

---

**NORMA CUBANA**

**NC**

1070: 2015

---

**DORÉ – DETERMINACIÓN DE Au, Ag, Cu, Pb, Zn, Ni Y Fe  
POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA (EAA)**

**Bullion – Determination of Au, Ag, Cu, Pb, Zn, Ni y Fe by atomic absorption  
spectrometry (AAS)**

---

ICS: 39.060

1. Edición      Marzo 2015  
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 El Vedado, La Habana. Cuba.  
Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio  
Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

## **Prefacio**

La Oficina Nacional de Normalización (NC) es el Órgano Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

### **Esta Norma Cubana:**

• Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización NC/CTN 101 de Minerales y Minería integrado por representantes de las siguientes entidades:

Ministerio de Energía y Minas	Ministerio del Comercio Interior
Laboratorio Central de Minerales, José Isaac del Corral (LACEMI)	Instituto de Geofísica y Astronomía
Ministerio de Educación Superior	Oficina Nacional de Normalización
Grupo Empresarial Geominsal	Centro de Investigaciones del Petróleo (CEINPET)
Ministerio de la Construcción	Ministerio de Ciencia, Tecnología y Medio Ambiente
Centro de Investigaciones para la Industria Minero- Metalúrgica (CIPIMM)	Empresa Siderúrgica Antillana de Acero
Ministerio de la Industria Alimentaria	Oficina Nacional de Recursos Minerales (ONRM)
Instituto de Geología y Paleontología (IGP)	

### **© NC, 2015**

**Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:**

**Oficina Nacional de Normalización (NC)**

**Calle E No. 261, El Vedado, La Habana, Habana 4, Cuba.**

**Impreso en Cuba.**

## DORÉ – DETERMINACIÓN DE Au, Ag, Cu, Pb, Zn, Ni Y Fe POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA (EAA)

### 1 Objeto

Esta Norma Cubana especifica un método para el análisis de Au, Ag, Cu, Pb, Zn, Ni y Fe en doré mediante el empleo de la Espectrometría de Absorción Atómica.

Los elementos determinados y los intervalos de concentración son los siguientes:

Au: 0,1 % – 100 %    Pb: 0,05 %– 100 %    Cu: 0,025 % – 100%    Ni: 0,005 % - 1,5 %

Ag: 0,05 % – 50 %    Zn: 0,01 % - 0,1 %    Fe: 0,005 % - 2,5 %

### 2 Referencias normativas

Los siguientes documentos de referencia son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias fechadas, sólo es aplicable la edición citada. Para las referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento de referencia (incluyendo cualquier enmienda).

NC-ISO 3696:2004, Agua para uso en análisis de laboratorio – Especificación y método de ensayo.

### 3 Principio

El doré se disuelve en agua regia y se determinan los elementos en medio de ácido clorhídrico fracción en volumen 30 % con el objetivo de evitar la precipitación del plomo y de la plata.

### 4 Reactivos y materiales

**4.1 Disolución de ácido clorhídrico**,  $\rho$  (HCL) = 1,18 g/mL

**4.2 Disolución de ácido clorhídrico**, c (HCL) = 5 mol/L

**4.3 Disolución de ácido nítrico**,  $\rho$  (HNO<sub>3</sub>) = 1,42 g/mL

**4.4 Disolución de ácido nítrico**, c (HNO<sub>3</sub>) = 5 mol/L

**4.5 Disolución de ácido nítrico**, c (HNO<sub>3</sub>) = 2 mol/L

**4.6 Disolución de agua regia**, [HCl ( $\rho$  = 1,18 g/mL) + HNO<sub>3</sub> ( $\rho$  = 1,42 g/mL)] = 3 + 1

**4.7 Disolución de referencia de Au**, 1000  $\mu$ g/mL (1 mL = 1 mg de Au). Disuelva 1,0000 g de oro metálico en 20 mL de agua regia preparada al instante. Diluir a 1 L en un frasco volumétrico con agua destilada. Reservar en frasco de plástico.

**4.8 Disolución de referencia de Au**, 100  $\mu$ g/mL (1mL = 0,1 mg de Au). Tome 25 mL de la solución anterior en volumétrico de 250 mL y enrase con agua destilada.

