

UNIVERSIDAD NACIONAL SAN CRISTOBAL DE HUAMANGA

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y METALURGIA

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



TESIS

**“OPTIMIZACIÓN ECONÓMICA EN EL PROCESO DEL ANÁLISIS
QUÍMICO DE MINERALES DE COBRE, PLOMO Y ZINC POR
ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN LA EMPRESA
SGS DEL PERU SAC”**

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERA QUÍMICA

PRESENTADO POR LA BACHILLER MARILY MARTINEZ ROJAS

ASESOR: ING. BERNARDO ENCISO LOPEZ

AYACUCHO – PERÚ

2019

AGRADECIMIENTO

A la empresa SGS DEL PERU S.A.C. por brindarme la oportunidad de integrar el equipo de profesionales, siendo parte activa de la familia formada, por su constante empeño en capacitarnos para elevar nuestro nivel y calidad profesional.

Al Ing. Bernardo Enciso López, por su asesoramiento y revisión de la tesis brindándome su tiempo, conocimiento, consejos y observaciones.

A la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga que me acogió en sus aulas, a todos mis profesores de la Escuela de Formación Profesional de Ingeniería Química, que con sus valiosos conocimientos contribuyeron en mi formación académica, que fueron los cimientos sólidos para mi formación profesional. Deseo mencionar especialmente al MSc. Cipriano Mendoza Rojas y al Ing. Nilo Juscamayta Tomasevich; por sus valiosas enseñanzas, opiniones y sugerencias.

Asimismo, expreso mi gratitud al apoyo desinteresado de la supervisora del área de instrumental inorgánica, Ing. Doris Torrejón Larrea por darme la oportunidad de desarrollarme en el campo profesional.

Son muchas las personas que han formado parte de mi vida profesional a las que me encantaría agradecerles su amistad, consejos, apoyo, ánimo y compañía en los momentos más difíciles de mi vida. Algunas están aquí conmigo y otras en mis recuerdos y en mi corazón, sin importar en donde estén quiero darles las gracias por formar parte de mí, por todo lo que me han brindado y por todas sus bendiciones.

DEDICATORIA

A mis padres Fortunato y Margarita, con todo mi amor, que hicieron que pudiera lograr mis anhelos por motivarme, brindarme su amor y respaldo en las diferentes etapas de mi vida.

A Michael por su paciencia y comprensión, que me inspiró a ser mejor cada día, gracias por estar siempre a mi lado.

GLOSARIO DE TÉRMINOS

AAS	Absorción atómica
AOAC	Asociación Oficial de Químicos Analíticos
BK	Blanco
CV	Coefficiente de variación
CONC	Concentración
DESV STD	Desviación estándar
fd	Factor de dilución
g	Gramo
LDI	Límite de detección del instrumental
LDM	Límite de detección del método
LIA	Límite inferior admisible
LIC	Límite inferior crítico
LIS	Límite superior admisible
LSC	Límite superior crítico
ISO	Organización Internacional de Estandarización
LQM	Límite de cuantificación del método
mL	Mililitro
min	Minuto
MRC	Material de referencia certificado
NTP	Norma Técnica Peruana
PROM	Promedio
ppb	Partes por billón

ppm	Partes por millón
RSD	Desviación estándar relativa
Sr	Desviación estándar de repetibilidad
STD	Estándar
\$	Dólar
T	Tiempo
O/H	Horas/Hombre
ud	Unidad
V	Volumen (mL)
W	Peso de la muestra (g)

INTRODUCCIÓN

En la presente tesis se logró optimizar económicamente el proceso de análisis de cobre, plomo y zinc en muestras geoquímicas en la empresa SGS del Perú S.A.C., para lo cual, se realizó el estudio de un nuevo proceso de digestión de muestras utilizando distintos volúmenes de ácidos en la dosificación, así como distintos pesos de muestra a diferentes temperaturas en el área de digestión química de minerales.

Nuestro país cuenta con grandes recursos económicos, y la minería es uno de los sectores económicos más importantes; este sector representa el 50% de las divisas del país, además es el principal productor mundial de varios minerales tales como por ejemplo cobre, zinc, estaño, plomo, hierro, se encuentra en tercer lugar (2015). Estos productos mineros son parte clave de las exportaciones del país; es por ello que los análisis químicos de muestras minerales son muy importantes; por que los resultados son utilizados para la determinación de la concentración (ley) de cada elemento metálico y consecuentemente viabilizar su explotación.

La espectroscopía de absorción atómica constituye un método sensible para la cuantificación de más de 60 elementos metálicos. Se analizan distintos elementos metálicos como cobre, plomo, zinc, plata, aluminio, calcio, cadmio, cromo, litio, hierro, magnesio, potasio y sodio entre otros, en un orden de detección desde 3×10^{-4} ppm hasta 20 ppm.

La espectroscopía de absorción atómica es un método de química analítica cuantificable que esta basado en la instrumental que permite medir las concentraciones de un material en una mezcla y determinar una gran variedad de elementos, fue utilizada por primera vez como una técnica analítica, y los principios subyacentes fueron establecidos en la segunda mitad del siglo XIX por Robert Wilhelm Bunsen y Gustav Robert Kirchhoff, ambos profesores de la Universidad de Heidelberg, Alemania.

En el presente estudio se utilizó la técnica del método combinado del proceso de digestión con absorción atómica, para la respectiva determinación de la concentración en el mineral, esta técnica requiere que la muestra se disgregue totalmente durante la digestión, para

posteriormente cuantificar los elementos de interés para la industria, la agricultura, la minería, el control ambiental y la investigación científica en general.

En la presenta tesis se logró reducir los costos de análisis de muestras en la determinación de la concentración de cobre, plomo y zinc; logrando que obtener una utilidad neta el cual se refleja en los beneficios obtenidos por la empresa y los empleados.

ÍNDICE

AGRADECIMIENTO	II
DEDICATORIA	III
GLOSARIO DE TÉRMINOS	IV
INTRODUCCIÓN	VI

CAPITULO I

GENERALIDADES

1.1 ANTECEDENTES	1
1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	2
1.3 HIPÓTESIS	2
1.4 OBJETIVO	2
OBJETIVO GENERAL	2
OBJETIVOS ESPECÍFICOS	2
1.5 JUSTIFICACIÓN	3
JUSTIFICACIÓN TÉCNICA	3
JUSTIFICACIÓN ECONÓMICA	3
JUSTIFICACIÓN SOCIAL	4
1.6 LA EMPRESA SGS DEL PERÚ S.A.C.	4
1.7 UBICACIÓN	4
1.8 ORGANIZACIÓN DE LA EMPRESA	5

CAPITULO II

FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

2.1 LA MUESTRA	9
2.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS	9
2.3 DIGESTION QUÍMICA	10
2.4 MÉTODOS VOLUMÉTRICOS	14
2.4.1 MÉTODO DE NEUTRALIZACIÓN	15
2.4.2 MÉTODO DE OXIDACIÓN – REDUCCIÓN	15
2.4.3 MÉTODO DE PRECIPITACIÓN	15
2.4.4 MÉTODO COMPLEXOMÉTRICO	15
2.5 PRINCIPIOS DE LA ABSORCIÓN ATÓMICA	16
2.5.1 RELACIÓN ABSORCIÓN ATÓMICA Y CONCENTRACIÓN	18
2.5.2 ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA (AAS)	22
2.5.3 DESCRIPCIÓN DE UN ESPECTROFOTOMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA	30
2.6 VALIDACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE UN MÉTODO	38
2.6.1 VALIDACIÓN DEL MÉTODO	38
2.6.2 PARÁMETROS DE VALIDACIÓN	39
A. Exactitud	39
B. Precisión	39
C. Límite de detección (ld)	40
D. Límite de cuantificación (ldq)	42
E. Linealidad	42
F. Repetibilidad	43
G. Reproducibilidad	43
H. Rango	44
I. Sensibilidad	44
J. Veracidad	44
K. Robustez	45

CAPITULO III

PARTE EXPERIMENTAL

3.1 EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS	46
3.1.1 EQUIPOS	46
3.1.2 MATERIALES Y REACTIVOS	46
3.2 SELECCIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO	47
3.3 DIGESTIÓN QUÍMICA	47
3.4 DIAGRAMAS DE BLOQUE PARA LA DETERMINACIÓN DE Cu, Pb y Zn POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON EL MÉTODO ANTERIOR Y EL MÉTODO PROPUESTO	50
3.5 RESULTADOS	52
3.5.1 CALIBRACIÓN DEL ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA	52
A. Verificación de las absorbancias	52
B. Verificación de lámparas	53
C. Lecturas en el software de trabajo CCLAS EL	53
3.5.2 PREPARACIÓN DE SOLUCIONES ESTÁNDARES	54
3.5.3 CÁLCULO DE FACTOR PARA ABSORCIÓN ATÓMICA	56
3.6 PARTE EXPERIMENTAL DE MEDICIONES	56
3.7 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE RESULTADOS	57

CAPITULO IV

ASPECTOS ECONÓMICOS

4.1 EVALUACIÓN DE COSTOS DE ANÁLISIS DE MUESTRAS POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN LA EMPRESA SGS DEL PERU SAC	96
4.2 COSTOS DE ANÁLISIS POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA	97

4.3 COSTOS DE EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES	97
4.3.1 COSTOS DE INSUMOS QUÍMICOS Y BIENES FISCALIZADOS (IQBF)	97
4.3.2 COSTOS DE EQUIPOS DE LABORATORIO DE LA EMPRESA SGS DEL PERÚ SAC	98
4.3.3 COSTOS DE MATERIALES DEL AREA INSTRUMENTAL DE LA EMPRESA SGS DEL PERÚ SAC	98
4.4 COSTOS POR ANÁLISIS DE MUESTRAS DE COBRE, PLOMO Y ZINC	99
4.4.1 COSTOS DE ANALISIS DE COBRE	99
4.4.2 ANALISIS DE COSTOS DE PLOMO	101
4.4.3 ANALISIS DE COSTOS DE ZINC	103
4.5 ANALISIS DE COSTOS POR ANALISIS DE MUESTRAS DE COBRE, PLOMO Y ZINC CON EL MÉTODO PROPUESTO	105
4.6 OPTIMIZACION ECONÓMICA Y RENTABILIDAD DE UTILIDAD NETA	110
4.7 UTILIDAD NETA OBTENIDA POR TURNO DE TRABAJO	111
CONCLUSIONES	112
RECOMENDACIONES	115
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	116
ANEXOS	

CAPITULO I

GENERALIDADES

1.1 ANTECEDENTES

El propósito de la tesis fue optimizar económicamente el proceso de análisis de cobre, plomo y zinc en base a pruebas experimentales realizadas en el laboratorio químico instrumental, sometiendo posteriormente los datos obtenidos a un riguroso tratamiento estadístico, para validar la optimización del método que permita obtener resultados confiables y veraces que resguarden el prestigio del laboratorio ante los clientes.

En la actualidad existen diferentes laboratorios que utilizan metodologías diversas en el ataque químico de muestras minerales; estos métodos requieren el uso de vasos de vidrio y teflón de 150 mL y 250 mL. En la presente tesis, se plantea que la cantidad de muestra mineral a disgregar sea en un volumen menor a las que se utiliza actualmente, garantizando que los resultados obtenidos sean confiables.

Existen trabajos de desarrollo y de tesis, relacionados al método analítico de digestión, pero no del tema a desarrollar en la presente tesis, así se puede mencionar la que se encuentra en la Biblioteca Especializada de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, tesis del Ing. Orlando Ochoa Laines “Estudio del Método Flash en el Análisis de Hierro por Absorción Atómica en la Empresa GOLD FIELDS LA CIMA” (2010). Igualmente, tesis del Ing. Michael Vallejos Laura “Análisis de cobre en soluciones de 100-200 ppm por lectura directa por absorción atómica en la empresa LABPERU EIRL”.

1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

¿Cuál es costo óptimo del proceso de análisis de metales reduciendo volúmenes de soluciones ácidos en el proceso de digestión de muestras minerales en el laboratorio químico?

1.3 HIPÓTESIS

Modificando los parámetros de digestión de muestras minerales establecidos, será posible minimizar los costos operativos de análisis químico de minerales de cobre plomo y zinc, sin afectar la calidad de los resultados.

En la presente tesis se plantea una nueva dosificación de ácidos en el proceso de digestión sin afectar la composición química de las muestras minerales, asimismo reducir el consumo de ácidos, minimizar el tiempo de digestión por muestra y subsecuentemente lograr mayor utilidad y mejor rentabilidad en beneficio de la empresa.

