Cl^-)

Metodología : Vía Clásica : Método Volumétrico.

Nitratos (NO_3^-)

Metodología :

Vía Instrumental : Método Espectrofotométrico (Colorimetría).

Fosfatos (PO_4^{3-})

Metodología :

Vía Instrumental : Método Espectrofotométrico (Colorimetría).

7.2. Aportes Realizados en Beneficio de la Institución

Ordenar y establecer un control en el uso de los reactivos químicos que son fiscalizados por la Dinandro, realizando el balance diario de cada uno de los reactivos que son requeridos en las determinaciones analíticas.

Implementación de la técnica de análisis por fluorescencia de Rayos – X, mediante la elaboración de las curvas de calibración, para el análisis cualitativo y semi – cuantitativo.

Implementación de metodologías de análisis de aguas (trazas), para la operación del Horno de Grafito; determinando parámetros de operación para cada elemento, desde su programación en la toma de alícuota hasta sus temperaturas de : Secado, Pirólisis, Calcinación y de Atomización.

VIII PARTE EXPERIMENTAL

En este capítulo, se desarrolla el análisis del mercurio, mediante la generación de vapor frío, por el Sistema de Inyección de Flujo (FIAS), utilizando el accesorio automatizado: **FIAS – 100**.

Para ésta prueba experimental se trabajó con muestras sólidas de prospección del Proyecto: "Inventario y Estudio de Hidrotermalismo en el Sur Oriente del Perú", y con 03 muestras de Control Certificadas procedentes del Laboratorio de Minería y Ciencias del Mineral "CANMET" de Ottawa – Canadá.

DETERMINACIÓN DE MERCURIO EN MUESTRAS SÓLIDAS

EQUIPOS Y MATERIALES

- Espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer : ANALYST - 300 automatizado, con sistema de Análisis por Inyección de Flujo (FIAS), para Flama y MHS (Mercury Hydride System) : FIAS – 100.
- Componentes de un Sistema de Hidruros por Inyección de Flujo:
 - Bomba Peristáltica
 - Válvula de Inyección
 - Sistema de mezcla "Chemiflod"
 - Gas de Arrastre
 - Lazo de reacción "Reaction coil"
 - Separador gas-Líquido
 - Tubo de cuarzo atomizador
- software AA WIN LAB.
- Equipo de digestión ácida de muestras sólidas, utilizando alta presión y temperatura (tipo rotores).
- Balanza analítica, sensibilidad : 0,01 mg.

- Lámpara de cátodo hueco.
- Vasos de teflón con tapa de 50 ml resistentes a alta presión y temperatura (para muestras sólidas).
- Fiolas de vidrio de 100, 200 y 500 ml.
- Pipetas volumétricas de 2, 5, 10 y 20 ml y graduadas con émbolo de 2 y 5 ml.

REACTIVOS

- Solución Carrier : 3% (V/V) HCl
- Agente Reductor : 1,1 % SnCl₂ en 3% (V/V) HCl
- KMnO₄ : 5% (W/V)
- Acido Nítrico : Q.P.
- Clorhidrato de Hidroxilamina : 2% (W/V)
- Solución Estándar de Hg : 1000 mg/L (1000 ppm).

PARÁMETROS

- Flujo del Carrier : 9 – 11 mL/min
- Flujo de la solución Reductora : 4 – 7 mL/min
- Flujo de Gas de Transporte : 50 – 100 mL/min
- Longitud de Onda : 253,7 nm
- Slit : 0,7 nm
- Procesamiento de Señal : Altura de Pico
- Tipo de señal : AA
- Tiempo de Integración : 15 segundos
- Estándares de Calibración : 2, 5 y 10 ug/L Hg.

PROCEDIMIENTO:**PREPARACIÓN DE MUESTRAS :**

- Peso de muestra : 1,0 gr (vaso de vidrio de 150 mL)
- Ataque con ácidos fuertes : HNO_3 y HCl (3:1)
 HNO_3 : 4,5 mL y HCl : 1,5 mL.
- Tiempo de digestión : 2 – 4 Hr.
- Vaciado de muestra a fioles de 100 mL, con agua ultrapura en Baño María, con adición de gotas de KMnO_4 , hasta cambio de color original de la muestra a violeta.
- Adición en frío de Clorhidrato de Hidroxilamina (1 ó 2 gotas), hasta obtener el color original de la muestra.
- Enrrasado de las fioles.

PREPARACIÓN DE BLANCOS:

- En fiola de 1000 mL se agrega la misma proporción de ácidos que ha sido adicionado a las muestras para su ataque: HNO_3 : 45 mL y HCl : 15 mL.

PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES:

- Estándares de Calibración : 2, 5 y 10 ug/L Hg :
Se toma una alícuota de 2 mL de una solución de 100 ug/L (ppb) de Hg, para una fiola de 100 mL y se enrrasa con solución preparada de Blanco (ver la secuencia de preparación de Estándares de calibración en el Diagrama de bloques : D-1).
 - Adición de gotas de KMnO_4 .
 - Enrrasado de las fioles con el Blanco.
 - La misma secuencia de preparación para : 5 y 10 ppb.

Secuencia de preparación de Estándares de Calibración

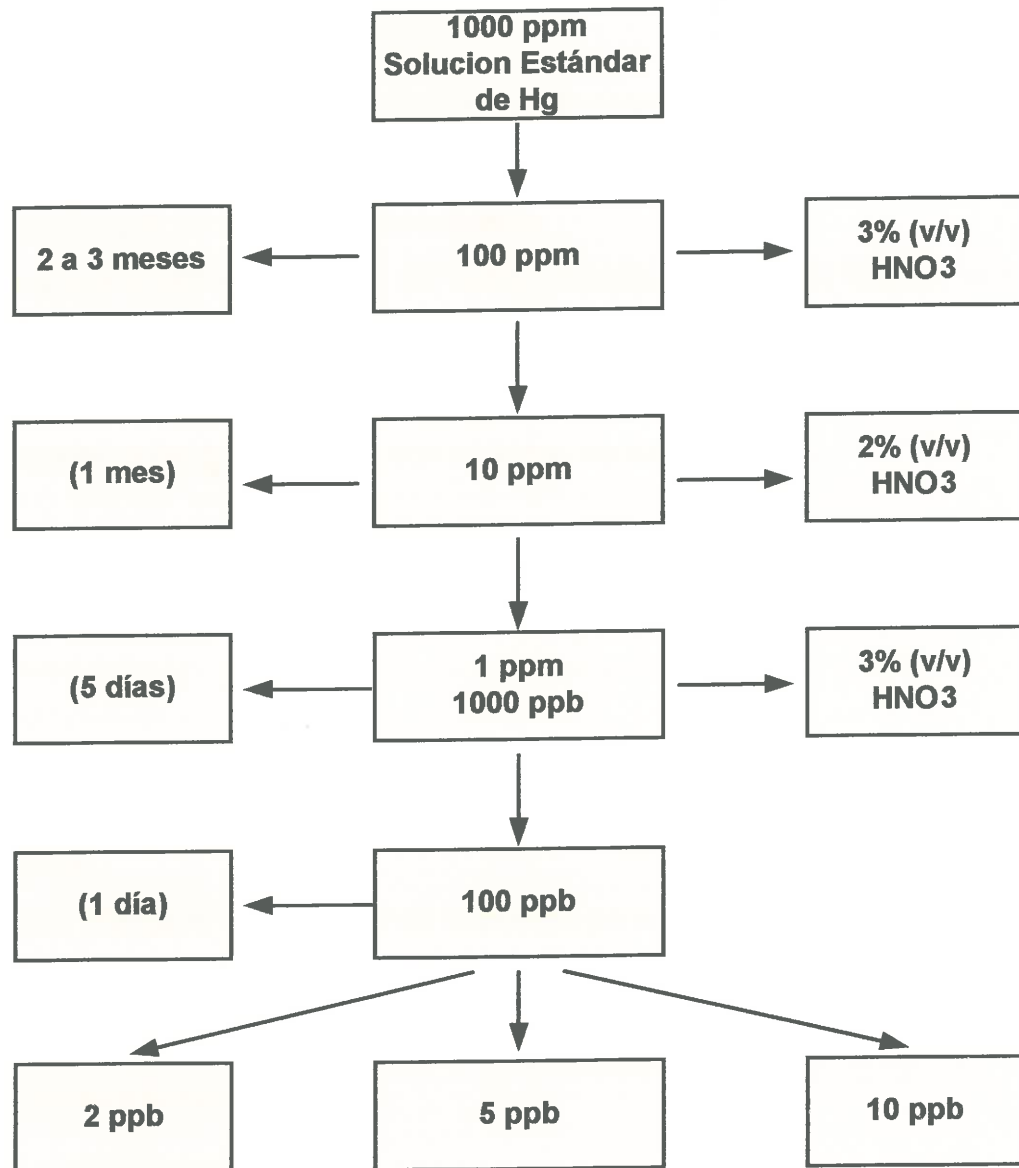


Diagrama de Bloques

PREPARACIÓN DEL EQUIPO :

- Se enciende el equipo.
- Se coloca la Lámpara de Cátodo Hueco (Hg) y se alinea correctamente.
- Se instala la celda de cuarzo, limpia y sin daños en el soporte de la cabeza del quemador.
- Del menú de Win Lab, se selecciona **Continuous Graphics**.
- Se dá movimientos a las perillas: Frontal, Vertical y Rotacional; para encontrar la posición que dé la mínima absorbancia.
- Se procede a alinear la celda de cuarzo, verificando que el Haz de radiación pase a lo largo de la celda sin chocar con las paredes de la misma.
- Se abre la llave del gas inerte y se regula la presión de salida.
- Se calienta la celda de cuarzo con la llama de aire-acetileno.

