

GENERANDO INFORMACIÓN GEOQUÍMICA PARA LA SOCIEDAD. ANÁLISIS DE MUESTRAS

ANÁLISIS GEOQUÍMICOS EN LABORATORIO



Ana Gimeno García
Jefe de Área de los Laboratorios Generales del IGME-CSIC

Instituto Geológico y minero de España (IGME-CSIC) / Vicedirección Técnica / Laboratorios Generales

VICEDIRECCIÓN TÉCNICA

LABORATORIOS GENERALES DEL IGME, CSIC

Unidad de prestación de servicios técnicos especializados.

Aportan datos técnicos experimentales a:

- Proyectos de investigación
- Otros Organismos y Entidades (públicos y privados)

Muestras: relacionadas con las ciencias de la tierra

Rocas, testigos de perforación, suelos, sedimentos, aguas y lixiviados

LABORATORIOS GENERALES DEL IGME,CSIC



- Laboratorio de Aguas
- Laboratorio de Mineralurgia
- Laboratorio de Geoquímica
- Laboratorio de Testificación de sondeos y ensayos geomecánicos
- Laboratorio de Microscopía aplicada/Visión artificial

Sistema de Gestión de Calidad basado en los requisitos de la norma
UNE-EN ISO/IEC 17025.



Norma Española
UNE-EN ISO/IEC 17025
Diciembre 2017
Versión corregida, Mayo 2018

Requisitos generales para la competencia de los
laboratorios de ensayo y calibración
(ISO/IEC 17025:2017)

ENSAYOS GEOQUÍMICOS

- Análisis de elementos mayoritarios y traza en aguas.
- Análisis de contaminantes orgánicos en aguas.
- Determinación de elementos mayoritarios y traza en materiales geológicos sólidos (suelos, sedimentos, rocas, minerales).
- Análisis mineralógicos de identificación de las fases minerales en muestras sólidas.
- Dataciones isotópicas.
- Análisis de aguas geoambientales y drenajes ácidos de mina.
- Determinación de elementos traza en otras matrices tanto inorgánicas como orgánicas.
- Ensayos edafológicos
- Análisis superficial



TIPOS DE MUESTRAS PARA ANÁLISIS GEOQUÍMICOS

SÓLIDAS

Rocas (ígneas, sedimentarias, metamórficas)
Suelos
Sedimentos
Minerales
Materiales artificiales o geoambientales

Técnicas habituales:

XRF, ICP-AES, ICP-MS, XRD, SEM-EDX, análisis elemental (C,S,N).

Preparación:

Trituración y molienda, secado, cuarteo, digestión ácida, fusión.

LÍQUIDAS

Aguas subterráneas:
Captaciones, sondeos, manantiales
Aguas superficiales:
Ríos, lagos, embalses
Aguas residuales o de drenaje ácido:
Cortas mineras inundadas, Control ambiental minero

Técnicas habituales:

ICP-AES, ICP-MS, AAS, IC, GC-MS, valoración, espectrofotometría UV-Vis, pH, CE .

Preparación:

Filtrado (<0,45 µm), acidificación (HNO_3), conservación en frío.

ETAPAS INICIALES DE UN ANÁLISIS GEOQUÍMICO (SOLICITANTE)

1. DEFINICIÓN DEL OBJETIVO DEL ESTUDIO GEOQUÍMICO

2. TOMA DE MUESTRA

- Selección de muestras
- Representatividad
- Conservación de las muestras
- Determinación de los parámetros críticos

3. ANÁLISIS EN LABORATORIO. REQUERIMIENTOS

PREPARACIÓN DE MUESTRAS

- Corte, trituración, molienda
- Concentración /separación
- Filtración
- Digestión ácida
- Fusión
- Disolución selectiva
- Fracciones granulométricas

COMPOSICIÓN QUÍMICA

- Elementos a determinar
- Contenido total
- Cuantificación/semicuantificación
- Especiación