1.4 OBJETIVO

OBJETIVO GENERAL

- Optimizar variables de proceso y económicamente el proceso de análisis químico cuantitativo de muestras minerales de cobre, plomo y zinc, reduciendo la dosificación de volumen de soluciones de ácidos en la digestión en el laboratorio químico.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Reducir el tiempo de análisis de muestras.
- Mejorar el sistema de digestión de muestras minerales de cobre, plomo y zinc.
- Establecer la cantidad mínima de muestra que se requiere en el análisis químico para garantizar su representatividad.

- Validar el método de análisis modificado en base a los datos experimentales obtenidos.

1.5 JUSTIFICACIÓN

JUSTIFICACIÓN TÉCNICA

- En la actualidad los análisis de muestras minerales se están sometiendo a constantes ajustes, debido a la diversidad de las mismas, para obtener resultados en menor tiempo posible que satisfaga a los clientes más exigentes.
- Además, la existencia de equipos de análisis cada vez más sofisticados, pequeños, precisos y de bajo costo posibilita su adquisición con facilidad.
- Dentro de este contexto se hace necesario hacer ajustes permanentes, principalmente en la técnica o proceso de reducción del tiempo de digestión de muestras minerales y cantidad de reactivos a emplear.

JUSTIFICACIÓN ECONÓMICA

- Actualmente los análisis de muestras minerales tienen alto costo, entonces la constante búsqueda de la reducción de costos, disminución de volúmenes de soluciones de ácidos y otros reactivos permiten un ahorro económico significativo.
- Además, la reducción significativa de tiempo en el análisis total de muestras minerales a un mínimo, contribuye a obtener mayores ingresos económicos en beneficio de la empresa y trabajadores.

JUSTIFICACIÓN SOCIAL

- El laboratorio de la empresa SGS DEL PERÚ S.A.C., presta servicios de análisis químico de calidad a diferentes empresas, mejorando su prestigio, garantizando de esta manera fuentes de trabajo y mejorando la calidad de vida de los empleados.

1.6 LA EMPRESA SGS DEL PERÚ S.A.C.

“Creada en 1878 en Francia, SGS transformó el comercio en Europa al ofrecer servicios innovadores”. (WWW.SGS.COM)

“La empresa SGS del Perú S.A.C. es una subsidiaria que pertenece totalmente a SGS Société Générale de Surveillance Holding S.A., la compañía matriz del grupo SGS con su sede en Ginebra, Suiza. Fundado en 1878, el grupo SGS es la organización más grande del mundo en el campo de la verificación, ensayos, inspección y certificación. Operando a nivel mundial y aprovechando una red internacional única de oficinas y laboratorios”.

“Actualmente SGS es una empresa internacional de inspección, verificación análisis y certificación más grande del mundo. Su red mundial incluye más de 2400 oficinas y laboratorios, con una planilla diversa de más de 95000 profesionales trabajando en sus laboratorios y oficinas; el grupo SGS es capaz de proporcionar servicios en más de 140 países”.

“La empresa SGS del Perú S.A.C. inició sus actividades en el Perú en la década de los años sesenta y su condición de filial como SGS del Perú SAC fue establecida en 1986, actualmente viene brindando servicios a muchas entidades, entre las cuales están mineras, de agricultura, de inspección, ambiente entre otros. Contando con más de 2000 técnicos y profesionales concedores de la realidad nacional, regional e internacional, con especialización en cada línea de negocio y una red de oficinas estratégicas ubicadas en 28 ciudades”. (WWW.SGS.COM)

1.7 UBICACIÓN

Sede principal de la empresa SGS DEL PERU S.A.C., Av. Elmer Faucett N° 3348, Urb. Bocanegra, Callao, Lima – Perú.



Figura 1.1 Mapa de ubicación e influencia de la empresa SGS del Perú SAC

Recuperado de SGS del Perú SAC-2017

1.8 ORGANIZACIÓN DE LA EMPRESA

Razón Social: SGS DEL PERÚ S.A.C.

El tipo de organización actual es lineal y funcional donde las jerarquías y responsabilidades están plenamente establecidas; siendo la máxima autoridad el Gerente General, esta distribución se muestra en el organigrama de la empresa SGS del Perú SAC.



SGS DEL PERÚ S.A.C.

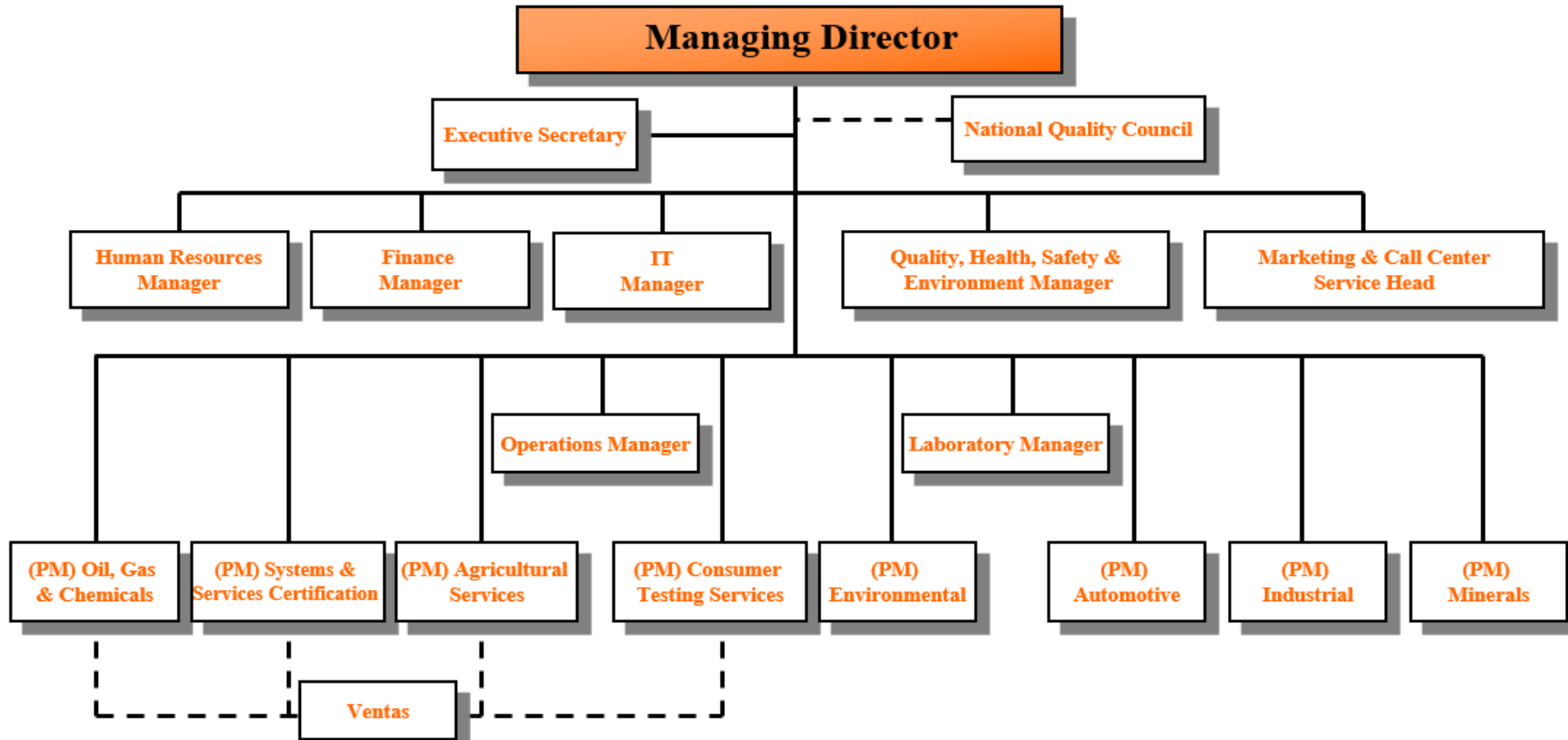


Figura 1.2 Organigrama general de la empresa SGS del PERÚ SAC.

Recuperado de SGS del Perú SAC – 2017.

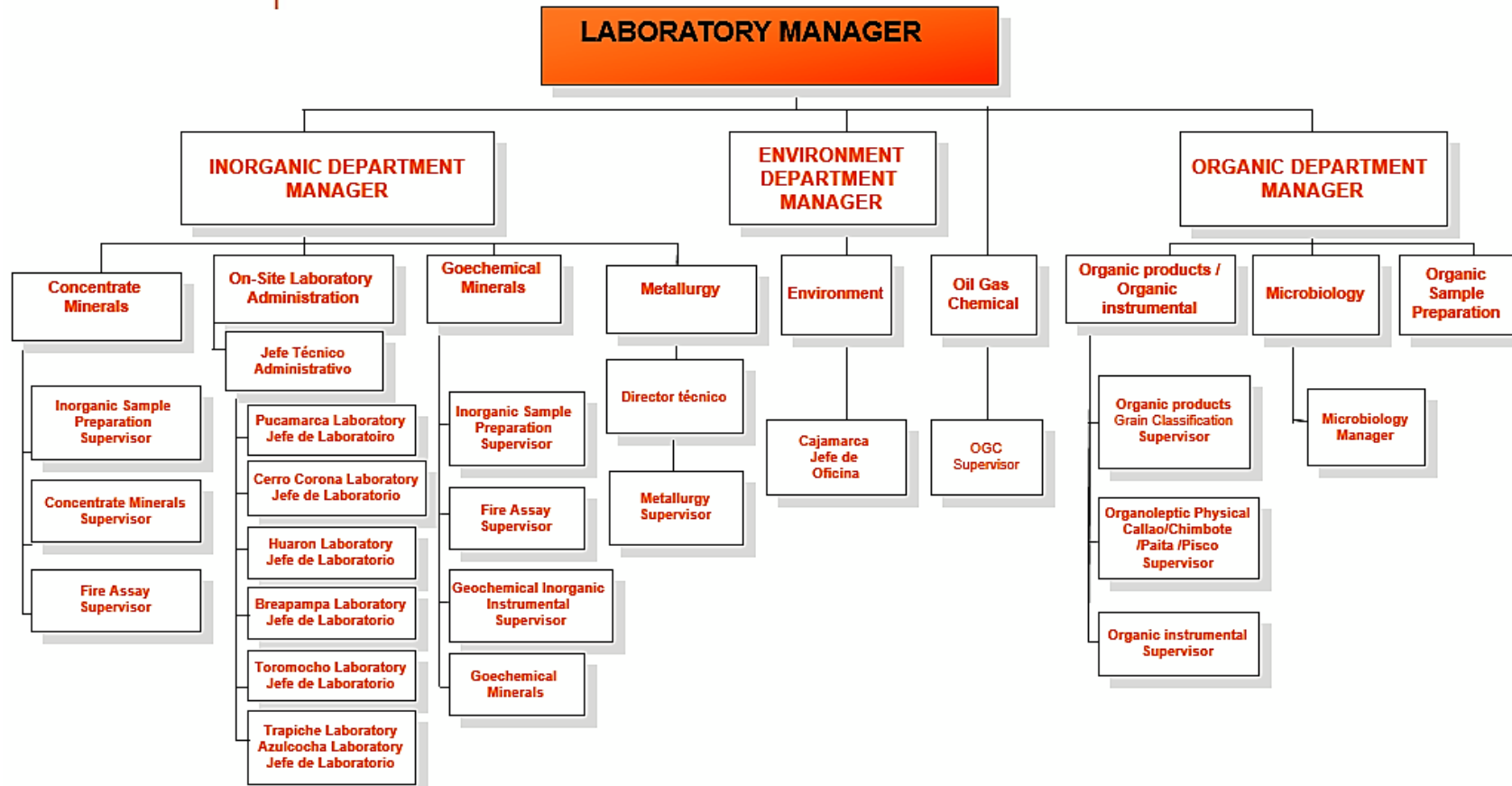


Figura 1.3 Organigrama general del laboratorio.

Recuperado de SGS del Perú SAC – 2017.