OPERACIÓN DEL FIAS-100 :

- Se inicia el funcionamiento de la bomba.
- En la ventana **FIAS Control** : Se activa **Fill** para colocar la válvula en posición de llenado.
- Se digita 100 para la velocidad de la bomba peristáltica y se activa en **On/Off**.
- Se ajusta la presión de la bomba.
- Se regula el flujo de las soluciones ("carrier, reductor) y del gas inerte (Argón), de acuerdo a la siguiente tabla.

Carrier (HCl), 3%	9 – 11 mL/min
Solución Reductora (SnCl ₂), 1,1 %	4 – 7 mL/min
Gas inerte de transporte (Ar)	50 – 100 mL/min

Nota: Para ésta prueba experimental, se trabajó con las siguientes

Condiciones de Operación:

Flujo de Solución portadora "Carrier"	:	9 mL/min
Flujo de Solución Reductora	:	4 mL/min
Flujo del gas inerte portador	:	60 mL/min
Volúmen de muestra	:	500 uL

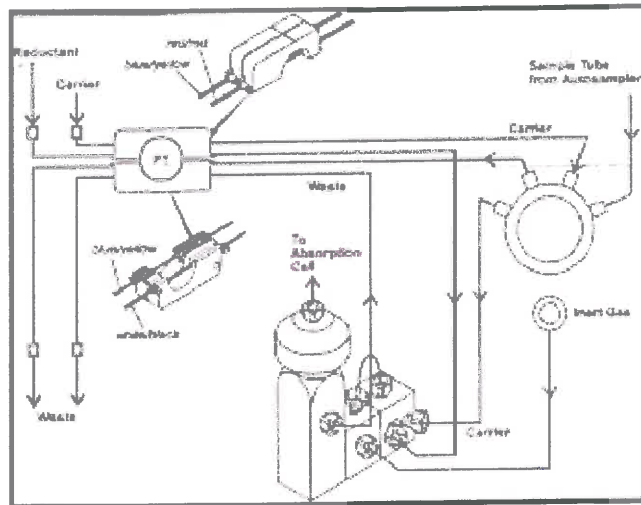
- Para llegar a estas condiciones de operación, se coloca una probeta con agua ultrapura, se introduce el capilar del "Carrier" y se inicia el funcionamiento de la bomba; se anota el volúmen consumido en un minuto. Luego se procede a introducir el capilar de la solución reductora y se inicia el funcionamiento de la bomba, de igual forma se anota el volúmen consumido en un minuto.
(Ver las laminas 2 y 3, que presentan el Diagrama de flujo del FIAS – 100 y a la vez indican la secuencia de análisis del mercurio, utilizando el FIAS – 100, desde su toma de muestra (500 uL), hasta la generación de vapor frío al estado atómico).

Así, de este modo, el equipo se encuentra listo para las determinaciones analíticas. En primera instancia se crea primero la curva de calibración de : 2, 5 y 10 ppb, luego se trabaja con el software, llenando datos en el Sample Information, como el peso, volúmen final y las diluciones respectivas si las hubiera, tanto de las muestras de prospección como las certificadas.

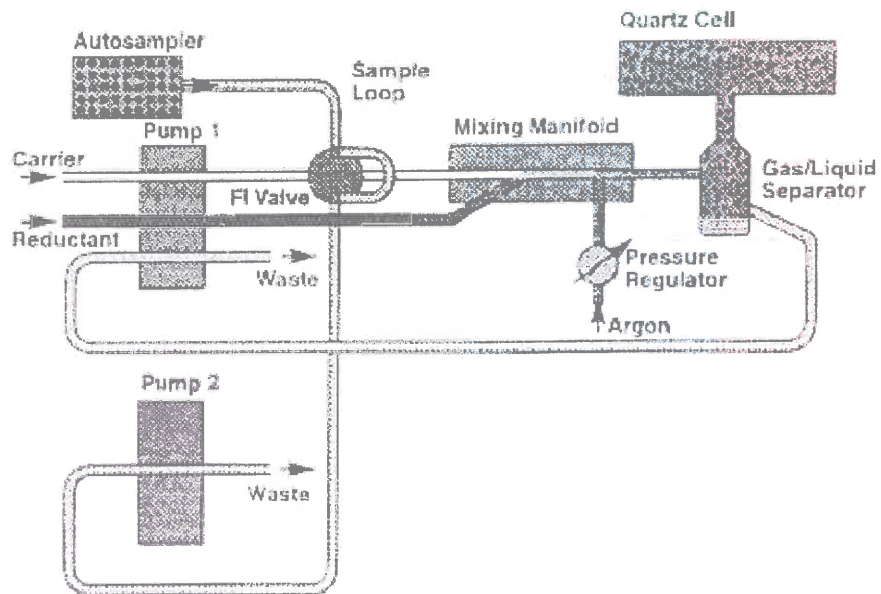
El orden de lectura de las muestras es el siguiente:

AS Sample ID	Sample Weight	Sample Units
BLANCO DE ESTÁNDAR		ug/L
STD 0,10 ppb		ug/L
STD 0,20 ppb		ug/L
STD 0,50 ppb		ug/L
STD 1,00 ppb		ug/L
STD 2,00 ppb		ug/L
STD 5,00 ppb		ug/L
STD 10,00 ppb		ug/L
BLANCO-1 DE MUESTRA	1,00	ug/g
BLANCO-2 DE MUESTRA	1,00	ug/g
MUESTRA CONTROL : STSD - 1	0,50	ug/g
MUESTRA CONTROL : STSD - 2	0,50	ug/g
MUESTRA CONTROL : STSD - 4	0,50	ug/g
MEMO: 264 :		
PUN - 19	1,00	ug/g
PUN - 23	1,00	ug/g
PUN - 24	1,00	ug/g
PUN - 25	1,00	ug/g
PUN - 27	1,00	ug/g
PUN - 54 - S	1,00	ug/g

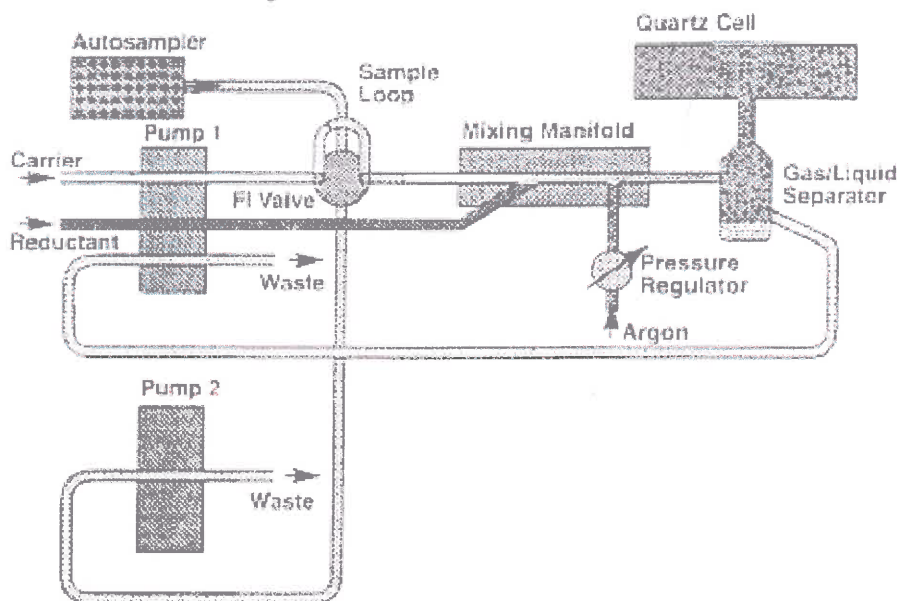
FI-Mercurio AAS
Diagrama de flujo del FIAS-100