ESTUDIOS ESPECÍFICOS

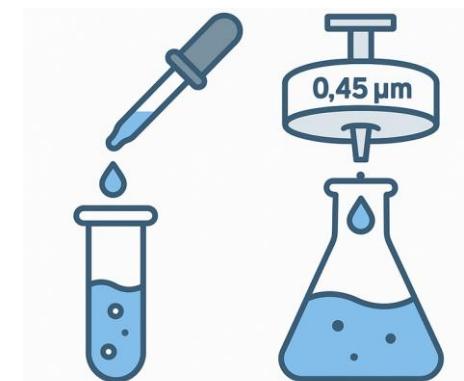
- Caracterización química / mineralógica
- Composición superficial puntual
 - Minerales separados
 - Lámina delgada
 - Intensidad cuentas
- Ensayos edafológicos
- Datación absoluta
- Microscopía petrográfica

PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

SÓLIDAS

OPERACIÓN	EQUIPOS
Limpieza de muestras por corte	Cortadoras de disco de diamante
Trituración /molienda de muestras	Machacadora de mandíbulas, molinos de bolas, molinos de cilindros...
Separación en fracciones granulométricas	Tamizadora automática
Obtención de concentrados minerales	Mesa Wilfley Separador magnético Separador de líquidos densos Flotación
Separación fracción sólida / fracción líquida	Sistemas de filtración en embudo o a vacío Centifugador
Molienda a tamaño de análisis	Molino de anillos de ágata
Digestión	Microondas, reactores
Fusión	Perladora

LÍQUIDAS



- Filtración 0,45 micras
- Acidular pH<2

DEFINICIÓN DEL ANÁLISIS:

FACTORES A CONSIDERAR PARA LA ELECCIÓN DE LAS TÉCNICAS DE MEDIDA:

- Elementos a determinar
- Cantidad de muestra disponible
- Matriz de la muestra
- Reactivos requeridos para la preparación
- Solidos disueltos totales
- Presencia de minerales refractarios
- Contenido de elementos de interés en la muestra
- Interferencias de la técnica analítica
- Límite de determinación aceptable

INSTRUMENTACIÓN Y APLICACIONES. Muestras de agua (1/2):

Método	Técnica	Equipo	Determinación
Ópticos	Espectroscopía de absorción/emisión atómica	Espectrófotómetro de absorción atómica	Elementos mayoritarios y trazas: HGAAS: Ge, As, Sn, Sb, Te, Pb CVAAS: Hg GFAAS: As FAAS: Cu, Zn, Fe, Mn, Cd, Cr, Sr, Pb , Na, Li, K
	Espectroscopía de absorción molecular en flujo continuo	Analizador de flujo continuo Alliance Futura	Iones mayoritarios en agua: Sulfato, cloruro, calcio, magnesio, nitrato, nitrito, fosfato, amonio, alcalinidad, sílice, fenoles y cianuro
	Espectroscopía de absorción molecular UV-VIS	Espectrofotómetro UV-VIS	Agentes tensoactivos, fenoles y color
	Nefelometría	Nefelómetro	Turbidez
	Espectroscopía IR	Analizador Carbono orgánico total (TOC)	Carbono orgánico total, Inorgánico, carbono total y Nitrógeno total
Eléctricos	Potenciometría	Electrodos selectivos de iones	pH, fluoruro y cianuro
	Conductimetría	Conductivímetro	Conductividad eléctrica

INSTRUMENTACIÓN Y APLICACIONES Muestras de agua (2/2):

Método	Técnica	Equipo	Determinación
Cromatográficos	Cromatografía de gases GC/MS	Cromatógrafo de GC/MS	Compuestos orgánicos volátiles (VOC) Plaguicidas organoclorados e hidrocarburos policíclicos aromáticos (PAH)
	Cromatografía iónica	Cromatógrafo Iónico	Aniones y cationes mayoritarios y minoritarios en aguas

Volumetrías:

Oxidabilidad al permanganato,
CO₂ libre,
Sulfuros,
Alcalinidad,
Dureza.