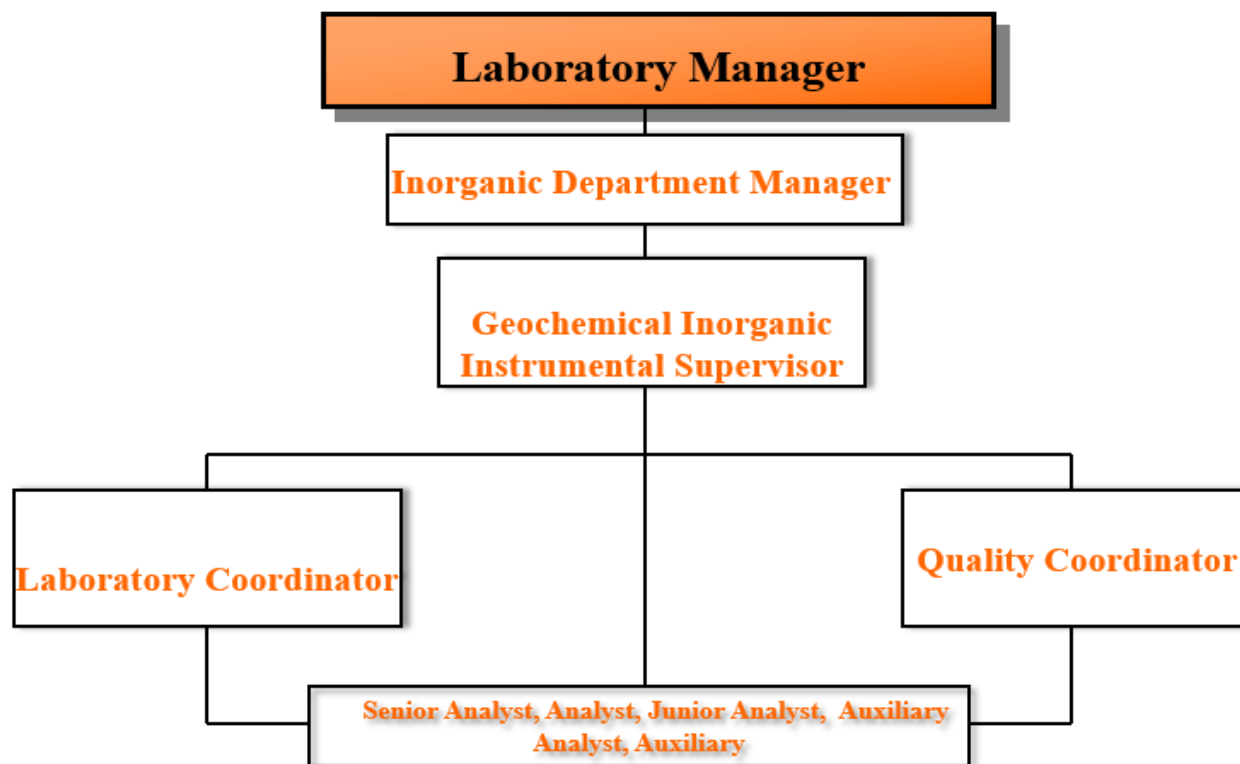


Figura 1.4 Organigrama del laboratorio instrumental inorgánica.

Recuperado de SGS del Perú SAC – 2017

CAPITULO II

FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

2.1 LA MUESTRA

“Si las muestras de laboratorio no representasen el contenido real de un material, o mostrasen grandes fluctuaciones en cuanto al contenido, el error se sumaría a errores de otras partes de análisis y la determinación carecería de sentido” (Rubinson, 2001, p.68).

“Las dos metas a lograr en el muestreo son asegurarse que las muestras sean representativas de la sustancia que se va a analizar, y que las muestras analizadas en el laboratorio sean homogéneas” (Rubinson, 2001, p.69).

Una muestra unitaria y representativa (unidad de muestreo) se define como aquella porción que se escoge de tal modo que haya una gran probabilidad que nos asegure que las diversas características de un material no uniforme, están representadas proporcionalmente, es decir que presenta la composición cualitativa y cuantitativa de todo el conjunto, además se debe tomar precauciones para evitar contaminación entre una y otra muestra.

2.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

La preparación de muestra, también llamada tratamiento de muestra o pre tratamiento de una muestra; es el paso del análisis que mayor tiempo ocupa, con mayor tendencia a cometer errores, y el más laborioso. Además, la preparación de una muestra para un análisis requiere pericia química, no importa lo simple o complejo que parezcan los

procedimientos. Los cinco principios generales que a continuación se indican deben tenerse en cuenta en esta etapa de análisis.

1. Deben hacerse sin perder ningún analito.
2. Deben transformar el (los) analito(s) en la mejor forma química para el método de ensayo a utilizar.
3. Deben, si es necesario, incluir la eliminación de interferentes en la matriz.
4. Deben, hacerse sin agregar ningún nuevo interferente.
5. Debe, considerar, siempre y cuando sea necesario, la dilución o la concentración del analito hasta obtener una concentración del mismo que este dentro del intervalo óptimo del método de análisis utilizado.

2.2 DIGESTION QUÍMICA

“Para la práctica de muchos métodos de análisis resulta necesario que la muestra se encuentre en forma de disolución por lo que si aquella es un sólido se requiere un tratamiento previo para llevarla a la forma adecuada” (Cámara, 2011, p.135)., entonces se requieren unas condiciones vigorosas.

El proceso se denomina *digestión* y requiere convertir el sólido en disolución con ayuda de ácidos, bases, agentes oxidantes o enzimas.

Para seleccionar el ácido apropiado, deben conocerse los componentes mayoritarios y características de la matriz.

Una dificultad que hay que tener en cuenta en el proceso de digestión, es que uno o más de los componentes a ensayar podrían transformarse en un producto por causa de este proceso. Si esto ocurriera su análisis produciría un resultado erróneo.

Algunas mezclas de digestión se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 2.1

Reactivos utilizados para la digestión de muestras.

Disolución, Concentración	Propiedad	Uso
Ac. Clorhídrico (38% p/p)	Reductor	Metales que se oxidan más fácilmente que el hidrógeno
Ac. Nítrico (70% p/p)	Oxidante	Metales que no reaccionan con HCl, sustancias orgánicas oxidadas.
Ac. Sulfúrico (98,3% p/p)	Alto punto de ebullición ($\approx 340^{\circ}\text{C}$)	Metales, destruye materia orgánica.
Ac. Perclórico (70% p/p)	Oxidante fuerte	Metales, no se pueden utilizar cuando existen agentes reductores
Ac. Fluorhídrico (49% p/p)	Forma fluoruros estables	Sílice y silicatos, utilizado con otros ácidos.
Hidróxido Sódico	Base fuerte: oxidante cuando es concentrada	Aluminio y óxidos anfóteros de Sn, Pb, Zn, Cr.

Recuperado de "ANÁLISIS INSTRUMENTAL" de RUBINSON Kenneth A. y RUBINSON Judith F PEARSON EDUCACIÓN S.A. 2001, p. 98.

"El proceso debe ser lo más rápido posible, los reactivos empleados no deben inferir en la posterior etapa de determinación, han de adoptarse precauciones para evitar pérdida de componentes volátiles" (Cámara, 2011, p.134).

La disgregación implica un conjunto de procesos en los que, mediante fusión de la muestra con determinados sólidos a temperaturas elevadas, o por acción de ciertos gases o ácidos fuertes, se consigue su solubilizarían o la transformación en alguna forma fácilmente soluble. Cuando no se conocen datos concretos respecto al disolvente más adecuado, es conveniente utilizar una sistemática racional, haciendo actuar en el orden que se indica los siguientes disolventes:

1. Agua (en frío y en caliente)
2. Ácido clorhídrico, diluido y concentrado (en frío y en caliente)
3. Ácido nítrico diluido y concentrado (en frío y en caliente)
4. Agua regia (solo en caliente)

5. Disgregantes.

Para efectuar los ensayos de disolución suelen emplearse 0.2 g de sólido bien pulverizado. Se añaden aproximadamente 5 mL del disolvente a ensayar y se agita bien, operando primero en frío y después en caliente, observado los fenómenos que tienen lugar. Algunos fenómenos observados al tratar con los distintos disolventes pueden orientar sobre la naturaleza de la muestra, siendo importantes cuando se trata de llevar a cabo posteriormente un análisis cualitativo. Así, por ejemplo, en el tratamiento con HCl puede tener lugar el desprendimiento de gases, como CO_2 , H_2S , SO_2 , HCN, que indicaría la presencia en la muestra de carbonatos, sulfuros, sulfitos o tiosulfatos y cianuros respectivamente. Asimismo, pueden precipitar cloruros insolubles (Ag^+ , Pb^{2+} , Hg^{2+}), azufre (polisulfuros o tiosulfatos) u óxidos hidratados (W, Ti). Por otra parte, pueden desprenderse vapores pardos de NO_2 en el tratamiento con ácido nítrico, lo que indicaría la presencia de reductores en la muestra, etc.

El empleo más frecuente de disolventes ácidos se resume en la tabla 2.2

Tabla 2.2

Disolución de muestras.

SOLVENTE	ADECUADO PARA
HCl	Sales de ácidos débiles. Muchos óxidos. Metales más reductores que el hidrógeno (potencial redox negativo).
H₂SO₄	Metales comunes (concentrado y caliente incluso Hg, Bi, Sb, Sn, que no se disuelven en el ácido diluido). Algunos minerales no atacables por el HCl, como CaF_2 , monacita, etc. HNO_3
HNO₃	Metales y óxidos, excepto Au, Pt, Al y Cr (se pasivan), Sn, Sb, W (forma ácidos insolubles), UO_2 y U_3O_8 . Sulfuros (excepto HgS). Agua
AGUA REGIA	HgS, Au, Pt

En ocasiones, resulta de utilidad el empleo de mezclas de ácidos o de un ácido más un agente oxidante, reductor o formador de complejos. Así, por ejemplo, los metales blancos suelen disolverse bien en mezcla de HCl y bromo, el ferrocromo y el ferrovolumen se disuelven en una mezcla de ácidos nítrico y fluorhídrico, o en mezclas de ácidos sulfúrico, fosfórico y perclórico; las aleaciones de aluminio y estaño en mezclas de ácidos nítrico y tartárico, etc.

En otro orden de cosas, hay que tener en cuenta que el empleo de ácidos fuertes para la disolución de muestras introduce la posibilidad de pérdidas de algunos componentes por volatilización. Así, el ataque ácido libera CO₂, H₂S, hidruros de As y P, etc.

Las sustancias insolubles total o parcialmente en agua y en ácidos se someten a disgregación, fundiendo con el reactivo apropiado. Los principales tipos de disgregación son:

Tabla 2.3

Principales tipos de disgregación.

Alcalina	Ácida	Gaseosa
simple: Na ₂ CO ₃ , KOH, NaOH	H ₂ SO ₄	Cl ₂ seco
oxidante: Na ₂ CO ₃ +Na ₂ O ₂ (o KNO ₃)	KHSO ₄	H
reductora: KCN	HF	Naciente
sulfurante: Na ₂ CO ₃ +S	HClO ₄	

Tabla 2.4*Disgregación de muestras.*

Disgregante	Sustancias disgregadas	Crisol
Na₂CO₃	Silicatos, fosfatos, sulfatos, fluoruros, haluros de plata, algunos óxidos metálicos calcinados. $\text{Al}_2(\text{SiO}_3)_3 + 4 \text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow 3 \text{Na}_2\text{SiO}_3 + 2 \text{NaAlO}_2 + 4 \text{CO}_2$	Pt
NaOH ó KOH	Óxidos de elementos de carácter anfótero: SnO ₂ , Al ₂ O ₃	Ni ó Ag
Na₂CO₃ + (Na₂O₂, KNO₃)	Sulfuros, cromita, sustancias con Mo, Mn $\text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3 + 2 \text{KNO}_3 \rightarrow 2 \text{K}_2\text{CrO}_4 + 2 \text{NO} + \text{CO}_2$	Pt(KNO ₃) Ni ó Ag(Na ₂ O ₂)
KCN	Casiterita $\text{SnO}_2 + 2 \text{KCN} \rightarrow 2 \text{KCNO} + \text{Sn}$	Porcelana
Na₂CO₃ + S	Sustancias que pueden formar tiosales solubles: Mo, Sn, etc.	porcelana, cuarzo
(H₂SO₄ – KHSO₄)*	Óxidos insolubles $\text{TiO}_2 + 2 \text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7 \rightarrow \text{Ti}(\text{SO}_4)_2 + 2 \text{K}_2\text{SO}_4$	Pt
HF	+ H ₂ SO ₄ ó HClO ₄ : silicatos + HNO ₃ : Ti, W, Nb, Zr	pt

*Con objeto de poder operar a temperaturas más altas que el punto de ebullición del ácido sulfúrico (317 °C), se utiliza KHSO₄, que, al fundirlo, se transforma en K₂S₂O₇. este pirofosfato forma sulfatos solubles con muchos óxidos insolubles.