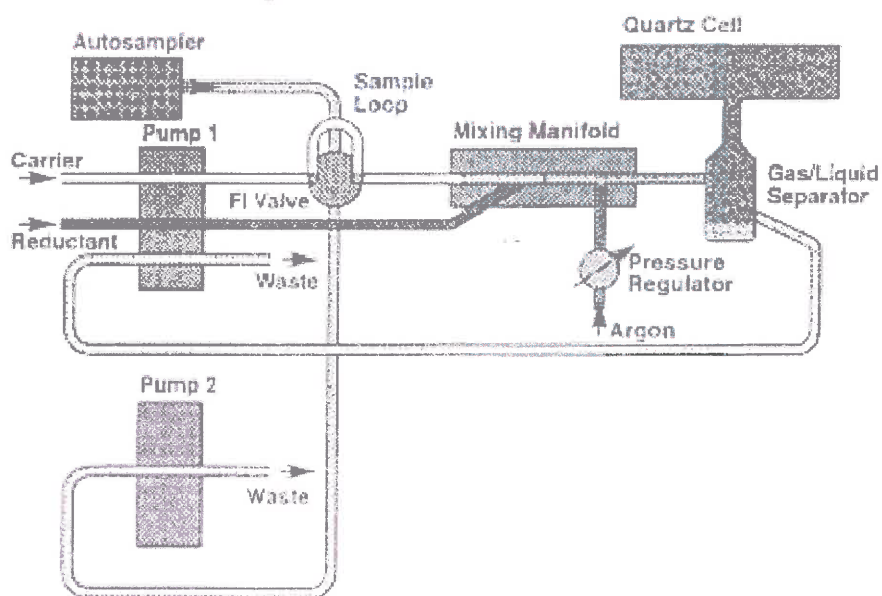
Posición de llenado



Posición de Inyección



Posición de Inyección



IX RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS

En este capítulo se expondrá los resultados y su discusión de la parte experimental del análisis de mercurio que frecuentemente se realiza en el laboratorio, utilizando el sistema de vapor frío de mercurio por la técnica de inyección de flujo.

9.1. Resultados

Curva de Calibración

Sample ID: Calibración Blanco

Repl Nº	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	Blncorr Signal	Peak Height
1			0,001	0,001
2			0,000	0,001
Mean:			0,001	

Sample ID: Std 1 : 2,00 ppb

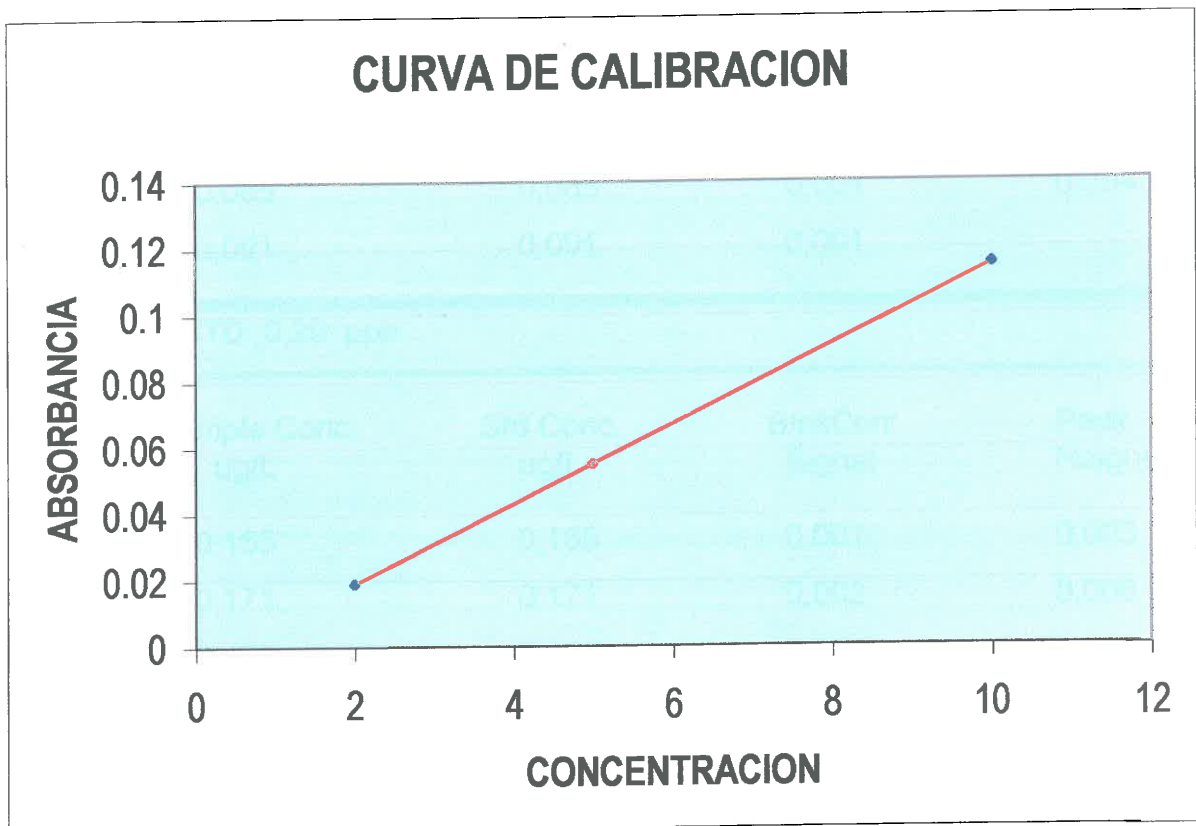
Repl Nº	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	Blncorr Signal	Peak Height
1			0,019	0,021
2			0,019	0,022
Mean:			0,019	

Sample ID: Std 2 : 5,00 ppb

Repl Nº	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	Blncorr Signal	Peak Height
1			0,056	0,060
2			0,054	0,059
Mean:			0,055	

Sample ID: Std 3 : 10,00 ppb

Repl N°	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1			0,118	0,122
2			0,111	0,116
Mean:			0,115	



Resultados de Lectura : Blancos, Estándares, Muestras Certificadas y Muestras del MEMO: 264 – DGEOT.

Sample ID: BLANCO DE ESTÁNDAR

Repl N°	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	-0,009	-0,009	0,001	0,004
2	-0,001	-0,001	-0,001	0,003
Mean:	-0,005	-0,005	0,000	

Sample ID: STD 0,10 ppb

Repl N°	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	0,097	0,097	0,001	0,005
2	0,085	0,085	0,001	0,004
Mean:	0,091	0,091	0,001	

Sample ID: STD 0,20 ppb

Repl N°	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	0,165	0,165	0,001	0,005
2	0,171	0,171	0,002	0,006
Mean:	0,168	0,168	0,002	

Sample ID: STD 0,50 ppb

Repl N°	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	0,517	0,517	0,004	0,008
2	0,509	0,509	0,003	0,007
Mean:	0,513	0,513	0,003	

 Sample ID: STD 1,00 ppb

Repl N°	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	1,024	1,024	0,011	0,016
2	1,000	1,000	0,011	0,015
Mean:	1,012	1,012	0,011	

 Sample ID: STD 2,00 ppb

Repl N°	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	2,014	2,014	0,056	0,060
2	2,004	2,004	0,054	0,059
Mean:	2,009	2,009	0,055	

 Sample ID: STD 5,00 ppb

Repl N°	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	5,051	5,051	0,056	0,060
2	5,024	5,024	0,054	0,059
Mean:	5,037	5,037	0,055	

 Sample ID: STD 10,00 ppb

Repl N°	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	10,13	10,13	0,114	0,118
2	10,08	10,08	0,112	0,116
Mean:	10,10	10,10	0,113	

Sample ID: BLANCO – 1 DE MUESTRA

Repl Nº	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	-0,040	-0,040	0,000	0.004
2	-0,088	-0,088	-0,001	0.003
Mean:	-0,064	-0,064	-0,001	