INSTRUMENTACIÓN Y APLICACIONES. Muestras sólidas

Método	Técnica	Equipo	Determinación
Ópticos espectroscópicos	Espectroscopía de absorción	Espectrofotómetro de absorción	Elementos mayoritarios y trazas: HGAAS, CVAAS, FAAS
	Espectroscopía de emisión atómica	Espectrómetro XRF	Determinación mayoritarios y trazas.
		Espectrómetro ICP-AES	Determinación mayoritarios y trazas
	Espectroscopía de absorción molecular	Espectrofotómetro UV-Vis	Determinación de F
		Analizador Elemental (Detección infrarroja).	Determinación de C, N y S
Ópticos no espectroscópicos	Microscopía electrónica de barrido	SEM-EDX	De B (Z=5) a U (Z=92) Detecta C, N, O y elementos ligeros con buena sensibilidad
	Difracción de Rayos X	Difractómetro de Rayos X	Estudios mineralógicos
	Espectrometría de masas	Espectrómetro ICP-MS	Determinación de elementos traza
		Ablación por láser LA-ICP-MS	Determinación de elementos traza
		Espectrómetro de masas de termoionización (TIMS)	Geocronología (Método U-Th-Pb) y análisis isotópico

Analizador de flujo continuo

Aplicación

Determinación simultánea de iones mayoritarios en agua: sulfato, cloruro, calcio, magnesio, nitrato, nitrito, fosfato, amonio, alcalinidad, sílice, fenoles y cianuros



Analizador de flujo continuo Alliance Futura



Cromatografía iónica IC

Aplicación

Caracterización química y control de calidad de aguas naturales y residuales.

Aniones, oxoaniones y cationes mayoritarios y minoritarios, ajustando diluciones y curvas de calibración a cada rango.

- Aniones (F^- , Cl^- , Br^- , NO_3^- , NO_2^- , SO_4^{2-} , PO_4^{3-})
- Oxoaniones (BrO_3^- , ClO_2^- , ClO_3^-)
- Cationes (Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+})

Preparación:

Procesador de muestras 858 ProfIC

- ultrafiltración tangencial 0,20 μm , dilución, preconcentración, eliminación de la matriz.
- Inyección en IC



Metrohm 930 Compact IC Flex
Metrohm 881 Compact IC pro

Cromatografía de GC-MS

Aplicación

Compuestos orgánicos volátiles (VOC) y semivolátiles:
plaguicidas organoclorados e hidrocarburos policíclicos
aromáticos (PAH)

Metodología:

- Volátiles: método de espacio en cabeza (HS).
- Semivolátiles: método microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME)
- Inyección automática: automuestreador Combi-Pal 3RSI en cromatógrafo de gases



Cromatógrafo GC-MS QQQ AGILENT 7000C

AAS Espectroscopía de Absorción Atómica

Aplicación

Análisis de elementos metálicos mayoritarios, minoritarios y trazas

HGAAS: Ge, As, Sn, Sb, Te, Pb

CVAAS: Hg

GFAAS: As

FAAS: Cu, Zn, Fe, Mn, Cd, Cr, Sr, Pb , Na, Li, K

Determinación de metales en bajas concentraciones en:

- Aguas naturales
- Aguas residuales
- Suelos sedimentos y rocas

Preparación

Muestras líquidas:

Filtración y acidificación con HNO_3 ($\text{pH} < 2$)

Muestras sólidas:

Requiere disolución completa de muestras

Secado/ trituración/ Fusión o Digestión ácida



AGILENT 240FS AA Spectrometer

ICP-AES Espectroscopía de Emisión Óptica con Plasma Acoplado Inductivamente

Aplicación

Análisis multielemental

Mayoritarios: Al; Fe, Ti, Mn, K, Mg, Ca, P (+trazas)

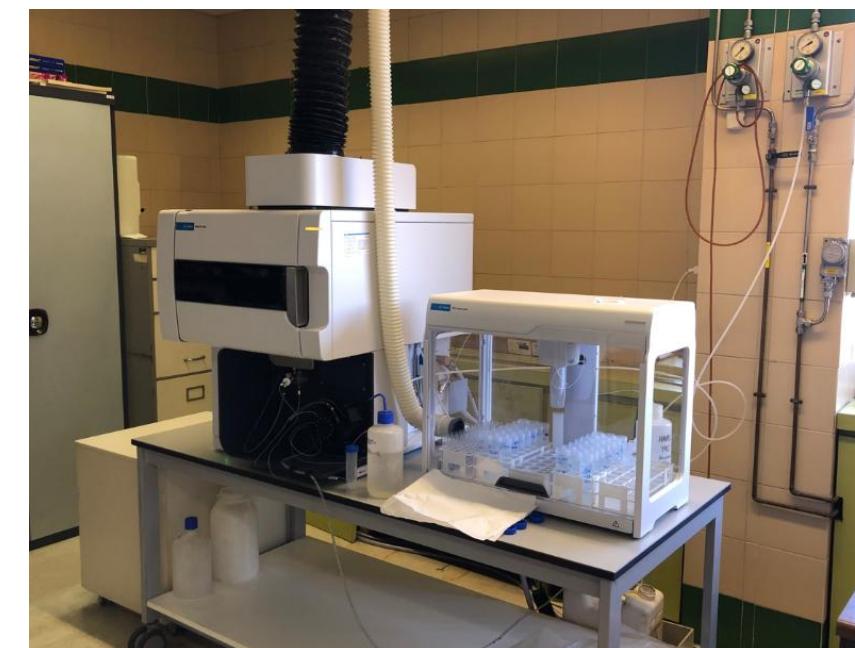
Trazas: As, Ba, Be, Cd, Ce, Co, Cr, Cu, La, Mn, Mo, Nb, Ni, P, Pb, Sb, Se, V, W, Y, Zn