El procedimiento para llevar a cabo la disgregación cuando el disgregante es sólido (Na₂CO₃, KHSO₄) consiste en mezclar lo más íntimamente posible el disgregante y la muestra, poner la mezcla en un crisol apropiado y calentar con precaución hasta alcanzar una temperatura para que se produzca la fusión. La masa fundida, una vez fría o caliente (dependiente del crisol empleado) se trata con agua sola, o convenientemente acidulada.

2.4 METODOS VOLUMÉTRICOS

“En una titulación, la sustancia de prueba (analito) en un matraz reacciona con un reactivo en solución cuya concentración se conoce y el cual se adiciona mediante una bureta. A este

reactivo se le refiere como **solución estándar** y suele denominársele titulante. Se mide el volumen de titulante que se requiere para reaccionar en forma completa con el analito. Como se conoce tanto la concentración como la reacción entre el analito y el reactivo, se puede calcular la cantidad de analito” (Gary, 2009, p.158).

Los métodos volumétricos tienen en común que son valoraciones basadas en diferentes tipos de reacción química.

2.4.1 MÉTODO DE NEUTRALIZACIÓN

La volumetría de neutralización es un tipo de técnica utilizada para realizar análisis de tipo cuantitativo, para hallar la concentración de una disolución, son aquellos donde el analito reacciona con un agente oxidante o reductor de concentración conocida.

2.4.2 MÉTODO DE OXIDACIÓN – REDUCCIÓN

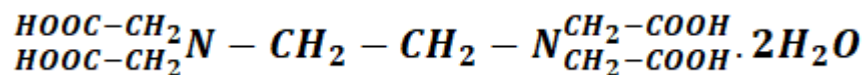
La valoración de oxidación y reducción, implica un cambio en el estado de oxidación de agente valorante y de la sustancia que se va a valorar.

2.4.3 MÉTODO DE PRECIPITACIÓN

Una valoración de precipitación es semejante a una gravimetría, ya que se forma un precipitado, la diferencia es que ésta utiliza un exceso de agente precipitante, mientras que en aquella se añade la cantidad estequiométrica y se mide el volumen empleado.

2.4.4 MÉTODO COMPLEXOMÉTRICO

Una valoración complexométrica es aquella que al añadir el valorante se forma un complejo soluble, no disociado y estequiométrico. Es posible determinar muchos iones metálicos titulándolos con algún reactivo con el cual formen complejos en solución. La solución que se va a titular se amortigua a un pH apropiado, se añade algún indicador y se titula el ión metálico con una solución estándar del agente complejante, el más utilizado es el ácido etilendiaminotetraacético también conocido como **EDTA**.



2.5 PRINCIPIOS DE LA ABSORCIÓN ATÓMICA

Los elementos como Ag, As, Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Ge, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Zn y otros, son determinados por espectrofotometría de absorción atómica, previa disgregación de la muestra de exploración geoquímica con ácidos comunes. Los elementos son cuantificados en función a la absorción de energía radiante específica emitida por átomos en estado fundamental.

La absorción atómica es el proceso que ocurre cuando *átomos de un elemento en estado fundamental* absorben energía radiante a una longitud de onda específica y luego la pierden en forma de calor.

“La espectrometría de absorción atómica implica la medida de la fracción de luz de una longitud de onda dada que pasa a través de una muestra. La geometría del equipo se representa en la siguiente figura” (Rubinson, 2001, p.300).

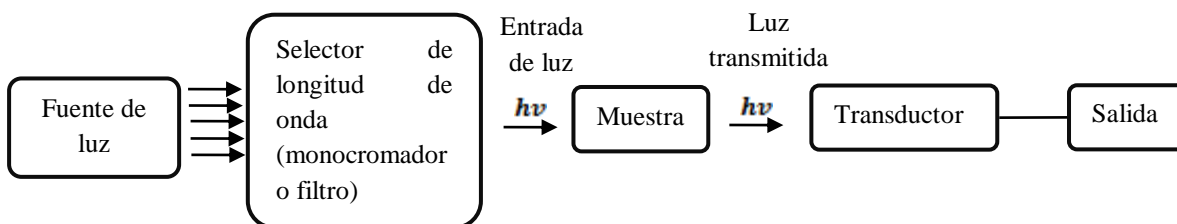


Figura 2.1 Diseño de un equipo experimental para medir absorción o transmitancia a una longitud de onda.

Recuperado de “ANÁLISIS INSTRUMENTAL” de RUBINSON Kenneth A. y RUBINSON Judith F PEARSON EDUCACIÓN S.A. 2001.

“La muestra no emite luz por sí misma, por lo que se debe incluir una fuente de radiación, La mayoría de las fuentes producen luz con longitud de onda no deseadas además de la deseada (la excepción de esta característica general está en las fuentes de radiofrecuencia y los láseres) el paso de luz a través de un monocromador o un filtro selecciona la longitud de onda para el análisis, la figura muestra el monocromador entre la fuente y la muestra. Sin embargo, en otros diseños se colocan policromadores en el lado opuesto de la muestra,

entre la muestra y el transductor, y en algunos instrumentos se sitúa ahí en el monocromador” (Rubinson, 2001, p.300).

Para el análisis, se hacen dos medidas de la cantidad de luz absorbida. En la primera se mide la cantidad de luz (a la longitud de luz elegida) que llega al transductor, cuando se coloca un blanco. Se denomina intensidad P_0 del blanco, es cuando la concentración del material analizado es cero.

La medida final se obtiene comparando la medida de las muestras o los patrones de la calibración con la medida de blanco. Llamado P a la intensidad que se mide con las muestras o con el estándar. La comparación que siempre se hace implica la relación P/P_0 con ambas intensidades medidas en las mismas condiciones del instrumento, longitud de onda, geometría etc.

Se utilizan tres términos para expresar esta relación. El primero es simplemente la relación P/P_0 y se denomina **transmitancia**. El símbolo habitual para la transmitancia es T .

$$T = \frac{P}{P_0} \quad (2.1)$$

El segundo es el porcentaje de transmitancia.

$$\%T = T \times 100 \quad (2.2)$$

El tercer es el logaritmo negativo de T , que se denomina **Absorbancia** y se abrevia como A , la expresión algebraica para la absorbancia es:

$$A = -\log \frac{P}{P_0} = -\log T \quad (2.3)$$

También se utiliza otro nombre para esta cantidad, densidad óptica, pero esta denominación no es muy utilizada. Los términos utilizados en espectrofotometría de absorción se recogen en la siguiente tabla.

Tabla 2.5

Términos utilizados en espectrofotometría de absorción.

Nombre de la unidad	Símbolo	Definición
Energía del fotón	E	$E = h\nu$
Potencia radiante	Φ o P	Cantidad de flujo de energía radiante por segundo(en vatios)
Irradiancia*	I	Flujo de energía por unidad de área por unidad de tiempo.
Transmitancia	T	P/P_0 relación de la potencia radiante que pasa a través de una muestra P, con la potencia incidente en ella, P_0 .
Porcentaje de transmitancia	%T	$100 \times T$
Absorbancia	A	$-\log T = -\log(P/P_0) = \log(P_0/P) = \log(I_0/I)$

*** También denominada intensidad (no muy recomendada)**

Recuperado de "ANÁLISIS INSTRUMENTAL" de RUBINSON Kenneth A. y RUBINSON Judith F PEARSON EDUCACIÓN S.A. 2001, p. 301.

2.5.1 RELACIONES ABSORCIÓN ATÓMICA Y CONCENTRACIÓN

La absorbancia de una muestra es proporcional a la concentración de la sustancia que absorbe la luz incidente. Experimentalmente, se muestra que:

$$A = abc \tag{2.4}$$

En otras palabras, que la absorbancia es directamente proporcional a:

Una constante (**a**), que es una propiedad de la sustancia por sí misma, así como de la longitud de onda de medida; la longitud de paso óptico (**b**), a través del cual viaja hacia la muestra; la concentración (**c**), de sustancia que absorbe la luz.

La ecuación (2.4) describe la *ley de Lambert-Beer*. Cuando la concentración c se expresa en (moles L^{-1}) y la longitud de paso óptico en cm, entonces la constante a

tendrá las unidades ($\text{Lmol}^{-1}\text{cm}^{-1}$), en cuyo paso se le da el símbolo ϵ . ϵ se le denomina *coeficiente de extinción molar* o *absortividad molar* (término corrientemente preferido).

$$A(\text{adimensional}) = \epsilon(\text{Lmol}^{-1}\text{cm}^{-1})b(\text{cm})c(\text{moles L}^{-1})$$

O simplemente

$$A = \epsilon bc \tag{2.5}$$

Es importante señalar que ϵ depende de la medida de la longitud de onda.

Así, a menudo se escribe el valor de ϵ como: , $\epsilon_{\lambda(\text{nm})}$ tal como ϵ_{530} . Para indicar que ϵ se mide a una $\lambda = 530 \text{ nm}$.

Si no se indican las unidades, el de ϵ implica generalmente unidades molares, otras unidades que podrían utilizarse para la absortividad son ejemplo, $(\mu\text{g L}^{-1})^{-1}\text{cm}^{-1}$.

En este caso, la unidad de la concentración debe expresarse en $(\mu\text{g L}^{-1})$.

La Ley **de Lambert-Beer** (comúnmente abreviada como Ley de Beer) se indicada algebraicamente en la ecuación (2.4), su forma normalmente aceptada se postuló en 1952, antes de disponerse de la teoría y los equipos de espectroscopía molecular. En el efecto descrito por la ecuación están implicadas tres magnitudes.

1. La cantidad de luz incidente en la muestra y que pasa a través de ella.
2. El espesor de la muestra.
3. La cantidad de analito en la muestra: su concentración.

La forma general de ley de Beer se puede racionalizar como se muestra en la figura 2.2.a.

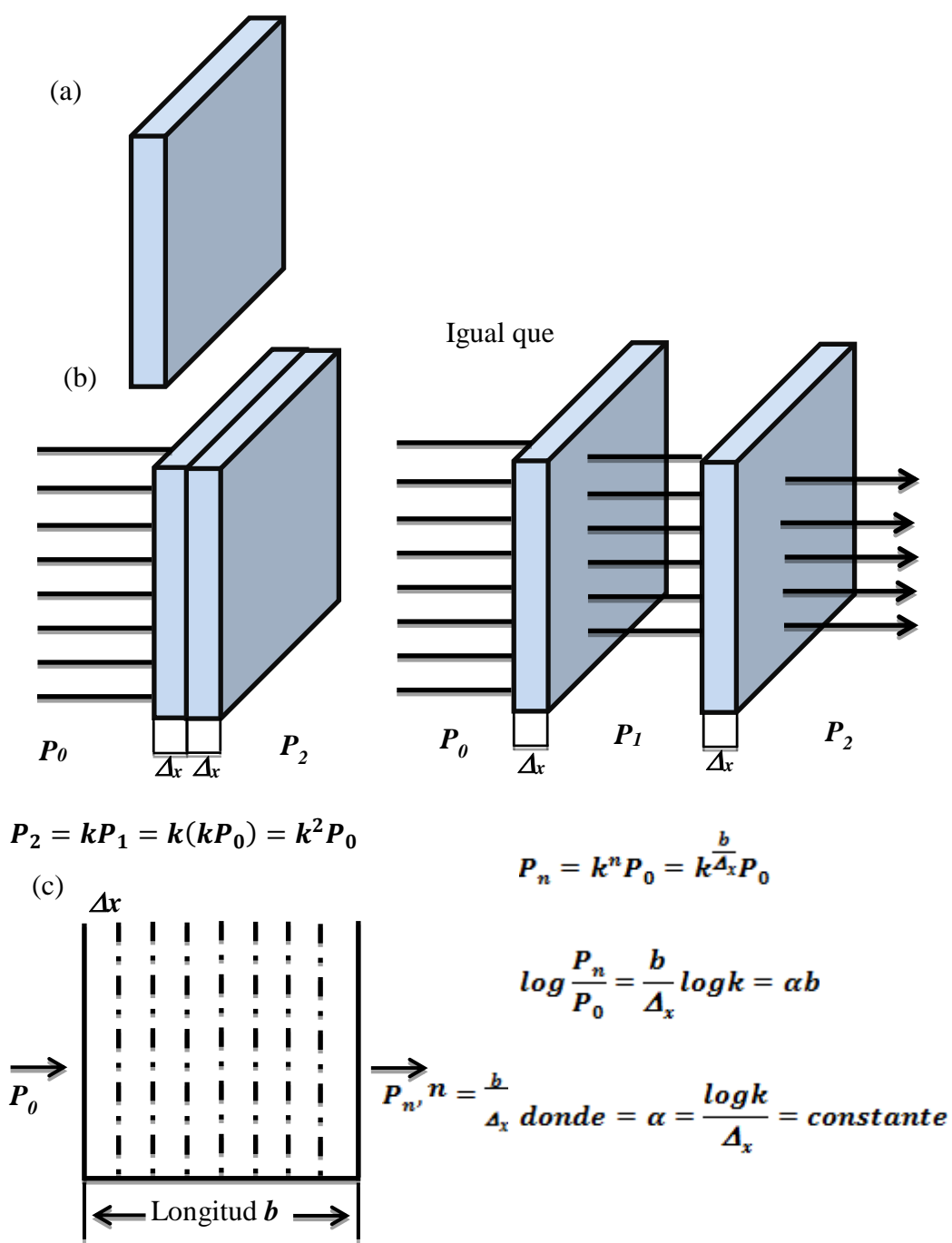


Figura 2.2 Representación de la deducción de la Ley de Beer.

