

EVALUACIÓN DE UN NUEVO MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL POR ICP-EEA.

Lic. Ana Teresa Acebal Ibarra, Lic. Elizabeth Abad Peña, Lic. Maricela Sánchez, Dra. Ana María Cónsul Odio, Lic. José Gallardo Mojena.

Empresa Geominera de Oriente. Laboratorio de Minerales “Elio Trincado Figueredo”.
Carretera Central No. 426 entre 7 y 8. Reparto Fomento. Santiago de Cuba. CP 90400.
Teléfono 26762. Fax: 87130. geolab@stg.minbas.cu.

RESUMEN

En este trabajo se realiza la preparación de una estándar múltiple de Laterita – Serpentina para ICP, método Fe-Prueba, empleando una variante para la preparación de las muestras patrones utilizadas en la calibración del SPECTROFLAME – ICP. Se preparan a partir de la estándar múltiple, estándares de Fe a diferentes niveles de concentración. Se tiene en cuenta como afecta la matriz a la hora de seleccionar el pico del barrido del espectro para la reproducibilidad, el concepto de blanco para la sensibilidad y la pendiente del gráfico de calibración.

Se realiza una evaluación estadística de más de 3000 pares de resultados correspondientes al análisis volumétrico empleando dicromato de potasio y al análisis por vía instrumental (ICP-EEA). Todos los resultados fueron tomados de los análisis realizados en los meses de Mayo y Junio del año 2000. Se realiza además la evaluación empleando muestras de referencia.

Los resultados obtenidos mejoran considerablemente respecto a trabajos anteriores y los resultados ofrecen perspectivas positivas, por lo que se puede concluir en este trabajo que con estas estándares se puede lograr la determinación del Hierro Total por vía instrumental (ICP-EEA), haciendo énfasis en las condiciones instrumentales.

Lográndose la determinación por esta vía el ahorro de divisas por concepto de reactivos, de salarios y de tiempo es considerable.

ABSTRACT

In this work the preparation of a multiple standard by a different system is carried out. The standard sample prepared is used in the calibration of the SPECTROFLAME – ICP-EAS method called: Fe-test. Starting from this, iron standards, at different concentration levels are prepared. The matrix effects, when selecting the pick of the spectrum, for the reproducibility, the result of blank sample for the sensibility and the slope of the calibration graph are considered.

A statistical evaluation of more than 3000 couples results, corresponding to the volumetric analysis using potassium dichromate and the instrumental analysis, is carried out. All the results were obtained of the analytical task realized during May and June / 2000. The evaluation using reference samples is carried out too.

Regarding previous works, the obtained results improve considerably and offer positive perspectives to the instrumental (ICP-EEA) determination of high iron concentrations but making emphasis in the instrumental conditions.

Being achieved the instrumental iron determination by the proposed method means saving of the consumption of expensive reagents, wages and time.

INTRODUCCIÓN:

El territorio de Cuba Oriental es el área del país con mayor desarrollo de cortezas de intemperismo lateríticas, dada la coincidencia de varios factores geológicos favorables.

En este territorio hay importantes reservas minerales investigadas y usadas inicialmente como menas de hierro y hace más de medio siglo extensivamente para el níquel, del cual nuestro país es un importante productor.

Debido a esto es necesario contar con los parámetros que determinen la cantidad y calidad de las reservas, los cuales se obtienen fundamentalmente por los estudios de laboratorio de la materia prima mineral.

En nuestro laboratorio se lleva a cabo la determinación de hierro en lateritas por el método clásico volumétrico, mediante la oxidación cuantitativa del Fe^{2+} a Fe^{3+} en medio ácido utilizando el dicromato de potasio como agente oxidante y como indicador del punto final la difenilamina sulfonato de sodio.

La determinación del hierro total en muestras de rocas y minerales por vía instrumental con niveles de reproducibilidad comparables con el método clásico volumétrico es hoy en día una problemática analítica a resolver.