Sample ID: BLANCO – 2 DE MUESTRA

Repl Nº	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	-0,030	-0,030	0.000	0,004
2	-0,096	-0,096	-0,001	0,003
Mean:	-0,023	-0,023	0.000	

Sample ID: BLANCO – 3 DE MUESTRA

Repl Nº	Sample Conc. ug/L	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	0,050	0,050	0,001	0,004
2	0,045	0,045	0,000	0,005
Mean:	0,050	0,050	0,001	

Sample ID: MUESTRA CONTROL : STSD - 1

Repl Nº	Sample Conc. ug/g	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	0,117	0,585	0.006	0,010
2	0,109	0,545	0.005	0,009
Mean:	0,113	0,565	0.055	

Sample ID: MUESTRA CONTROL : STSD - 2

Repl N°	Sample Conc. ug/g	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	0,046	0,230	0,004	0,008
2	0,048	0,240	0,002	0,006
Mean:	0,047	0,235	0,003	

Sample ID: MUESTRA CONTROL : STSD - 4

Repl N°	Sample Conc. ug/g	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	0,925	4,625	0,038	0,042
2	0,921	4,605	0,037	0,041
Mean:	0,923	4,615	0.038	

Sample ID: MEMO : 264 : PUN - 19

Repl N°	Sample Conc. ug/g	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	0,005	0,051	0,000	0,005
2	0,007	0,068	0,001	0,005
Mean:	0,006	0,060	0,000	

Sample ID: PUN - 23

Repl N°	Sample Conc. ug/g	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	5,026	50,26	0,410	0,415
2	5,007	50,07	0,409	0,413
Mean:	5,017	50,17	0,409	

Sample ID: PUN - 24

Repl Nº	Sample Conc. ug/g	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	0,098	0,980	0,008	0,012
2	0,096	0,965	0,007	0,012
Mean:	0,097	0,972	0,008	

Sample ID: PUN - 25

Repl Nº	Sample Conc. ug/g	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	-0,005	-0,046	0,000	0,004
2	0,013	0,130	0,001	0,006
Mean:	0,004	0,042	0,000	

Sample ID: PUN - 27

Repl Nº	Sample Conc. ug/g	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	0,047	0,469	0,004	0,008
2	0,051	0,514	0,004	0,009
Mean:	0,049	0,492	0,004	

Sample ID: PUN - 54 - S

Repl Nº	Sample Conc. ug/g	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	0,012	0,124	0,001	0,006
2	0,018	0,182	0,002	0,006
Mean:	0,015	0,153	0,002	

DILUCIÓN :

Sample ID: PUN – 23 , Peso de muestra : 0,50 g y Factor de Dilución : 5

Repl Nº	Sample Conc. ug/g	Std Conc. ug/L	BlnkCorr Signal	Peak Height
1	5,83	5,83	0,062	0,066
2	5,87	5,87	0,063	0,067
Mean:	5,85	5,85	0,063	

9.2. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

De acuerdo a los parámetros de trabajo establecidos, se consiguió una buena Curva de Calibración con muy buena absorbancia, esto garantizó un trabajo confiable.

En cuanto a los valores obtenidos, podemos decir lo siguiente:

BLANCOS DE MUESTRA:

Se corrieron 03 Blancos, donde 02 de ellos (BLANCO-1 y BLANCO-2), no registraron presencia alguna de Hg, pero sí el BLANCO-3, que se detectó un promedio de 0,050 ug/g (ppm) de Hg, ésto indicaría una posible contaminación.

Aquí se descarta cualquier contaminación que halla sido producido por parte de los reactivos químicos, q.p. (HCl, HNO₃, KMnO₄, Cloruro de Hidroxilamina, SnCl₂), ya que BLANCO-1 y BLANCO-2, no registraron valores de Hg.

Podríamos decir que la contaminación se dió a causa del material en línea utilizado como : vasos de teflón, vidrio (fiolas, pipetas volumétricas y de émbolo), seguramente no se le dió la debida limpieza requerida como el lavado con HCl caliente (concentrado) y agua ultrapura.

MUESTRAS DE CONTROL CERTIFICADAS:

Las Muestras de Control Certificadas, son las que nos garantizan la calidad del trabajo, desde la pesada de las muestras hasta su disolución.

Comparando nuestros valores obtenidos con los realizados por el laboratorio de Minería y Ciencias del Mineral "CANMET" de Ottawa – Canadá, podemos decir que no hay mucha diferencia, que nuestros valores están dentro del rangos y podemos decir con seguridad que nuestros resultados son confiables en toda su extensión, como se puede apreciar en la tabla siguiente:

ng/g de Hg		
	CANMET	INGEMMET
STSD – 1	110	113
STSD – 2	46	47
STSD – 4	930	923

ANÁLISIS DE LAS MUESTRAS: (MEMO: 264- DEGEOT) :

De las 06 muestras trabajadas, 05 dieron (ug/L) lecturas por debajo de la Curva de Calibración (2, 5 y 10 ppb ug/L), registrándose valores bajos de Hg en ug/g (ppm).

La muestra : PUN – 23 : dió como lectura : 50,17 ug/L, valor fuera de rango de la Curva de Calibración, dando una concentración aproximada de 5,017 ug/g (ppm). Este resultado no se consideró , por lo tanto se procedió a preparar la muestra desde la pesada (0,50 g), hasta su disolución, con el mismo tratamiento; se llevó a 100 mL y se realizó la dilución respectiva de 5 /25 con solución preparada de BLANCO.

Se corrió la muestra, manteniendo los mismos parámetros de operación y dió como resultado una lectura de 5,85 ug/L (valor medio de la Curva de Calibración), y una concentración de 5,85 ug/g (ppm).

$$\text{PUN – 23} = 5,85 \text{ ug/L} \times \frac{100 \text{ mL}}{0,5 \text{ g}} \times F \quad ; \quad \text{F: Factor de Dilución} \\ \text{(F = 5)}$$

$$\text{PUN – 23} = 5,85 \text{ ug/g (ppm) Hg}$$

LÍMITE DE DETECCIÓN :

Se prepararon Estándares Bajos de Hg (0,10, 0,20, 0,50 y 1,00 ppb), los cuales se pasaron como muestra; para poder determinar el Límite de Detección.

No hubo uniformidad en las réplicas de los estándares de 0,10 y 0,20 ppb, obteniéndose valores bajos a éstos; el cual nos indica una baja sensibilidad para estas concentraciones.

Para el caso del 0,50 ug/L, se registraron buenas réplicas con valores de 0,517 , 0,509 ug/L y un valor promedio de 0,513 ug/L, el cual nos indica la señal mínima para que el equipo lo pueda registrar sin ninguna clase de interferencias; por lo tanto el Límite de Detección para 1,0 g de muestra sería:

$$\text{Límite de Detección} = 0,5 \text{ ug/L} \times \frac{100 \text{ mL}}{1,0 \text{ g}} \times \frac{\text{L}}{1000 \text{ mL}} = 0,05 \text{ ug/g}$$

X CONCLUSIONES

1. Las muestras sólidas en estudio, del Proyecto: "Inventario y Estudio del Hidrotermalismo en el Sur Oriente del Perú", presentaron una alteración, en cuanto a la alta concentración de mercurio: PUN-23= 5,85 ug/g ,con respecto a las demás que estuvieron por debajo del Límite de Detección, por ser muestras de prospección.
2. De los resultados obtenidos se concluye que, la cantidad de solución (tamaño de muestra) de 500 uL, fué suficiente para que todo el mercurio en la solución sea atomizado . Esto se verifica comparando las muestras de control certificadas y las muestras en estudio.
3. Los resultados señalan bajas concentraciones de Hg; por lo cual, se puede afirmar que ésta técnica de análisis por arrastre de vapor, utilizando el sistema de inyección de flujo, presenta pocos efectos de Interferencias, esto se puede corroborar en los resultados de las réplicas de lectura.
4. Se pudo conseguir un Límite de Detección de : 50 ppb (0,50 ppm), trabajando con 1,0 g de muestra y llevándolo a un volúmen de 100 mL; por lo tanto, se confirma que esta técnica de análisis es muy sensible y confiable para determinar concentraciones bajas de mercurio en Absorción Atómica.