**4.9 Disolución de referencia de Cu**, 1000  $\mu\text{g/mL}$  (1 mL = 1 mg de Cu). Disuelva 1,0000 g de cobre metálico en 50 mL de (4.4). Diluir a 1 L en un frasco volumétrico con agua destilada. Reservar en frasco de plástico.

**4.10 Disolución de referencia de Cu**, 100  $\mu\text{g/mL}$  (1mL = 0,1 mg de Cu). Tome 25 mL de la solución anterior en volumétrico de 250 mL y enrase con agua destilada.

**4.11 Disolución de referencia de Pb**, 1000  $\mu\text{g/mL}$  (1 mL = 1 mg de Pb). Disuelva 1,0000 g de plomo metálico en 50 mL de ácido nítrico (4.5). Diluir a 1 L en un frasco volumétrico con agua destilada. Reservar en frasco de plástico.

**4.12 Disolución de referencia de Pb**, 100  $\mu\text{g/mL}$  (1 mL = 0,1 mg de Pb).- Tome 25 mL de la solución anterior en volumétrico de 250 mL y enrase con agua destilada.

**4.13 Disolución de referencia de Ag**, 1000  $\mu\text{g/mL}$  (1 mL = 1mg de Ag). Disuelva 1,5750 g de nitrato de Ag con 200 mL de agua destilada. Trásvase a volumétrico de 1 L y enrase con agua destilada. Envase en frasco oscuro.

**4.14 Disolución de referencia de Ag**, 100  $\mu\text{g/mL}$  (1 mL = 0,1 mg de Ag). Tome 25 mL de la solución anterior en volumétrico de 250 mL y enrase con agua destilada.

**4.15 Disolución de referencia de Fe**, 1000  $\mu\text{g/mL}$  (1 mL = 1mg de Fe). Disuelva 1,0000 g de hierro en polvo o en granallas en 20 mL de (4.2) y 5 mL de (4.3). Diluya a 1 L con agua destilada en frasco volumétrico y envase.

**4.16 Disolución de referencia de Fe**, 100  $\mu\text{g/mL}$  (1mL = 0,1 mg de Fe).Tome 25 mL de la solución anterior en volumétrico de 250 mL y enrase con agua destilada.

**4.17 Disolución de referencia de Ni**, 1000  $\mu\text{g/mL}$  (1 mL = 1mg de Ni). Disuelva 1,0000 g de Ni metálico en 50 mL de ácido nítrico 5M. Diluya a 1L con agua destilada en frasco volumétrico y envase.

**4.18 Disolución de referencia de Ni**, 100  $\mu\text{g/mL}$  (1mL = 0,1 mg de Ni). Tome 25 ml de la solución anterior en volumétrico de 250 mL y enrase con agua destilada.

**4.19 Disolución de referencia de Zn**, 1000  $\mu\text{g/mL}$  (1 mL = 1mg de Zn). Disuelva 1,0000 g de Zn metálico en 30 mL de (4.2). Diluya a 1 L con agua destilada en frasco volumétrico y envase.

**4.20 Disolución de referencia de Zn**, 100  $\mu\text{g/mL}$  (1mL = 0,1 mg de Zn). Tome 25 mL de la solución anterior en volumétrico de 250 mL y enrase con agua destilada.

**NOTA:** En todos los casos los reactivos son puros para análisis (ppa).

## 5 Aparatos

Espectrofotómetro de Absorción Atómica, con quemador Aire-Acetileno y lámparas de cátodo hueco de los elementos a determinar.

**NOTA** - Las condiciones instrumentales deben ser optimizadas para obtener máxima sensibilidad. En este

caso se emplea un Espectrofotómetro con computadora acoplada. En las Tablas 1 y 2 se reportan las condiciones instrumentales para los diferentes intervalos de concentración de la soluciones de calibración.