Recuperado de "ANÁLISIS INSTRUMENTAL" de RUBINSON Kenneth A. y RUBINSON Judith F PEARSON EDUCACIÓN S.A. 2001.

Empezamos con un bloque fino de material de espesor Δx con la luz de potencia P_0 . Alguna fracción de luz incidente pasa por el bloque. Sin importar las condiciones del mecanismo molecular atenuación de luz, la cantidad de luz que pasa a través P_1 , se puede expresar como un número, k , de veces P_0 ; para $0 \leq k \leq 1$.

Ahora juntamos dos bloques. Si se ignora la posibilidad de tener cualquier luz reflejada de la superficie (no del todo cierto), entonces el resultado será el mismo que si se colocaran dos bloques aparte, como en la figura 2.2.b. La cantidad de luz que entra a través del primer bloque es la luz incidente en el segundo bloque. Así:

$$P_2 = kP_1 = k(kP_0) = k^2 P_0; k < 1$$

Si ahora pensamos en una muestra utilizada en un análisis que tiene una longitud de paso óptico b , entonces el número de muestras ajustaremos en estas longitudes:

$$n = \frac{b}{\Delta_x} \quad (2.6)$$

y

$$P_n = k^n P_0 = k^{\frac{b}{\Delta_x}} P_0 \quad (2.7)$$

Organizando esta ecuación

$$\log \left(\frac{P_n}{P_0} \right) = \frac{b \log k}{\Delta_x} \quad (2.8)$$

O como el logaritmo de k y Δ_x son constantes

$$-\log \frac{P_n}{P_0} = \alpha b \quad (2.9)$$

Donde α es una constante positiva y b es la longitud de paso óptico total. Ésta es la razón por la que se define la Absorbancia como $-\log(P/P_0)$.

Esta ecuación indica que la absorbancia cambia linealmente con la longitud de paso óptico.

La constante α se puede expresar como el producto de una concentración del material que absorbe la luz y una nueva constante que es propiedad del material. Hay dos maneras de expresar esto: $\alpha = ac$

Donde a es una constante con unidades $\text{cm}^{-1}(\text{g/L})^{-1} = \text{Lg}^{-1}\text{cm}^{-1}$. La constante a se denomina absorptividad. En la literatura más antigua se llama también coeficiente de absorción. Las unidades de la ecuación son:

$$A(\text{adimensional}) = a (\text{Lmol}^{-1}\text{cm}^{-1})b(\text{cm})c(\text{g L}^{-1}) \quad (2.10)$$

En los análisis químicos es más común utilizar $\alpha = \epsilon c$

ϵ tiene unidades de $\text{cm}^{-1}(\text{mol/L})^{-1}$, y c en mol L^{-1} , ϵ se denomina absorptividad molar (actualmente se prefiere) o coeficiente de extensión molar. La ecuación para la absorbancia es entonces:

$$A(\text{adimensional}) = \epsilon(\text{Lmol}^{-1}\text{cm}^{-1})b(\text{cm})c(\text{moles L}^{-1}) \text{ como se indica en la ecuación 2.10.}$$

2.5.2 ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA (AAS)

Método de análisis cuantitativo basado en la absorción de luz por átomos en estado libre.

Se utiliza los mismos cálculos basados en la ley de Beer-Lambert que se usan en espectrofotometría molecular.

Si a un átomo se le aplica energía de una magnitud apropiada, ésta será absorbida por él e inducirá que el electrón exterior sea promovido a un orbital menos estable o estado excitado. Como este estado es inestable, el átomo inmediatamente y espontáneamente retornará a su configuración fundamental.

El electrón por lo tanto retornará a su orbital inicial estable y emitirá energía radiante equivalente a la cantidad de energía inicialmente absorbida en el proceso de excitación.

El proceso se ilustra en la figura 2.3 el paso 1 del proceso de excitación es producido al suministrar energía. El proceso inverso de decaimiento del paso 2, emisión de luz, ocurre espontáneamente.

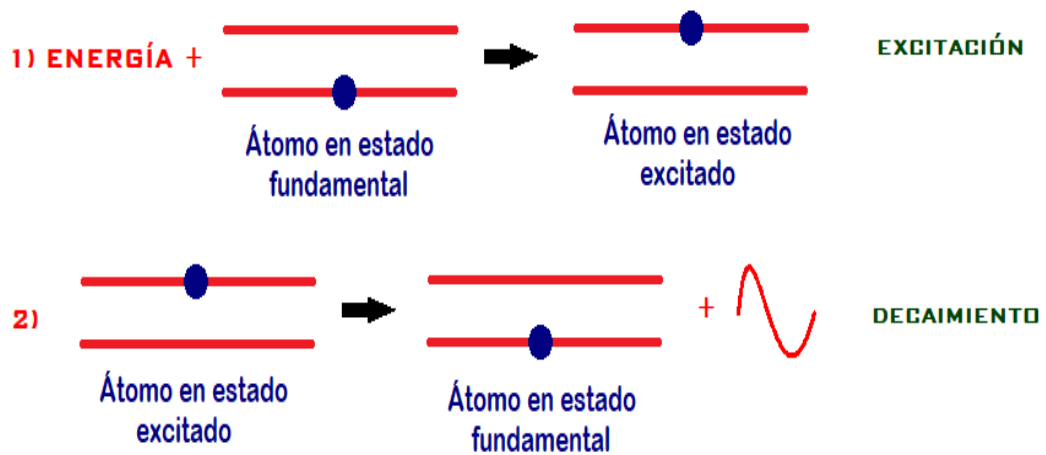


Figura 2.3 Proceso de excitación y decaimiento de absorción atómica.

Recuperado del Manual VARIAN, 2009.

CLASIFICACIÓN DE LOS MÉTODOS ESPECTRALES ATÓMICOS

En la siguiente tabla se muestra los principales métodos espectrales atómicos que se clasifican de forma adecuada de acuerdo con la forma como se atomiza la muestra.

Tabla 2.6*Clasificación de los métodos espectrales atómicos.*

Método de Atomización	Temperatura típica de atomización, °C.	Base del Método	Nombre Común y Abreviado del Método
Llama	1700 -3150	Absorción	Espectroscopia de absorción atómica, AAS
		Emisión	Espectroscopia de emisión, AES
		Fluorescencia	Espectroscopia de fluorescencia atómica, AFS
Electrotérmico	1200 – 3000	Absorción	Espectroscopia de absorción atómica electrotérmico.
		Fluorescencia	Espectroscopia de fluorescencia atómica electrotérmico.
Plasma de argón acoplado por inducción	6000 – 8000	Emisión	Espectroscopia de plasma acoplado por inducción, ICP

 Recuperado de Espectroscopia de Absorción Atómica, Perkin Elmer, 2010.

ELEMENTOS ANALIZADOS POR ABSORCIÓN ATOMICA

Desde el punto de vista técnico es factible la fabricación de cualquier lámpara de cada uno de los diferentes elementos comprendidos dentro del sistema periódico, sin embargo, existe una serie de condiciones puramente instrumentales que impiden totalmente la utilización de la espectroscopia de absorción atómica para determinación de elementos. Los detectores presentan una sensibilidad aceptable en un intervalo de longitud de onda.

Por otra parte, el sistema de obtención de estado fundamental, es decir, la llama, presenta una fuerte absorción a longitud de ondas inferiores a los 200 nm, lo que hace prácticamente imposible trabajar por debajo de esta.

Los equipos de absorción atómica, son únicamente capaces de trabajar en rango de longitudes de onda comprendidos entre 190 nm y 855 nm (resolución) (Gary, 2009, p.460).

En la siguiente figura se observan los elementos que se pueden analizar por espectroscopía de absorción atómica y las posibles longitudes de onda a usar.

H																	He																												
Li 670.8	Be 234.9											B 249.7	C	N	O	F	Ne																												
Na 589.6	Mg 285.2											Al 309.3	Si 251.6	P	S	Cl	Ar																												
K 766.5	Ca 422.7	Sc 391.2	Ti 364.3	V 318.4	Cr 357.9	Mn 279.5	Fe 248.3	Co 240.7	Ni 230	Cu 324.8	Zn 213.9	Ga 287.4	Ge 265.5	As 193.7	Se 196.0	Br	Kr																												
Rb 780.0	Sr 460.7	Y 407.7	Zr 360.1	Nb 405.9	Mo 313.3	Tc	Ru 349.9	Rh 343.5	Pd 244.8	Ag 328.1	Cd 228.8	In 303.9	Sn 286.3	Sb 217.3	Te 214.3	I	Xe																												
Cs 852.1	Ba 553.6	La 392.8	Hf 307.2	Ta 271.5	W 400.8	Re 316.0	Os	Ir 264.0	Pt 265.9	Au 248.2	Hg 185.0	Tl 377.6	Pb 217.0	Bi 223.1	Po	At	Rn																												
Fr	Ra	Ac																																											
<table border="1"> <tbody> <tr> <td>Ce</td> <td>Pr 495.1</td> <td>Nd 463.4</td> <td>Pm</td> <td>Sm 429.4</td> <td>Eu 459.4</td> <td>Gd 368.4</td> <td>Tb 432.6</td> <td>Dy 421.2</td> <td>Ho 410.3</td> <td>Er 400.8</td> <td>Tm 410.6</td> <td>Yb 398.8</td> <td>Lu 331.2</td> </tr> <tr> <td>Th</td> <td>Pa</td> <td>U 351.4</td> <td>Np</td> <td>Pu</td> <td>Am</td> <td>Cm</td> <td>Bk</td> <td>Cf</td> <td>Es</td> <td>Fm</td> <td>Md</td> <td>No</td> <td>Lr</td> </tr> </tbody> </table>																		Ce	Pr 495.1	Nd 463.4	Pm	Sm 429.4	Eu 459.4	Gd 368.4	Tb 432.6	Dy 421.2	Ho 410.3	Er 400.8	Tm 410.6	Yb 398.8	Lu 331.2	Th	Pa	U 351.4	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr
Ce	Pr 495.1	Nd 463.4	Pm	Sm 429.4	Eu 459.4	Gd 368.4	Tb 432.6	Dy 421.2	Ho 410.3	Er 400.8	Tm 410.6	Yb 398.8	Lu 331.2																																
Th	Pa	U 351.4	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr																																

Figura 2.4 Elementos analizados por espectroscopía de absorción atómica y posibles longitudes de onda a usar.

Recuperado de Espectroscopia de Absorción Atómica, Perkin Elmer, 2010.

ESPECTROSCOPIA ATÓMICA BASADA EN LA ATOMIZACIÓN POR LLAMA

En la atomización por llama, la disolución acuosa de la muestra se dispersa (o nebuliza) como una fina nube, y luego se mezcla con el combustible gaseoso y oxidante para transportarla al mechero. El disolvente se evapora en la parte inferior, o base de la llama, localizada justo por encima de la cabeza del mechero. Las partículas sólidas finamente divididas que resultan son transportadas a la región central de la llama, denominada como interior. Ahí que es la parte caliente de la llama, se forman átomos y los iones son transportados al borde más exterior, o como exterior, donde pueden oxidarse los productos de la atomización antes de su dispersión en la atmósfera. Dado que la velocidad a la que pasa la mezcla

combustible / oxidante a través de la llama es elevada, solo una fracción de la muestra experimenta todos estos procesos.