Preparación

Requiere disolución completa de muestras para análisis

Ataque en reactor abierto con HNO_3 , HF y HClO_4

Fusión con LiBO_2



AGILENT 5800 ICP-AES

ICP-MS Espectrometría de Masas con Plasma Acoplado Inductivamente

Aplicación

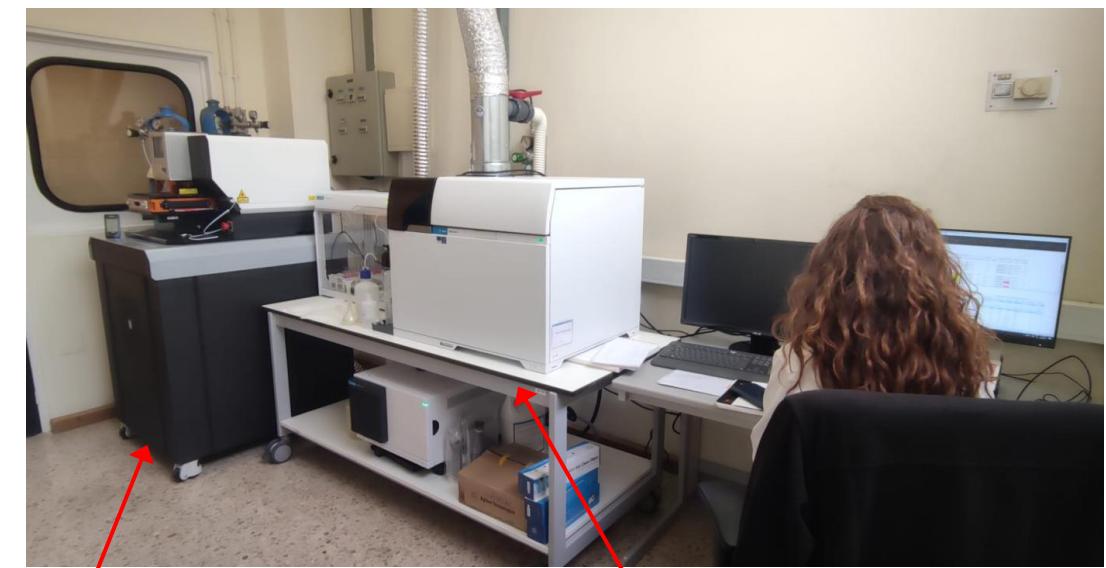
Análisis multielemental secuencial de elementos traza:

- Be, V, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se, Mo, Ag, Cd, Sb, Ba, Tl, Pb, Th, U (Ataque HNO_3 , HF y HClO_4)
- Zr, Nb, Hf, Ta, REE (Fusión LiBO_2)
- PGE (Fusión NiS/coprecipitación)

Preparación

Requiere disolución completa de muestras para análisis

- Ataque en reactor abierto con HNO_3 , HF y HClO_4
- Fusión (LiBO_2)
- Fusión (SiO_2 , $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, Ni y S),
- Fusión NiS y coprecipitación con Te



XRF Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X

Aplicación

Análisis cuantitativo, semicuantitativo y cualitativo multielemental. Mayoritarios, minoritarios y trazas

Desde berilio (Be, Z = 4) hasta uranio (U, Z = 92)