**Tabla 1 – Condiciones instrumentales del espectrofotómetro para el Gráfico de calibración 1**

Parámetro	Au	Ag	Cu	Pb	Zn	Fe	Ni
Long. de onda (nm)	242,8	328,1	324,8	217	213,9	248,3	217,6
Corriente de lámpara (mA)	3	2	3	3	3	3	3
Ancho de banda (nm)	0,2						
Flujo C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (L/min)	2						
Flujo aire (L/min)	13,5						
Rotación de quemador	-						
Tiempo integración (s)	3						
Precisión	3						
Corrección de fondo	-	-	-	-	si	si	si
Patrones (µg/mL)	2;5;10; 20	1;2;4; 6	0,5;2;5 7	1;5;10; 20;30	0,2;0,7;1; 1,5;2	0,1;0,8;1, 5;3;5	0,1;0,7; 1;1,5;3

**Tabla 2 – Condiciones instrumentales del espectrofotómetro para el Gráfico de calibración 2**

Parámetro	Au	Ag	Cu	Pb
Long. de onda (nm)	267,6	328,1	324,8	283,3
Corriente Lámpara (mA)	3	2	3	3
Ancho de banda (nm)	0,2			
Flujo C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (L/min)	2			
Flujo aire (L/min)	13,5			
Rotación de quemador	-	si	si	-
Tiempo integración (s)	3			
Precisión	3			
Corrección de fondo	-			
Patrones (µg/mL)	10;20;30;40	1;2;4;6	7;10;20;30;40	10;20;30;40

## 6 Procedimiento

### 6.1 Preparación de la porción de ensayo

Pese 0,2 g de muestra y trasvase a vaso de precipitado de 250 mL, añada 30 mL de (4.6). Lleve a la plancha y caliente hasta total disolución de la muestra. Enfríe, trasvase a frasco volumétrico de 100 mL, añadir 30 mL de (4.1) y enrasar con agua. Tome inmediatamente una alícuota de 2 mL y 10 mL en volumétricos de 100 mL, añadir 30 mL de (4.1) y enrasar con agua respectivamente.

Realizar el esquema de dilución reportado en las Tablas 3 y 4 y lleve a cabo las mediciones de absorbencia utilizando los gráficos de calibración 1 ó 2 correspondientes.

**Tabla 3 – Esquema de dilución en función de los contenidos utilizando el gráfico de calibración 1**

Esquema de Dilución	Au	Ag	Cu	Pb	Zn	Fe	Ni
	Intervalo de concentración, %						
0.2/100	0,1 - 1	0,05 - 0,3	0,025 - 0,35	0,05 - 1,5	0,01 - 0,1	0,005 - 0,25	0,005 - 0,15
0.2/100/10/100	1 - 5	0,5 - 3	0,25 - 3,5	0,5 - 15	0,1 - 1	0,05 - 2,5	0,05 - 1,5
0.2/100/2/100	5 - 50	2,5 - 15	1,25 - 17,5	2,5 - 75			

**Tabla 4 – Esquema de dilución en función de los contenidos utilizando el gráfico de calibración 2**

Esquema de Dilución	Au	Ag	Cu	Pb
	Intervalo de concentración, %			
0.2/100	1 - 2	0,3 - 1	0,35 - 2	0,5 - 2
0.2/100/10/100	10 - 20	3 - 10	3,5 - 20	5 - 20
0.2/100/2/100	50 - 100	2,5 - 50	17,5 - 100	25 - 100

## 7 Cálculos

El contenido de cada elemento expresado en % se calcula por:

$$\% \text{ Elemento} = \frac{\mu\text{g /mL} \times D1 \times D2}{PM \times A} \times 10^{-4}$$

donde:

- $\mu\text{g/mL}$  concentración obtenida del gráfico de calibración;
- PM masa de la muestra expresada en gramos;
- D1 volumen en el que se enrasa el peso de muestra expresado en mililitros;
- D2 volumen en el que se enrasa la primera dilución expresado en mililitros;
- A alícuota tomada para la primera dilución expresada en mililitros.

### **Bibliografía**

[1] Lenaham, W.C.; Murray-Smith, R. de L. Assay and Analytical Practice in the South Africa Mining Industry, Mongraph Series M6, The Chamber of Mines of South Africa, Cap.6, Johannesburg 1986, pág. 217.