XI RECOMENDACIONES

1. El control de la contaminación es muy vital para el análisis químico en laboratorio, ya que de ésta depende para realizar un trabajo de calidad; controlando los puntos desde donde se manipula la muestra; empezando con el cuidado que se debe tener en el momento del muestreo, colocando cada muestra en sus bolsas con sus códigos respectivos; para evitar cualquier confusión y así registrarse un falso dato.
2. Es muy importante el cuidado que se debe tener en la preparación mecánica de muestras, evitando cualquier tipo de contaminación, porque de ésta depende para la confiabilidad y calidad de los resultados. Para el caso del análisis por mercurio, se debe de controlar la temperatura de secado, ya que a partir de 40 °C se empieza a volatilizar.
3. Es muy necesario que se acoplen 03 Blancos junto con las muestras en estudio, para que sean sometidas al mismo tratamiento de análisis para así, detectar cualquier contaminación.
4. Se recomienda que el lavado de los materiales tanto de teflón como los de vidrio sean con ácido clorhídrico concentrado caliente y posteriormente con agua ultrapura..
5. Correr muestras de control certificadas que garanticen la calidad del trabajo.

6. Para el caso del análisis de mercurio, sería preferible trabajar con lámpara de descarga EDL, para incrementar su sensibilidad y por ende conseguir bajos Límites de Detección.
7. Se recomienda aumentar el volúmen de muestra : 750 – 1000 uL con la finalidad de que más átomos de mercurio estén disponibles para ser transportados a la celda de cuarzo para ser medidos; por consiguiente incrementaría su sensibilidad.

XII BIBLIOGRAFÍA ESPECÍFICA

1. ALVAREZ, M; **“Fluorescencia de rayos X: Instrumentación y análisis cuantitativo”**. Lab. FRX. Depto. de Física UNFHU. Enero 1989, pág. 5-16.
2. CUSTODIO, Emilio; **“Hidrología Subterránea”**. Edit. Omega, S.A.- Barcelona 1990. Capít. 4.1 y 4.2 : Tomo I.
3. HURLBUTT, C; **“Manual de Mineralogía de Dana”**._Edit. Reverte-España 1980, pág. 380 – 385, 567 – 570.
4. JARA FACUNDO, María; **“Manejo y Tratamiento para Análisis y Determinación Analítica en Muestras de Prospección Geoquímica”**. INGEMMET; Manual de laboratorio de Química Analítica, Lima - Perú 1998, pág. 4 – 15.
5. JENKINS, Ron; **“X-Rays Fluorescence Analysis”**._Vol. 56. N.09 Edit. American Chemical Society. August 1984, pág. 65 – 78.
6. PERKIN-ELMER, Corporation; **“The THGA Graphite Furnace: Techniques and Recommended Conditions”**. Edit. Bodenseewerk Perkin-Elmer GmbH. Federal Republic of Germany. 1992, pág. 5 – 78.
7. R. SIEGEL, Frederic; **“Geoquímica Aplicada”**. Edit. Secretaría General de la Organización de los Estados Americanos-Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico-Washington. 1992, pág. 16 – 25.

8. SEIT. S. R. LTDA. ASESORÍA QUÍMICA - METALÚRGICA. **“Curso de especialización en las técnicas de análisis por vía seca de los elementos oro y plata”** Noviembre de 1993. Lima – Perú, pág. 3 – 11.
9. TAGGART, Arthur; **“Elementos de Preparación de Materiales”**. Edit. Interciencia. Madrid- España 1982, pág. 25 – 34.
10. VOGEL, Arthur I; **“Química Analítica Cualitativa”**. Edit. Reverté- España 1978, pág. 56.
11. XIMENEZ HERRAIZ, Luis; **“Espectroscopía de Absorción Atómica”**. Edit. Publicaciones Analíticas- Madrid 1980, pág. 8 –25, 39 – 48.

XI ANEXOS

Diagrama- 1:Historia Institucional

Diagrama- 2:Estudio Geológico del Cuadrángulo, en el Llano Amazónico.

Tabla – 1 :Sumario de Toma de Muestra Especial.

Tabla – 2 :Parámetros de Trabajo – Absorción Atómica.

Tabla – 3 :Límites de Detección – Aguas.

Tabla – 4 :Límites de Detección de Muestras Geológicas.

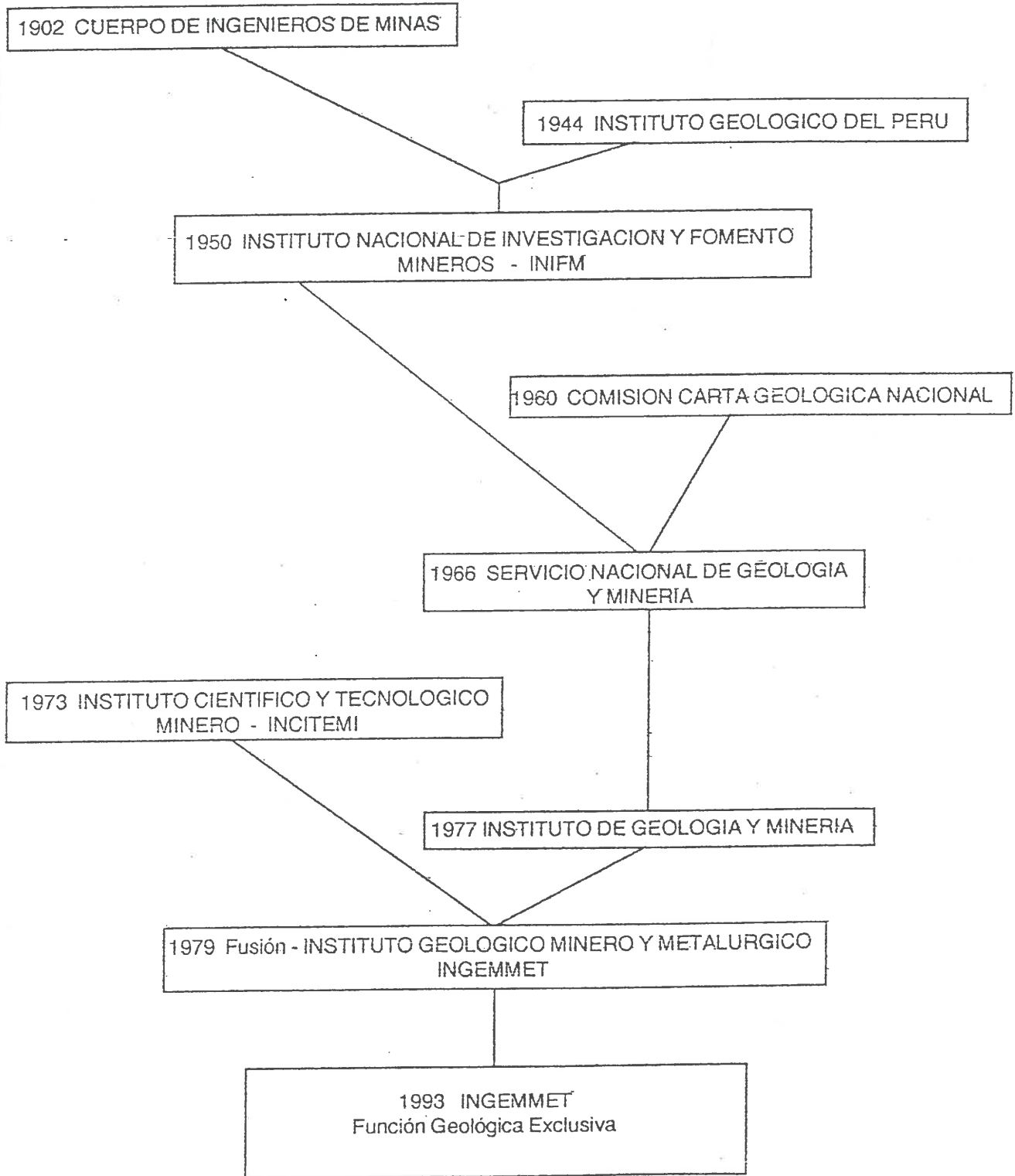
Tabla – 5 :Condiciones de Recomendación para Horno de Grafito.

Tabla – 6 :Ley General de Aguas.

Tabla – 7 :Tabla de Factores.

Fotos :De la parte Instrumental del Laboratorio de Química Analítica.