Elementos Mayoritarios (óxidos): Si, Al, Fe, Ca, Ti, Mn, K, Mg, P

Elementos traza (en silicatos): Ag, As, Ba, Bi, Br, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, Ga, Ge, Hf, I, La, Mo, Nb, Nd, Ni, Pb, Rb, Sr, Ta, Th, Tl, U, V, W, Y, Zn, Zr

Preparación

Muestra pulverizada homogénea

- Perla fundida (0,3 g. el. mayoritarios)
- Pastilla prensada (8 g) con aglutinante (trazas)

El análisis de elementos mayoritarios precisa de determinaciones independientes de ppc y Na

Formas de trabajar

- Dispersión de longitudes de onda
- Dispersión de energía



PANALYTICAL ZETIUM DY-2074



GEOTEK XRF core scanner

XRD Difracción de rayos X

Aplicación

Análisis de caracterización estructural de materiales cristalinos
Identificación cualitativa y semicuantificación.
Sólo detecta fases cristalinas (no las amorfas).
No destructiva y rápida.
Permite identificar minerales incluso en mezclas complejas
Alta reproducibilidad

Preparación

Secado y molienda (ágata, <74 micras)
Arcillas (identificación): Separación granulométrica con orientación preferente; tratamiento con etilenglicol; tratamiento térmico.



Espectrómetro PANALYTICAL X'Pert Pro

Analizador elemental

Aplicación

Determinación de C, TOC, N y S (muestras sólidas y líquidas)

Tiempo de análisis rápido (~5 minutos/muestra)

Preparación

Secado, molienda, pesada y carga

TOC: Eliminación del C inorgánico con HCl

Cantidad de muestra necesaria:

Suelos sedimentos: 0,15-0,25 g

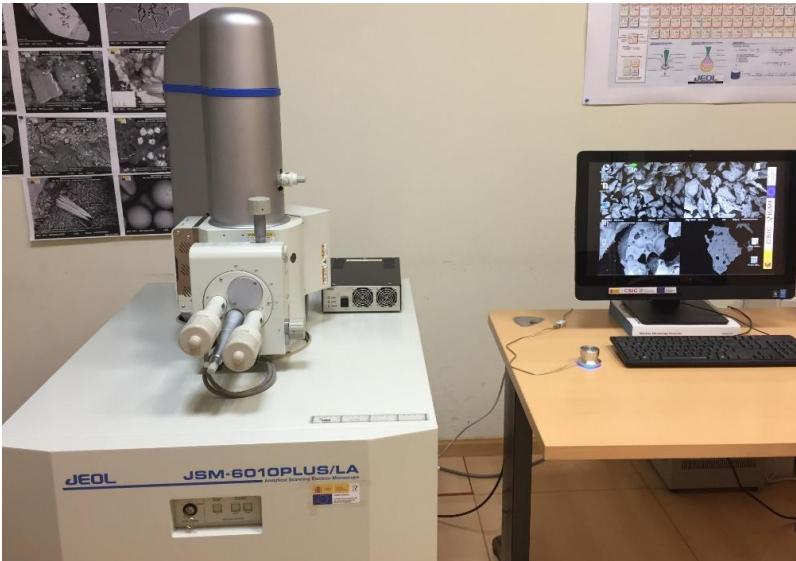
Material vegetal: 0,05-0,15 g

Uso de blancos y CRM para calibración y control de calidad



Analizador elemental LECO CNS 928

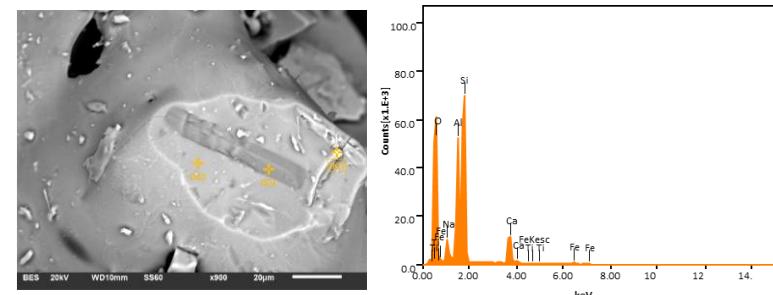
Microscopio Electrónico de Barrido (SEM-EDX)