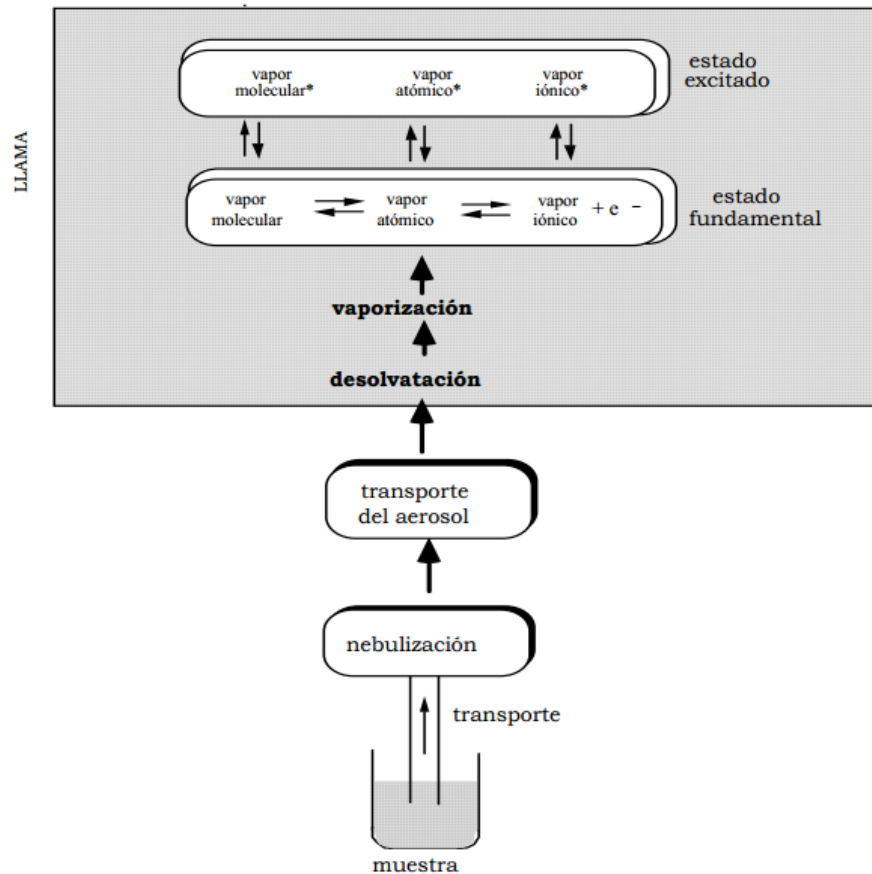


Figura 2.5 Etapas del proceso de atomización.

Recuperado del Manual del VARIAN, 2009.

a) Transporte de la muestra

- Por aspiración debido al efecto Venturi.
- Utilizando bombas peristálticas.
- Utilizando jeringas.

b) Nebulización

Consiste en la conversión de la disolución en una niebla muy fina o **aerosol líquido**.

Un tipo muy común de nebulizador es aquel en el que la muestra se aspira a través de un tubo capilar por efecto Venturi.

El líquido se dispersa en gotitas muy finas en el extremo del capilar. Únicamente resultan adecuadas para ser introducidas en la llama las gotitas de diámetro inferior a $10\ \mu\text{m}$, que constituyen sólo un 10 %.

c) *Transporte del aerosol*

Tiene como finalidad asegurar que solamente lleguen hasta la llama las gotitas de tamaño adecuado. Esto se consigue mediante bolas de impacto, tabiques deflectores, etc.

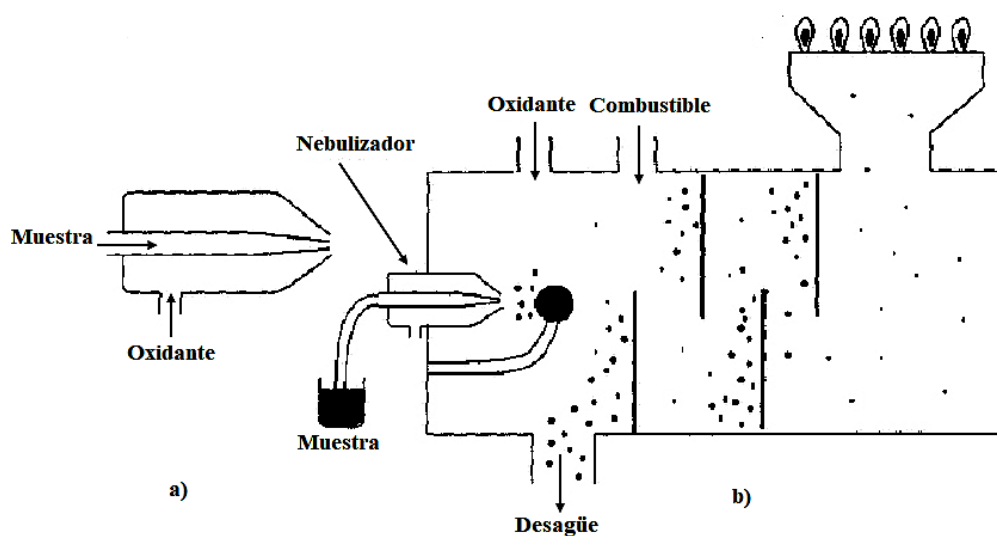


Figura 2.6 Cámara de nebulización.

Recuperado del Manual del VARIAN, 2009.

PROCESOS QUE TIENEN LUGAR EN LA LLAMA

a) *Desolvatación*

Es la eliminación del agua y otros disolventes para formar pequeñas partículas de sal seca. La velocidad de evaporación depende de:

- i) La velocidad de transferencia de calor desde el ambiente de la llama hasta la gotita de aerosol.

- ii) Tamaño de las gotitas.
- iii) Características del disolvente y de la temperatura de la llama.

b) Vaporización

Consiste en la transformación de partículas de sal sólidas (*aerosol sólido*) o fundidas en vapor. Es una etapa bastante crítica en los métodos que utilizan llama y depende de la composición química del analito, del tamaño de las partículas y de la temperatura de la llama.

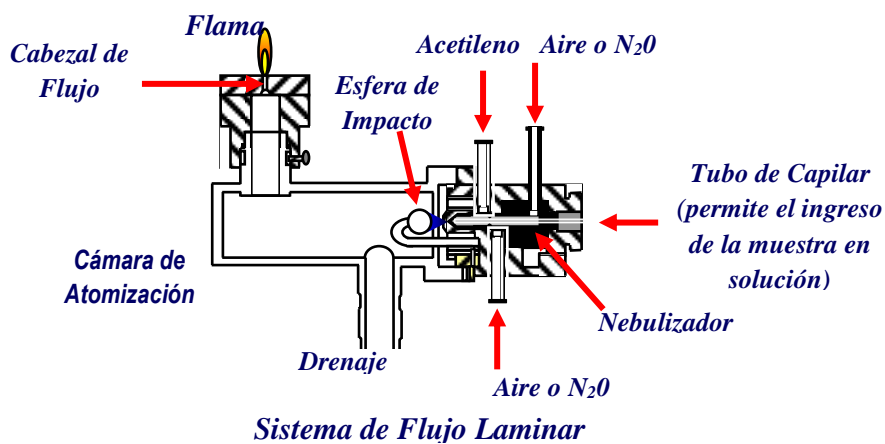


Figura 2.7 Ejemplo de un sistema de atomización comercial.

Recuperado del Manual del VARIAN, 2009.

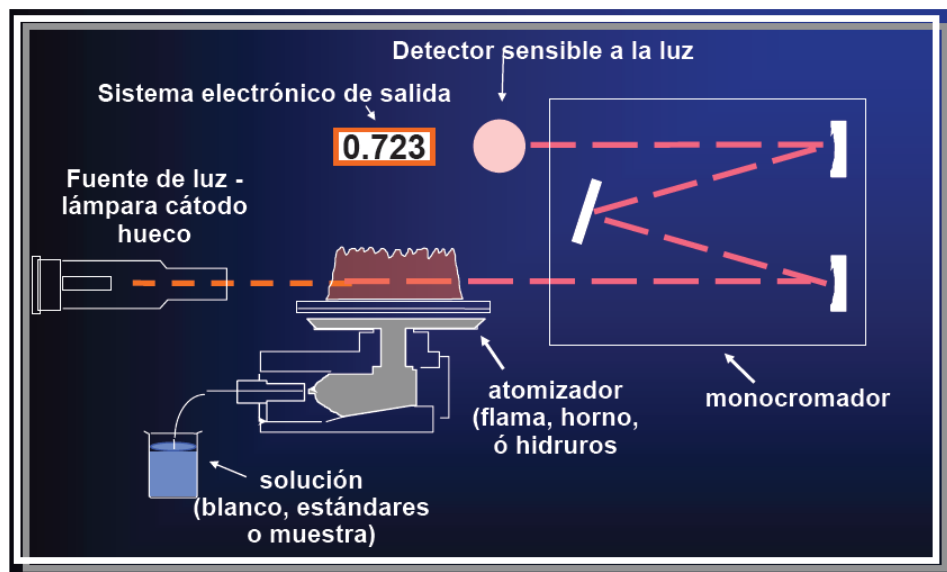


Figura 2.8 Esquema de un espectrofotómetro de absorción atómica típico.

Recuperado del Manual del VARIAN, 2009.

CARACTERÍSTICAS DE LAS LLAMAS

Una llama es el resultado de una reacción exotérmica entre un gas combustible y un agente oxidante gaseoso.

- **Zona interna.** La combustión es incompleta (zona de evaporación y calentamiento)
- **Zona intermedia, o región interconal.** Es la parte más caliente de la llama; en ella tiene lugar la combustión completa y prácticamente se alcanza un equilibrio termodinámico. (zona de fusión y disociación)
- **Zona externa o cono externo.** Zona en la que productos parcialmente oxidados en las regiones más internas pueden completar su combustión.

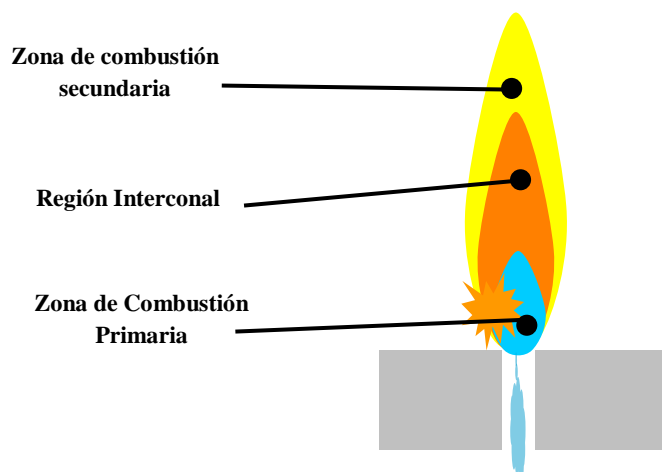


Figura 2.9 Zonas de la llama.

Recuperado de “PRINCIPIOS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL” de DOUGLAS A. SKOOG, McGRAW S.A. 1992, p. 221.

El parámetro que se utiliza normalmente para caracterizar una llama es la **temperatura** de la región intermedia, si bien es difícil de medir exactamente, por depender de las velocidades relativas de combustible y oxidante. En la tabla se indican las temperaturas de algunas llamas utilizadas en análisis.

Tabla 2.7

Tipos de llama.

Oxidante	Combustible	Temperatura (°C)
Aire	Gas natural	1700 – 1900
Aire	Acetileno	2100 – 2400
Aire	Hidrógeno	2000 – 2100
Óxido nitroso	Acetileno	2600 – 2800
Oxígeno	Acetileno	3050 – 3150
Oxígeno	Hidrogeno	2550 – 2700
Oxígeno	Cianógeno	4400 – 4600

Recuperado de Espectroscopia de absorción Atómica, Agilent Technologies, 2009.

2.5.3 DESCRIPCIÓN DE UN ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA

Componentes básicos de un espectrómetro de absorción atómica son:

- **Sistema de atomización**, que suministre energía suficiente para la disociación del analito y la formación de átomos libres.
- **Fuente de radiación** que emita la línea espectral del elemento de interés.
- **Atomizadores de llama**
- **Mecheros o quemadores**
- **Obturador o Chopper**, permite discriminar la radiación de la fuente de la procedente llama,
- **Monocromador** para aislar la línea espectral medida.
- **Detector** acoplado con un sistema lector o de registro de los datos.