HISTORIA INSTITUCIONAL



ESTUDIO GEOLOGICO DE CUADRANGULOS, EN EL LLANO AMAZONICO

APOYO LOGISTICO

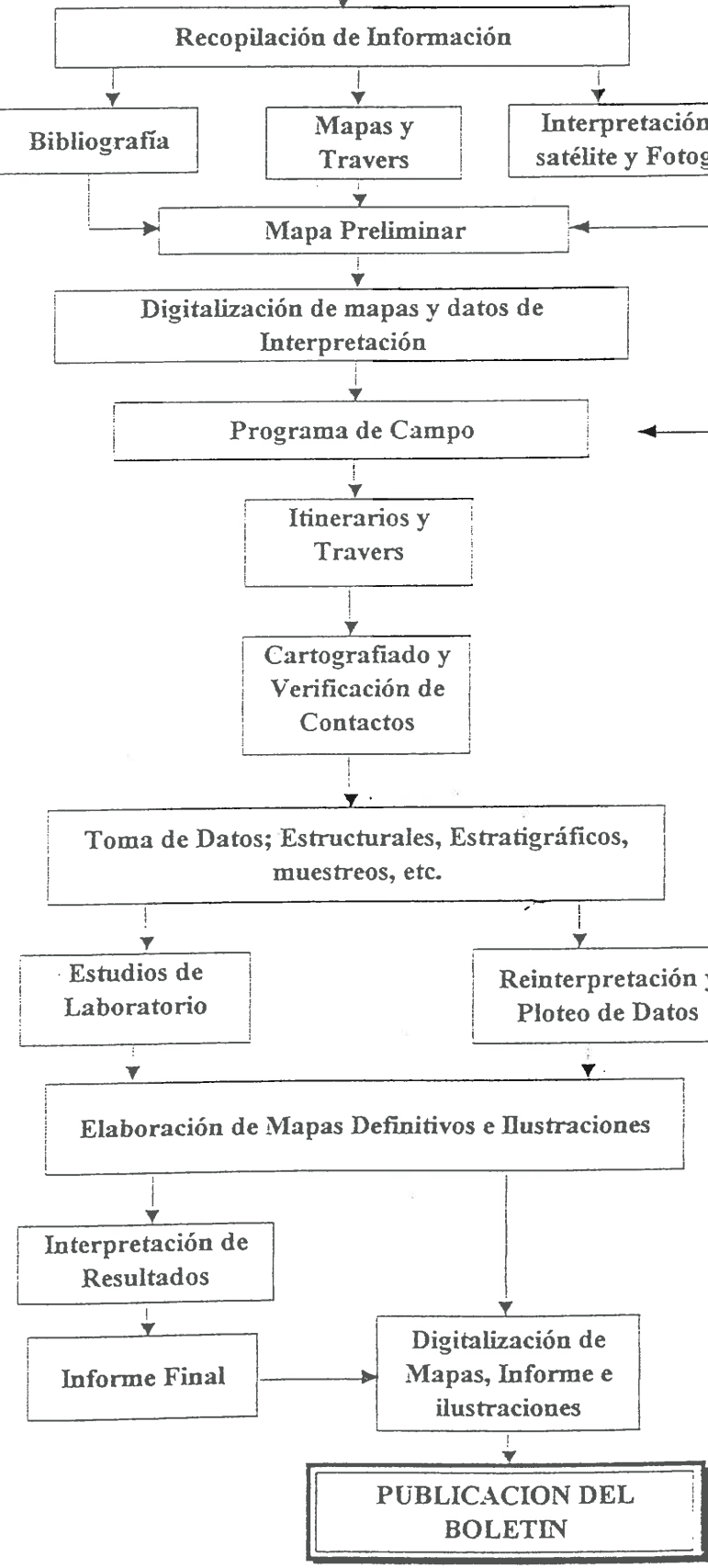
Compra de Cintas Landsat, Radarsat, Fotografías Aéreas y otros

Aerotransporte, Navegación Fluvial y Transporte Terrestre

GABINETE I

CAMPO

GABINETE II



SUMARIO DE TOMA DE MUESTRA ESPECIAL

Determinación	Contenedor	Tamaño mínimo de muestra ml	Preservación	Tiempo Máximo de Conservación
Metales en Gral.	Plástico (Poliétileno) / ó vidrio lavado con HNO ₃ 1+1	500 ml	Refrigerar a 4° C. Para metales disueltos, filtrar inmed. ADD, HNO ₃ a pH < 2	6 meses
Acidez	Plástico o vidrio	100 ml		24 horas
Alcalinidad HCO ₃ , CO ₃ =	Plástico ó vidrio	200 ml	Refrigerar a 4° C.	24 horas
Boro	Plástico	100 ml	No requiere	28 días
Cloruro residual	Plástico ó vidrio	100 ml	No requiere	28 días
Conductividad	Plástico ó vidrio	50 ml	refrigerar a 4° C.	28 días
Dureza	Plástico ó vidrio	100 ml	Adicionar HNO ₃ a pH < 2	6 meses
Mercurio	Plástico ó vidrio	300 ml	Adic. HNO ₃ a pH < 2 Refrigerar a 4° C ; ó adic. 2 ml/l de sol. 20% (w/v) K ₂ Cr ₂ O ₇ preparado en HNO ₃ 1+1	> 28 días
Nitratos	Plástico ó vidrio	100 ml	Analizar tan pronto como posible o refrigerar a 4° C	48 horas
Nitretos	Plástico ó vidrio	100 ml	Analizar tan pronto como posible o refrigerar	ninguno
Fosfatos	Vidrio lavado con HNO ₃ al 50%	100 ml	Para Fosfatos disueltos, filtrar inmediat. refrigerar a 4° C.	48 horas
pH	Plástico	2 horas
Silice	Plástico	50 ml	Refrigerar a 4° C	28 horas
Sólidos Totales	Plástico	200 ml	Refrigerar a 4° C	7 días
Sólidos disueltos totales (TDS)	Plástico	100 ml	Analizar inmediatamente	
Total de sólidos en suspension	Plástico	100 ml	Analizar inmediatamente	
Sulfatos	Plástico ó vidrio	100 ml	Refrigerar	28 días

ELEMENT	LONGIT. DE ONDA	INTENSIDAD DE CORRIENTE		SLIT		ESTANDARI. ZACION		RANGO LINEAL	RANGO DE TRAB.	DETERMIN. DE CONCENT. MINIMA	GASES	PRES. CILIN.	FLOW Contr. Caja	SUPRESOR		
		C.E.H. M.A.	E.D.L. Watts	403	400	ppm.	Abs.									
Au	2428	10	—	4	H7L	15	0.3	20			C ₂ H ₂ Aire					
Ag	3281	12	—	4	H7L	4	0.3	4			C ₂ H ₂ Aire					
Pb	2833	10	—	4	H7L	10	0.1	20			C ₂ H ₂ Aire					
Cu	3247	15	—	4	H7L	5	0.2	5			C ₂ H ₂ Aire					
Zn	2139	15	—	4	H7L	0.5	0.15	1			C ₂ H ₂ Aire					
Fe	2483	30	—	3	H2L	5	0.2	5			C ₂ H ₂ Aire					
Mn	2795	20	—	3	H2L	2	0.2	3			C ₂ H ₂ Aire					
Cd	2288	4	—	4	H7L	2	0.3	2			C ₂ H ₂ Aire					
Co	2407	30	—	3	H2L	2.5	0.1	5			C ₂ H ₂ Aire					
Ni	2320	25	—	3	H2L	3	0.1	5			C ₂ H ₂ Aire					
Mo	3133	15	—	4	H7L	40	0.3	60			C ₂ H ₂ N ₂ O			Al	0-2%	
V	3184	40	—	4	H7L	100	0.1	150			C ₂ H ₂ N ₂ O					
Sb	2176	—	8 Watts	3	H2L	20	0.15	40			C ₂ H ₂ Aire					
W	4009	40	—	4	H7L	500	0.1	2500			C ₂ H ₂ N ₂ O					
As	1937	—	8 Watts	4	H7L	20	0.05	50			C ₂ H ₂ N ₂ O					
Sn	2246	—	8 Watts	3	H2L	150	0.2	200			C ₂ H ₂ Aire					
Bi	2231	—	8 Watts	3	H2L	20	0.1	50			C ₂ H ₂ Aire					
Si	2516	19	—	3	H2L	50	0.1	150			C ₂ H ₂ N ₂ O					
Na	5890	12	—	4	H7L	0.8	0.2	1			C ₂ H ₂ Aire			K	0-1%	
K	7665	12	—	4	H7L	2	0.3	2			C ₂ H ₂ Aire			Na	0-1%	
Ba	5536	25	—	2	H07	15	0.2	25			C ₂ H ₂ N ₂ O					
Al	3093	9	—	4	H7L	50	0.2	50			C ₂ H ₂ N ₂ O					
Rb	7800	—	8 Watts	5	H2O	3	0.2	5			C ₂ H ₂ Aire					
Ti	3653	40	—	3	H2L	120	0.3	200			C ₂ H ₂ N ₂ O					
Ca	4227	7	—	4	H7L	4	0.2	7			C ₂ H ₂ Aire			La	0-2%	
Mg	2852	7	—	4	H7L	0.3	0.2	0.5			C ₂ H ₂ Aire					
Sr	4607	7	—	3	H2L	5	0.15	5			C ₂ H ₂ Aire					
Cr	3579	25	—	4	H2L	2	0.1	5			C ₂ H ₂ Aire			CIN	2%	
Li	6708	15	—	4	H7L	1	0.15	2			C ₂ H ₂ Aire					
B	2497					900	0.1	200			C ₂ H ₂ N ₂ O					
Hg	2536					300	0.1	300			C ₂ H ₂ Aire					Fig. 23
Se	1960					20	0.1	30			C ₂ H ₂ Aire					
Cs	8521			5	H2L	15	0.2	15			C ₂ H ₂ Aire					