Con el objetivo de realizar este análisis por medio de una técnica instrumental, aumentar la productividad del trabajo y reducir el consumo de materiales y salarios, se propone la preparación de una estándar múltiple de Laterita – Serpentina empleando una variante para la preparación de las muestras patrones utilizadas en la calibración del SPECTROFLAME – ICP-EEA. Se preparan a partir de la estándar múltiple, estándares de Fe a diferentes niveles de concentración. Se tiene en cuenta como afecta la matriz a la hora de seleccionar el pico del barrido del espectro para la reproducibilidad, el concepto de blanco para la sensibilidad y la pendiente del gráfico de calibración.

DESARROLLO:

Se utiliza el procedimiento para el análisis de Lateritas y Serpentinias establecido para la determinación multielemental por ICP-EEA. La variante a este método establecido, que incluye la introducción de las propuestas para lograr buenos resultados del contenido de hierro total se encuentra en el método denominado “Método Fe-Prueba”.

La muestra se funde con mezcla de carbonato y tetraborato de sodio anhidro 2:1. Las sales formadas se lixivian con agua destilada caliente y se disuelven con ácido clorhídrico. En la solución resultante están todos los elementos de interés que son determinados por el equipo SPECTROFLAME ICP-EEA, midiendo la emisión de los átomos excitados en el plasma y teniendo en cuenta el efecto matriz a la hora de seleccionar el pico del barrido del espectro para la reproducibilidad, el concepto de blanco para la sensibilidad y la pendiente del gráfico de calibración..

Se prepara una estándar múltiple en un matraz aforado de 250 mL, se toma una alícuota de 25 mL de las siguientes soluciones patrones, como se muestra en la Tabla I. Enrasamos con HCl 0.5 N y se homogeneiza. Denominamos a esta solución “estándar múltiple”, a partir de la cual se preparan las estándares de Fe, para cuatro niveles de concentración.

Tabla I Concertación de las soluciones empleadas para la preparación de la estándar múltiple

Ni	Co	Al ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	MnO	TiO ₂
1200 mg/L	200 mg/L	6000 mg/L	2000 mg/L	800 mg/L	100 mg/L

DISCUSIÓN DE RESULTADOS:

Se realizó un estudio estadístico con 3464 parejas de resultados correspondientes al análisis volumétrico empleando dicromato de potasio y al análisis por vía instrumental (ICP-EEA). Todos los resultados fueron tomados de los análisis realizados en los meses de Mayo y Junio del año 2000.

Se desglosaron los valores por intervalos de contenidos según la Instrucción de Calidad del Laboratorio y se obtuvieron los siguientes resultados que aparecen en la Tabla II.

Tabla II Evaluación de la calidad obtenida por intervalo de contenido en la determinación de Fe.

INTERVALOS	VALORES D	JUNIO/2000		
		Muestras Totales	Muestras Rechazadas	% Calidad
3.50-6.99	12	248	10	95.97
6.99-13.98	6	908	94	89.65
13.99-20.98	4	640	40	93.75
20.98-27.97	3	634	36	94.32
27.98-34.96	2.6	428	42	90.19
34.97-41.96	2.3	482	56	88.38
+ de 41.96	2	124	14	88.71

Comparando estos valores con resultados obtenidos por vía instrumental en anteriores trabajos, éstos mejoran considerablemente.

Teniendo en cuenta intercambios realizados con diferentes clientes y tomando en consideración la posibilidad que brinda la Instrucción de Calidad del Laboratorio, se decide realizar la evaluación empleando la magnitud inferior de la tabla de tolerancias, siendo entonces los

resultados de calidad los mostrados en la Tabla III. Se requiere continuar trabajando en el ajuste del método, haciendo énfasis en las condiciones instrumentales.

Tabla III Evaluación de la calidad por intervalo de contenido en la determinación de Fe tomando la magnitud inferior de la tabla de diferencias permisibles, D.

INTERVALOS	VALORES D	JUNIO		
		Muestras Totales	Muestras Rechazadas	% Calidad
3.50-6.99	20	248	0	100
6.99-13.98	12	908	0	100
13.99-20.98	6	640	0	100
20.98-27.97	4	634	1	99.84
27.98-34.96	3	428	8	98.13
34.97-41.96	2.6	482	16	96.68
+ de 41.96	2.3	124	4	96.77

Se realizó una comparación con muestras de referencia interna y la muestra patrón internacional, de serpentina S Ni y los resultados obtenidos se muestran en los gráficos I, II, y III. Los contenidos de hierro certificados de estas muestras son los siguientes:

	% Fe
Muestra Patrón SNi	7.63
Muestra Referencia Interna MR-3	46.83
Muestra Referencia Interna S-20	40.5

CONCLUSIONES

Con el empleo del método de calibración propuesto se obtienen resultados comparables en calidad con el método tradicional y se puede realizar la determinación de hierro por la vía instrumental (ICP-EAA) siempre y cuando se emplee la magnitud inferior de la tabla de tolerancias.