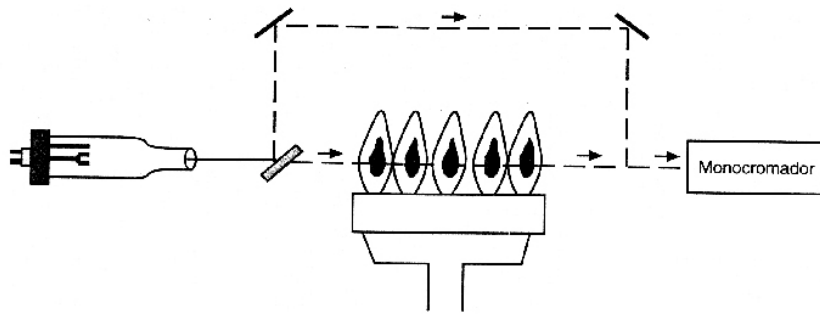


Figura 2.10 Sistema de pseudodoble haz.

Recuperado de Espectroscopia de absorción Atómica, Agilent Technologies, 2009.

SISTEMAS DE ATOMIZACIÓN

- Con **llama y quemador de premezcla** que opera en régimen laminar
- Sin llama (**atomización electrotérmica**)

FUENTES DE RADIACIÓN

Cada especie química es capaz, en condiciones adecuadas, de absorber sus propias radiaciones.

Se han desarrollado las **lámparas de cátodo hueco** y las **lámparas de descarga sin electrodos** (menos usadas, ampollas con un gas del elemento metaloide que se excita por calentamiento con radiación microondas).

La lámpara de cátodo hueco produce líneas específicas del elemento que se utiliza para diseñar el cátodo, el cual es conductor de la corriente con la que se trabaja.

La lámpara está llena de un gas inerte.

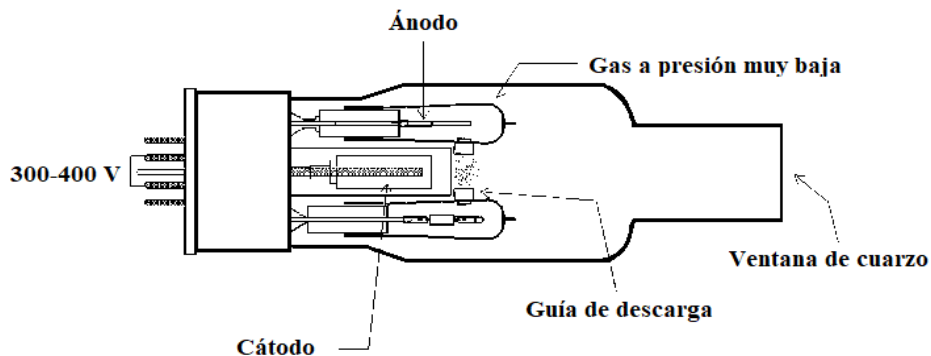


Figura 2.11 Lámpara de cátodo hueco.

Recuperado de Espectroscopia de absorción Atómica, Agilent Technologies, 2009.

Para cada elemento se utiliza una lámpara, si bien se han comercializado **lámparas de cátodo hueco multielementales** como, por ejemplo, Ca/Mg, Ag/Au, Cu/Pb/Zn, Co/Cr/Cu/Fe/Mn/Ni.

Lámparas de descarga sin electrodos, una sal del metal que interesa se encierra en un tubo de cuarzo con gas inerte, el cual se excita mediante un campo magnético provocando la ionización del metal, las intensidades de luz que se alcanzan son entre 10 y 100 veces mayores que con la lámpara de cátodo hueco pero la fuente es menos estable.

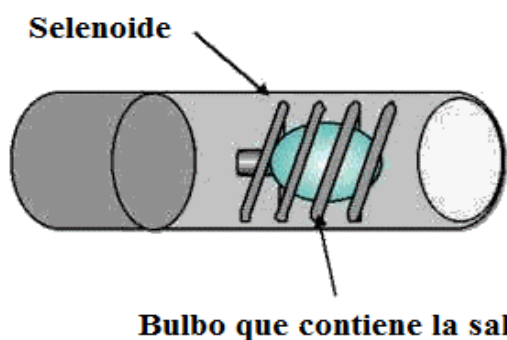


Figura 2.12 Lámpara de descarga sin electrodos

Recuperado de Espectroscopia de absorción Atómica, Agilent Technologies, 2009.

ATOMIZADOR DE LLAMA

El atomizador es el dispositivo encargado de la obtención de átomos en estado fundamental. Las principales partes de un atomizador son:

- *Nebulizador:*

Es el dispositivo necesario para convertir la solución de átomos en una niebla de gotas muy pequeñas, controla el flujo de la muestra.

- *Cámara de premezcla:*

La cámara de premezcla consiste en un cilindro hueco fabricado de un material inerte (por lo general polipropileno), que en uno de sus extremos se coloca el

mechero y en el otro una tapa donde va insertado el nebulizador, así como las entradas de oxidante y combustible.

Para aumentar el número de micro gotas se suele colocar una bola de impacto, el cual homogeniza rápidamente el oxidante, combustible y las micro gotas de la muestra, antes de entrar al interior de la llama

MECHERO O QUEMADOR

Se llama mechero al dispositivo que está colocado sobre la cámara de premezcla y por donde sale la llama para poder comunicar a las muestras energía suficiente para conseguir el estado atómico del analito.

El mechero estándar es el más utilizado cuando se trabaja con llamas de aire/acetileno, su camino óptico es de unos 10 cm de largo. Este mechero presenta la mayor sensibilidad que se pueda alcanzar utilizando una llama;

El mechero de óxido nitroso está diseñado para trabajar a altas temperaturas, tanto en absorción como en emisión. Su camino óptico es más corto, unos 6 cm de largo y la ranura por donde sale la llama es algo más estrecha para evitar que la llama de óxido nitroso/acetileno pueda retroceder y producir una explosión. Puede utilizarse también para trabajar con llama de aire/acetileno, pero su sensibilidad será inferior, ya que el camino óptico es más corto.

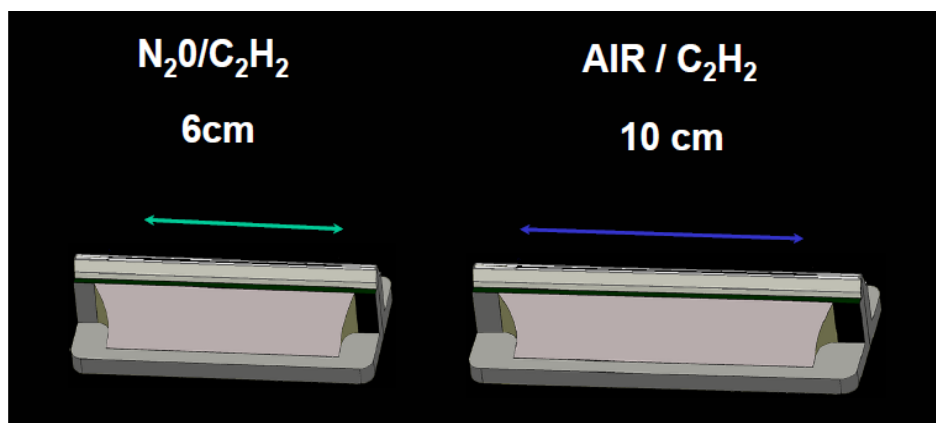


Figura 2.13 Tipos de quemador.

Recuperado del Manual del VARIAN, 2009.

OBTURADOR O CHOPPER

Se utiliza para modular la señal emitida por la lámpara, así como para separar y recombinar los haces de referencia y de la muestra en los equipos de doble haz.

En vez de dos compartimentos, el haz de luz se desdobra y solo la mitad se envía a la fuente de atomización, así se consigue reducir el ruido de la fuente de atomización y se corrigen las variaciones del instrumento.

MONOCROMADOR

La única finalidad del monocromador es aislar la línea de medida del elemento de interés. No son necesarios monocromadores de muy altas resoluciones.

La rendija deberá ser lo más estrecha posible, con objeto de reducir la cantidad de radiación emitida por la llama que llega al detector.

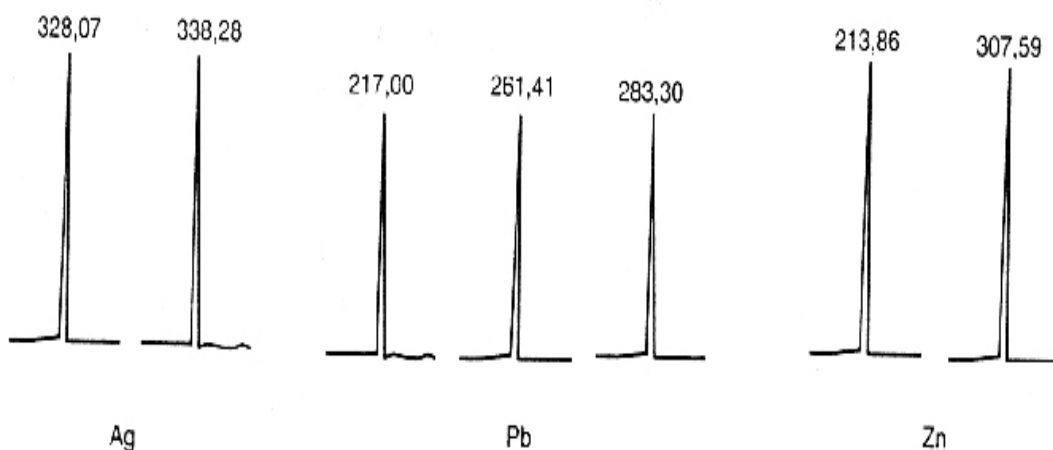


Figura 2.14 Longitudes de onda de líneas de absorción.

Recuperado del Manual del VARIAN, 2009.

DETECTOR

El detector universalmente usado en absorción atómica es el **tubo fotomultiplicador**.

INTERFERENCIAS

Se considera aquí la influencia de los factores físicos, químicos y espectrales sobre la absorción atómica del elemento a determinar y la forma de evitar o paliar dichos efectos.

FÍSICAS

Se deben a cambios en las propiedades físicas, tales como **viscosidad, densidad, tensión superficial**, etc., en la disolución del analito y en los patrones, los cuales pueden afectar al proceso de nebulización.

Pueden evitarse procurando que las propiedades físicas y la matriz sea la misma en la muestra y en los patrones. También utilizando el método de adición estándar o, incluso, simplemente operando con disoluciones más diluidas.

QUÍMICAS

Son aquellas en las cuales algún tipo de compuesto molecular está presente, o se forma en la llama (**óxidos, hidróxidos, carburos o nitruros metálicos térmicamente estables**), con la consiguiente disminución de la población de átomos libres.

Son también interferencias por **aniones o elementos que pueden formar oxoaniones, tales como fosfato, silicato, aluminio, boro**, etc.

Las interferencias se pueden evitar aumentando la temperatura, o bien empleando **agentes liberadores (La o Sr) o agentes complejantes (EDTA)**.

Interferencia **de ionización**, supresor de ionización o tampón de ionización (Cs).

ESPECTRALES

Tiene lugar cuando se produce absorción o emisión radiación por una especie a la misma longitud de onda que el analito, o a una longitud de onda tan próxima que el monocromador no puede separar ambas señales.

Pueden considerarse los siguientes casos:

- Superposición de líneas de resonancia de algún componente de la matriz con la línea de resonancia del analito.**
- Presencia en la llama de productos con bandas de absorción ancha.**
Ejemplo, cuando se atomizan disoluciones de calcio iónico en llamas frías aparecen de absorción y de emisión moleculares del **CaOH**, en la región 554nm, que pueden utilizarse para la determinación de concentraciones del elemento.
- Absorción debida al fondo (ANE).** Debido a la absorción por moléculas o radicales originados en la llama por la matriz de la muestra, por la propia llama, así como la dispersión de radiación por partículas sólidas o gotitas de líquido, etc.