INGEMMET**DIRECCION DE LABORATORIOS****LABORATORIO DE QUIMICA ANALITICA****LIMITES DE DETECCION**

ELEMENTO	SIMBOLO	ppm	ppb	ppb	ppm	ppm	ppm
		AA FLAMA	AA H. GRAFITO	AA VAPOR FRIO	FUNDICION	FUNDICION + AA	COLORIMETRIA
Aluminio	Al	0.4	50				
Antimonio	Sb	0.5	20				
Arsénico	As	0.5	5				
Bario	Ba	0.2	10				
Bismuto	Bi	0.08	50				
Cadmio	Cd	0.01	0.5				
Calcio	Ca	0.04					
Cesio	Cs	0.2	5				
Cobalto	Co	0.04	10				
Cobre	Cu	0.05	5				
Cromo	Cr	0.05	2				
Estaño	Sn	2	50				
Estroncio	Sr	0.1					
Hierro	Fe	0.1	5				
Litio	Li	0.04	5				
Magnesio	Mg	0.01	10				
Manganeso	Mn	0.05	5				
Mercurio	Hg			0.5			
Molibdeno	Mo	0.4					
Niquel	Ni	0.1	5				
Cro	Au	0.004*	1		15	0.01	
Plata	Ag	0.1	5				
Plomo	Pb	0.05	5				
Potasio	K	0.04	1				
Rubidio	Rb	0.05	5				
Selenio	Se	1	20				
Silicio	Si	1	100				
Sodio	Na	0.02	0.5				
Teluro	Te	1	20				
Titanio	Ti	1					
Tungsteno	W	50					2
Vanadio	V	5					
Zinc	Zn	0.005	0.5				

Los límites de detección por horno de grafito de todos los elementos a excepción de As, Sb, Hg, Se y Te pueden bajar sus límites de detección en 10 a 20 veces por preconcentración de la muestra en agua.

* Extracción con MIBK

INGEMMET**DIRECCION DE LABORATORIOS****LABORATORIO DE QUIMICA ANALITICA****LIMITES DE DETECCION EN ANALISIS DE MUESTRAS GEOLOGICAS**

ELEMENTO	SIMBOLO	ppm AA FLAMA	ppb AA VAPOR FRIO	ppm FUNDICION	ppm FUNDICION + AA	ppm COLORIMETRIA
Aluminio	Al	10				
Antimonio	Sb	5				
Arsénico	As	5				
Bario	Ba	5				
Bismuto	Bi	2				
Cadmio	Cd	0.5				
Calcio	Ca	1				
Cobalto	Co	1				
Cobre	Cu	0.5				
Cromo	Cr	1				
Estaño	Sn	10				
Hierro	Fe	0.5				
Litio	Li	1				
Magnesio	Mg	0.5				
Manganeso	Mn	0.5				
Mercurio	Hg		50			
Molibdeno	Mo	2				
Niquel	Ni	0.5				
Oro	Au	0.02		10	0.01	
Plata	Ag	0.2				
Plomo	Pb	0.5				
Potasio	K	1				
Silicio	Si	25				
Sodio	Na	0.5				
Titanio	Ti	20				
Tungsteno	W	500				2
Vanadio	V	5				
Zinc	Zn	0.05				

Recommended Conditions for THGA Furnaces^(1,2)

Elem.	Wavel. nm	Modifler	Temperatures °C		m ₀ ⁽³⁾ pg	Sensitivity Check ⁽⁴⁾	
			Pyrolysis	Atomiz.		µg/L	A-s
Ag	328.1	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	800	1500	4.5	5.0	0.10
Al	309.3	15 µg Mg(NO ₃) ₂	1200	2300	31.0	30.0	0.09
As	193.7	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	1200	2000	40.0	50.0	0.11
Au	242.8	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	800	1800	18.0	40.0	0.20
B	249.7	5 µg Ca	1300	2500	600.0	2000.0	0.30
Ba	553.6		1200	2300	15.0	20.0	0.12
Be	234.9	15 µg Mg(NO ₃) ₂	1500	2300	2.5	4.0	0.14
Bi	223.1	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	1100	1700	60.0	100.0	0.15
Ca	422.7		1100	2500	1.0	2.0	0.18
Cd	228.8	50 µg PO ₄ + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	700	1400	1.3	2.0	0.13
Co	242.5	15 µg Mg(NO ₃) ₂	1400	2400	17.0	20.0	0.10
Cr	357.9	15 µg Mg(NO ₃) ₂	1500	2300	7.0	10.0	0.13
Cs	852.1	0.2 % v/v H ₂ SO ₄	800	1700	12.0	20.0	0.15
Cu	324.8	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	1200	1900	17.0	25.0	0.13
Dy	421.2		1500	2500	40.0	100.0	0.22
Er	400.8		1700	2450	71.0	200.0	0.25
Eu	459.4		1300	2350	18.0	50.0	0.24
Fe	248.3	15 µg Mg(NO ₃) ₂	1400	2100	12.0	20.0	0.15
Ga	287.4	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	1200	2300	50.0	100.0	0.18
Gd	407.9		1600	2450	3500.0	5000.0	0.13
Ge	265.1	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	1500	2300	25.0	50.0	0.18
Hg	253.7	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂ ⁽⁵⁾	250	1300	220.0	400.0	0.16
Ho	410.4		1700	2500	61.0	100.0	0.14
In	325.6	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	1200	2100	80.0	100.0	0.11
Ir	264.0		1200	2400	230.0	500.0	0.19
K	766.5		900	1500	2.0	5.0	0.22
La	550.0		1600	2500	7400.0	10 000.0	0.12
Li	670.8		900	2200	5.5	10.0	0.16

- Notes:
1. The recommended conditions values quoted here supersede all values published in earlier lists.
 2. Atomization from the integrated platform in all cases.
 3. Characteristic mass values (m₀) in pg/0.0044 A-s
Variations of ± 20 % for the characteristic mass under the above conditions are possible.
 4. Sensitivity data produced using 20 µL aliquots and all recommended conditions, including gas stop during atomization and EDLs where available.
 5. Atomize modifier alone two times prior to sample analysis.
Do not exceed 1800 °C during clean-out.

Recommended Conditions for THGA Furnaces^(1,2)

Elem.	Wavel. nm	Modifier	Temperatures °C		m ₀ ⁽³⁾ pg	Sensitivity Check ⁽⁴⁾	
			Pyrolysis	Atomiz.		µg/L	A-s
Lu	336.0	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	500	2600	52.0	100.0	0.17
Mg	285.2		800	1900	0.4	1.0	0.22
Mn	279.5		1300	1900	6.3	10.0	0.14
Mo	313.3		1500	2400	12.0	20.0	0.15
Na	589.0		900	1500	1.2	4.0	0.29
Nd	463.4	20 µg Pd + 5 µg Mg(NO ₃) ₂ 50 µg PO ₄ + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	1500	2350	900.0	5000.0	0.50
Ni	232.0		1100	2300	20.0	50.0	0.22
P	213.6		1300	2500	21 000.0	20 000.0	0.08
Pb	283.3		850	1500	30.0	50.0	0.15
Pd	247.6		900	2200	52.0	100.0	0.17
Pr	495.1		500	2500	4400.0	4000.0	0.08
Pt	265.9	1300	2200	220.0	400.0	0.16	
Rb	780.0	700	1800	10.0	10.0	0.09	
Rh	343.5	1400	2400	24.0	40.0	0.15	
Ru	349.9	1300	2400	45.0	100.0	0.20	
Sb	217.6	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	1300	1900	55.0	100.0	0.16
Se	196.0	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	1300	1900	45.0	100.0	0.20
Si	251.6		1200	2350	120.0	200.0	0.15
Sm	429.7		1400	2450	230.0	1000.0	0.38
Sn	286.3	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	1400	2200	90.0	100.0	0.10
Sr	460.7	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	1300	2400	4.0	5.0	0.11
Te	214.3		1200	1800	50.0	100.0	0.18
Ti	364.3		1500	2500	70.0	200.0	0.25
Tl	276.8	5 µg Pd + 3 µg Mg(NO ₃) ₂	700	1600	53.0	100.0	0.17
Tm	371.8		1700	2450	13.0	40.0	0.27
U	351.5	5 µg Mg(NO ₃) ₂	1000	2550	40 000.0	25 000.0	0.06
V	318.4		1200	2400	42.0	100.0	0.21
Y	410.2		1400	2550	4000.0	9000.0	0.20
Yb	398.8		1300	2300	3.0	10.0	0.29
Zn	213.9		700	1800	1.0	2.0	0.18