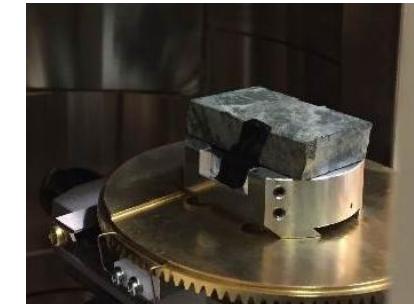
JEOL JSM -6010 PLUS/LA

- Filamento termoiónico de W,
- Hasta 30 kV / x 5 a x300.000.
- Detectores de Electrones secundarios y retrodispersados
- Presión de vacío variable
- Microanálisis EDX

- Imágenes de alta resolución de la superficie de una muestra utilizando las interacciones electrón-materia.
- Semicuantificación



Recubridor de C + lupa binocular



Dataciones isotópicas: Espectrómetro de masas de termoionización (TIMS)

Aplicación

- Datación U-Pb por desintegración radiactiva de ^{238}U a ^{206}Pb y ^{235}U a ^{207}Pb .
- En muestras con Zircón, monacita o titanita

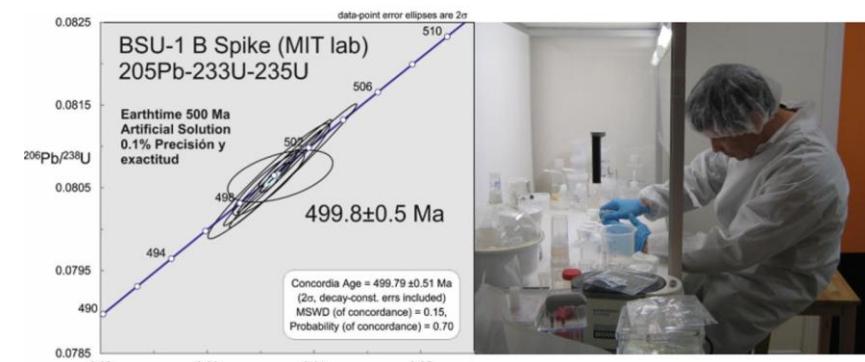
Preparación

- Separación manual de granos minerales
- Tratamiento térmico
- Abrasión química
- Dilución isotópica
- Ataque ácido
- Separación con resinas iónicas

Preparación de muestras en sala limpia (geoquímica isotópica y de trazas)



THERMO FISHER TIMS modelo TRITON



Preparación en sala limpia

Aseguramiento de la calidad (QA)

Acciones planificadas y sistemáticas para garantizar resultados fiables, trazables y reproducibles

1. Gestión del sistema de calidad:

- Sistema en base a UNE-EN ISO/IEC 17025
- Manual de calidad y PT normalizados
- Identificación de responsables
- Formación del personal
- Control documental
- Calibración y mantenimiento de equipos

2. Calibración y trazabilidad metrológica:

- Calibración de equipos y material accesorio
- Uso de patrones certificados CRM y soluciones patrón trazables a estándares internacionales.
- Registros de mantenimiento preventivo y correctivo

3. Validación de métodos analíticos:

- Evaluación de exactitud, precisión, linealidad, límite de detección (LOD), límite de cuantificación (LOQ), recuperación, robustez y repetibilidad
- Documentación de los procedimientos de validación.
- Participación en ejercicios interlaboratorio

4. Control de muestras y cadena de custodia:

- Identificación unívoca (códigos de muestra)
- Registro de recepción, preparación y análisis, almacenamiento y destrucción.
- Control ambiental (temperatura, contaminación cruzada)

Control de calidad analítico (QC)

Conjunto de procedimientos, verificaciones y controles que se aplican durante y después del análisis químico para asegurar que los resultados obtenidos son fiables, reproducibles y trazables.

1. Control interno:

- Uso rutinario de muestras de control:
 - Blancos
 - Duplicados o réplicas
 - Materiales de referencia internos
 - Materiales de referencia certificados (CRM)
- Gráficos de control/criterios de aceptación
- Auditorías internas

2. Control externo:

- Participación en ensayos interlaboratorio
- Auditorías externas

Medidas preventivas y correctivas

- Análisis de causas ante desviaciones o resultados fuera de control
- Implementación de acciones correctivas
- Revisión anual del desempeño del seguimiento del sistema de gestión de calidad del laboratorio

GRACIAS POR SU ATENCIÓN

laboratorios@igme.es