Bibliografía

- ISCL 103:00 (2000): Control interno de la reproducibilidad de los resultados de los análisis. Laboratorio de minerales EGMO. Santiago de Cuba.
- ISCL 303:99 (1999): Determinación volumétrica de hierro. Método del dicromato de potasio. Laboratorio de minerales EGMO. Santiago de Cuba.

- ISCL 304:99 (1999): Determinación por ICP de Ni, Co, SiO₂, Al₂O₃, MgO, MnO y Cr₂O₃ en lateritas y serpentinas. Laboratorio de minerales EGMO. Santiago de Cuba.
- Scoog douglas A., D.M.West (1980): Principles of Instrumental Analysis. Editorial Saunders College. Philadelphia, USA

Gráfico I

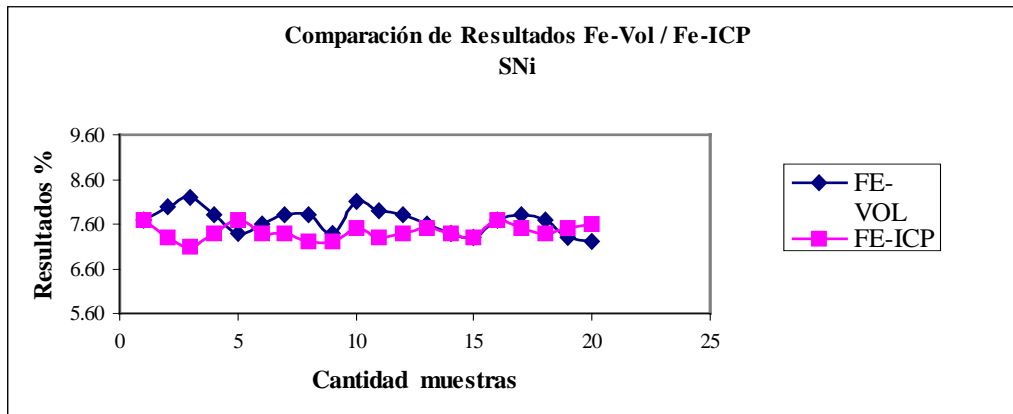


Gráfico II

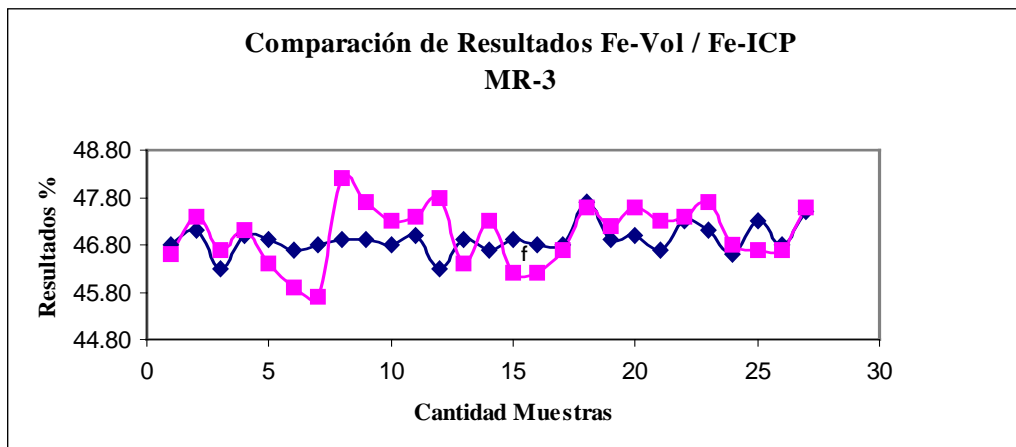


Gráfico III