- Notes:
1. The recommended conditions values quoted here supersede all values published in earlier lists.
 2. Atomization from the integrated platform in all cases.
 3. Characteristic mass values (m₀) in pg/0.0044 A-s
Variations of ± 20 % for the characteristic mass under the above conditions are possible.
 4. Sensitivity data produced using 20 µL aliquots and all recommended conditions, including gas stop during atomization and EDLs where available.

DIRECCION DE PROTECCION DEL MEDIO AMBIENTE
LEY GENERAL DE AGUAS D.L. No. 17752 Y SUS MODIFICACIONES AL REGLAMENTO
DE LOS TITULOS I,II Y III SEGUN EL DECRETO SUPREMO No. 007 - 83- S.A.
CLASIFICACION DE LOS RECURSOS DE AGUA Y DE LA ZONA COSTERA

Para efectos de Protección de las aguas correspondiente: a los diferentes usos - Valores Límites

DENOMINACION	CURSOS DE AGUA						AGUA MARIITIMA						EXPRESADO
	I	II	III	IV	V	VI	I	II	III	IV	V	VI	
Aluminio	0.10	0.10	0.20	1.00	1.00	0.05	0.10	0.10	1.00	1.00	1.00	0.05	mg/1 como AL
Arsénico	0.10	0.10	0.05	0.50	0.50	0.05	0.10	0.10	0.50	0.50	0.05	0.05	mg/1 como AS
Bario	0.01	0.01	0.05	0.0002	0.0002	0.004	0.10	0.10	0.05	0.05	0.0002	0.004	mg/1 como BA
Cianuro	0.20	0.20	0.1	0.005	0.005	0.005	0.20	0.20	0.1	0.005	0.005	0.005	mg/1 como CD
Cobalto	---	---	---	0.20	0.20	---	---	---	0.20	0.20	0.005	0.005	mg/1 como CN
Cobre	1.00	1	0.50	3.00	3.00	---	1.00	1.00	0.50	0.01	0.01	---	mg/1 como CO
COLOR	0	0	20	30	30	---	0	5	20	30	30	30	UNIDAD DE COLOR
Cromo Hexa	0.05	0.05	1.00	5.00	0.050	0.05	0.05	0.05	1.00	5.00	0.05	0.05	mg/1 como CR
COLIFORMES TOTALES	8.8	20000	5000	1000	1000	20000	8.8	20000	5000	5000	1000	20000	mg/1 como CR
COLIFORMES FECALES	0	4000	1000	1000	200	4	0	4000	1000	1000	200	4000	NMP/100 ml**
Oxígeno Disuelto	3	3	3	3	5	4	3	3	3	3	5	4	NMP/100 ml**
D.B.O.	5	5	15	10	10	10	5	5	15	10	10	10	mg/1 como O.D.
Fenoles	5E-04	0.001	0.001	---	0.002	0.002	0.0005	0.001	0.001	0.001	0.002	0.002	mg/1 como D.B.O.
Hierro	0.30	0.30	1.00	---	---	---	0.30	0.30	1.00	---	---	---	mg/1 como Fe
Fluoruros	1.50	1.50	2.00	---	---	---	1.50	2.00	2.00	---	---	---	mg/1 como Fe
Litio	---	---	---	5	5.00	---	---	---	5.00	5.00	---	---	mg/1 como Li
Magnesio	---	---	150	---	---	---	---	---	---	---	---	---	mg/1 como Mg
Manganeso	0.10	0.10	0.50	---	---	---	0.10	0.10	---	---	---	---	mg/1 como Mg
Material Ext. en Hexano (grasas)	1.50	1.50	0.50	0	No Perc	---	1.50	1.50	0.50	0.00	No Perc.	---	mg/1
Mercurio	0.002	0.002	0.01	---	0.0001	0.0002	0.002	0.002	0.01	---	0.0001	0.0002	mg/1 como Hg
Nitrato	0.01	0.01	0.10	---	---	---	0.01	0.01	0.01	---	---	---	mg/1 como N
Niquel	0.002	0.002	0.002	0.50	0.002	---	0.002	0.002	0.002	0.50	0.002	---	mg/1 como Ni
P.H.	5.9	5.9	5.9	5.9	5.9	---	6.9	6.9	6.9	6-8.5	6-8.5	---	---
Plata	0.05	0.05	0.05	---	---	---	0.05	0.05	0.05	---	---	---	mg/1 como Ag
Plomo	0.05	0.05	0.1	---	0.01	0.03	0.05	0.05	0.10	---	---	0.03	mg/1 como Pb
P.C.B.	0.001	0.001	0.001	---	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001	---	0.002	0.002	mg/1 como PCB
Selenio	0.01	0.01	0.05	0.05	0.005	0.01	0.01	0.01	0.05	0.05	0.05	0.01	mg/1 como Se
Solidos Flotantes	0.00	0.00	0.00	peq.Cant	Moder.	---	0.00	0.00	0.00	Peq. Cant	Moder.	---	---
Solidos Suspendedos	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	mg/1
Sulfatos	---	---	400	---	---	---	---	---	---	---	---	---	mg/1 como SO4
Sulfuros	0.001	0.002	0.005	---	0.002	0.002	0.001	0.002	0.005	---	---	---	mg/1 como S
Zinc	5	5	25	---	0.020	---	5	5	25	---	0.020	---	mg/1 como Zn

* Sustancias Potencialmente Peligrosas

** Entendido como valor máximo en 80% de 5 ó más muestras mensuales

La ley General de Aguas aprobado por D.S. No. 261-69 AP con los siguientes textos:

Artículo 81.- Para los efectos de la aplicación del presente Reglamento la calidad de los cuerpos de agua en general y sea terrestres o maritimas del país se clasificarán respecto a sus usos de la siguiente manera:

- I. Aguas de abastecimiento doméstico con simple desinfección.
- II. Aguas de abastecimiento doméstico con tratamiento equivalente a procesos combinados de mezcla y coagulación, sedimentación, filtración y cloración aprobados por el Ministerio de Salud.
- III. Aguas para riego de vegetales de consumo crudo y bebida de animales.
- IV. Aguas de Zonas Recreativas de contacto primario (baños y similares).
- V. Aguas de Zona de Pesca de Mariscos Bivalvos.
- VI. Aguas de Zona de preservación de fauna acuática y pesca recreativa o comercial.

TABLA DE FACTORES

<i>Para convertir de:</i>	<i>A:</i>	<i>Multiplique por:</i>
BaSO ₄	SO ₃	0.34303
BaSO ₄	BaO	0.65697
BaSO ₄	S	0.13738
BaSO ₄	SO ₄ ⁻	0.41158
NaCl	Cl ⁻	0.60652
Na ₂ CO ₃	HCO ₃ ⁻	0.57547
Na ₂ CO ₃	CaCO ₃	0.94415
Na	Na ₂ O	1.34783
Ca	CaO	1.39920
Mg	MgO	1.65811
Fe	Fe ₂ O ₃	1.42975
Mn	MnO	1.29124
Al	Al ₂ O ₃	1.88889
Ti	TiO ₂	1.66806
K	K ₂ O	1.20459
Si	SiO ₂	2.13936
P	P ₂ O ₅	2.29141
Mg ₂ P ₂ O ₇	P ₂ O ₅	0.63776

SALA DE INSTRUMENTACIÓN DEL LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA





ABSORCION ATÓMICA POR LA TÉCNICA DE HORNO DE GRAFITO



**ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA: PERKIN ELMER,
MODELO : AANALYST - 300
TÉCNICA: FLAMA Y FIMS**