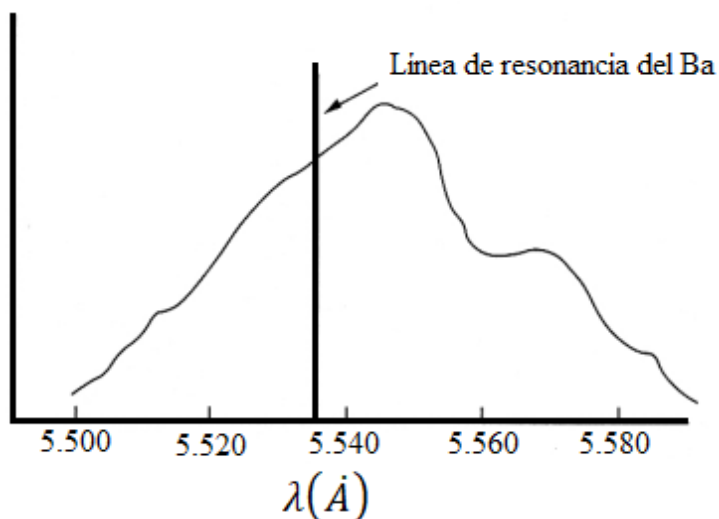


Figura 2.15 Interferencias del CaOH sobre bario.

Recuperado de "PRINCIPIOS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL" de DOUGLAS A. SKOOG, McGRAW S.A. 1992.

UTILIZACIÓN DE UNA FUENTE DE RADIACIÓN CONTINUA

La corrección del fondo por este método consiste en utilizar una fuente de radiación continua, generalmente una lámpara de hidrógeno o de deuterio.

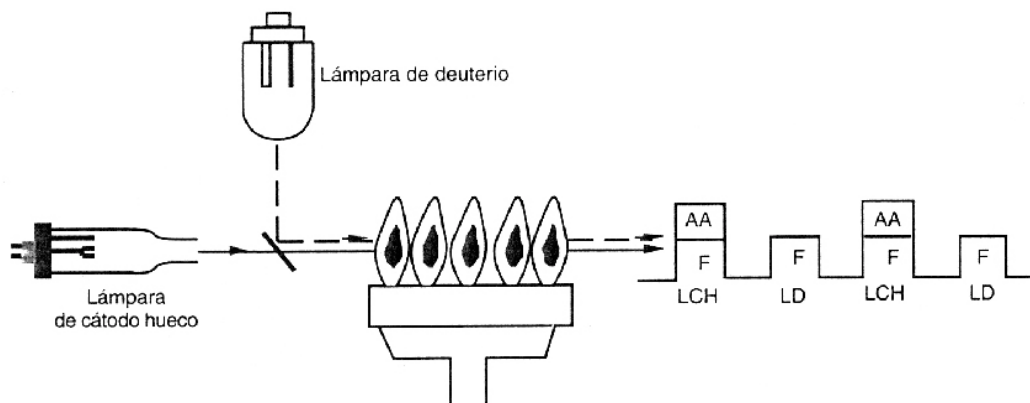


Figura 2.16 Corrección del fondo con una lámpara de deuterio.

Recuperado del Manual del VARIAN, 2009.

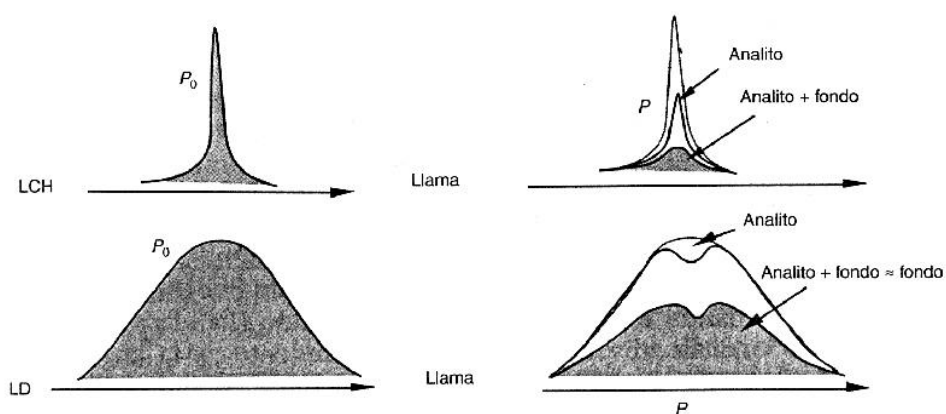


Figura 2.17 Absorción del analito y del fondo sobre una banda estrecha y sobre una banda ancha.

Recuperado del Manual del VARIAN, 2009.

CURVAS DE CALIBRACIÓN

La curva estándar inicial debe incluir un blanco reactivo y estándares que cubran toda la escala de concentración que se usara en los análisis rutinarios de laboratorio y que permita medir el método analítico.

Las curvas de calibración pueden ser lineales o no lineales. En la mayoría de los casos, cuando la curva es lineal se aplica la ley de Beer. Para definir la curva de

calibración que mejor representa la relación entre la absorbancia (A) y la concentración (C) usan cálculos de regresión lineal de la siguiente manera:

Dado que:

$$A = mC + b \quad (2.11)$$

Dónde:

A = absorbancia.

C = concentración.

Se puede demostrar que:

$$m = \frac{n \sum AC - \sum A \sum C}{n \sum C^2 - (\sum C)^2} \quad (2.12)$$

$$b = \frac{\sum A}{n} - m \frac{\sum C}{n} \quad (2.13)$$

Donde:

m es la pendiente de la curva de calibración (también denominada “factor de calibración”)

b es la intersección del valor de absorbancia o del eje “y”.

n es el número de observaciones.

2.6 VALIDACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE UN MÉTODO

2.6.1 VALIDACIÓN DEL MÉTODO

Validar un método de análisis consiste en verificar y documentar su validez, esto es, su adecuación a determinados requisitos previamente establecidos. La definición que proporciona la norma ISO 17025 es “Confirmación a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto” (Sagrado, 2005, p.77).

Se debe resaltar el hecho que se valida con respecto a un uso específico determinado de antemano, esto equivale al concepto de adecuación a la finalidad o propósito perseguido.

2.6.2 PARÁMETROS DE VALIDACIÓN

A. Exactitud

“Cercanía del resultado al valor verdadero, es una combinación de error sistemático y aleatorio se habla pues de dos componentes; veracidad y precisión” (Sagrado, 2005, p.91).

La exactitud se relaciona matemáticamente al error sistemático, que consiste en una diferencia con un signo fijo (+) o (-) por defecto. Puede expresarse en forma absoluta o de forma relativa %.

$$\textit{Exactitud} = 100 - \%ER \quad (2.14)$$

$$\%ER = \left[\frac{V_r - V_p}{V_r} \right] \times 100 \quad (2.15)$$

Donde:

V_r : Valor real.

V_p : Valor práctico.

ER: Error relativo.

B. Precisión

“Proximidad entre datos o resultados en las mismas condiciones establecidas” (Sagrado, 2005, p.93).

La precisión se estima en términos de desviación estándar, otra forma es la expresión mediante el coeficiente de variación. Se calcula:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum(X_1 - X)^2}{n - 1}} \quad (2.16)$$

$$CV = \frac{\sigma}{X} \quad (2.17)$$

Donde:

σ = *Desviación estándar*

n = *cantidad de datos*

X = *media*

X_1 = *resultado individual*

CV = *Coficiente de variación (desviación estándar relativa RSD)*

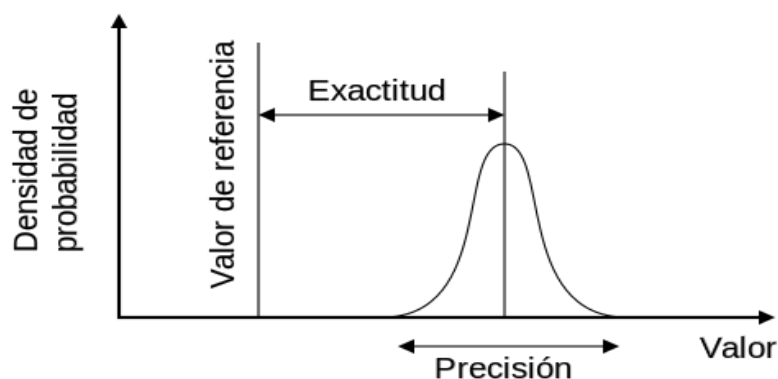


Figura 2.18 Exactitud versus precisión.

Recuperado de “ESTADÍSTICA Y QUIMIOMETRÍA PARA QUÍMICA ANALÍTICA”, MILLER, N. J. y MILLER, J. C. PEARSON EDUCACIÓN S.A. 2002.

La exactitud indica los resultados de la proximidad de la medición con respecto al valor verdadero, mientras que la precisión con respecto a la repetibilidad o reproductibilidad de la medida.

C. Límite de detección (LD)

“Se puede describir como aquella concentración que proporciona una señal en el instrumento significativamente diferente de la señal del blanco o ruido de fondo” (Miller, 2002, p.125).

✓ **Límite de detección instrumental (LDI)**

El límite de detección instrumental se define como la concentración del elemento que producirá un cociente de la señal/ruido de 3. Así, el límite de detección considera la amplitud de la señal y el ruido de la línea de fondo, además la concentración más baja que se puede distinguir claramente a partir del cero.

Los LDI Una definición basada en consideraciones estadísticas muy utilizada es concentración de analito que proporciona una señal del blanco más 3 veces la SD del blanco.

LDI = k*desviación estándar del ruido de fondo; generalmente k = 3, (IUPAC, 1975, limit of Detection, Spectrochim, Acta 33 B, 242).

$$LDI = 3 \times SD \quad (2.18)$$

✓ **Límite de detección del método (LOD)**

Es la mínima concentración de un analito que puede ser medida y reportada con un 99% de confianza de que la misma es mayor que cero. El analito es determinado desde el análisis de una muestra con una determinada matriz (medio en el que se encuentra).

$$LOD = \bar{X}_{blanco} + k \cdot SD \quad (2.19)$$

Donde:

\bar{X}_{blanco}	= promedio de blancos (blanco de analítico)
K	= constante igual a 3
SD	= desviación estándar

D. límite de cuantificación (LDQ)

Es la menor cantidad que puede ser determinada cuantitativamente con una incertidumbre asociada, para un nivel de confianza dado.

Para el análisis cuantitativo debe quedar absolutamente claro que sólo se emplean valores atribuibles al analito. El límite de cuantificación es la cantidad que emite una señal que sea diez veces el límite de detección. generalmente $k = 10$, (IUPAC, 1975, limit of Detection, Spectrochim, Acta 33 B, 242)

Está definida por la siguiente ecuación:

$$LDQ = \bar{X}_{blanco} + k \cdot SD \quad (2.20)$$

Donde:

\bar{X}_{blanco} = promedio de blancos (blanco matriz)

K = constante igual a 10

SD = desviación estándar

E. Linealidad

“Capacidad del método analítico de producir (en el intervalo lineal) una señal directamente proporcional a la concentración del analito” (Sagrado, 2005, p.87). La linealidad es expresada como la desviación máxima de cualquier punto de calibración a una línea recta determinada.

La ecuación de una recta está dada por:

$$Y = mX + b \quad (2.21)$$

Donde:

y = variable

m = pendiente

x = valor obtenido

b = ordenada en el origen

En una recta el coeficiente de correlacional cercano a uno indica la exactitud porque explica una gran porción de la variabilidad de “y” se define como:

$$SS_r = \left(\sum (y_i - \bar{y})^2 \right) \quad (2.22)$$

$$SS_t = \left(\sum (y_i - \bar{y}) \right) \quad (2.23)$$

$$R^2 = \frac{SS_r}{SS_t} \quad (2.24)$$

Donde:

\bar{y} se calcula en la regresión

R^2 = Coeficiente de determinación

SSr = Suma de los cuadrados de los errores de la regresión

SSt = Suma de los cuadrados de los errores total

F. Repetibilidad

Es la variación de las mediciones efectuadas en las mismas condiciones, sobre el mismo analito, con el mismo método, por un mismo evaluador utilizando el mismo instrumento de medida y durante un corto intervalo de tiempo.

G. Reproducibilidad

Es la medida de la precisión de los resultados en un método analítico efectuado sobre el mismo analito, pero en condiciones diferentes hechas por diferentes evaluadores utilizando el mismo instrumento de medición al medirla misma característica en la misma parte.

H. Rango

Intervalo entre mayor y menor nivel (límite de detección) de analito para el cual el procedimiento ha sido demostrado como apropiado con exactitud, precisión y linealidad.

$$R = \text{Máx}(\text{datos}) - \text{Min}(\text{datos}) \quad (2.25)$$

Donde:

R = Rango

I. Sensibilidad

Es una propiedad analítica asignable a un método analítico, que expresa su capacidad para discernir entre concentraciones semejantes de un mismo analito, o su capacidad para poder detectar o determinar pequeñas concentraciones de analito en una muestra.

La definición más general de la sensibilidad es la pendiente de la curva de calibración.

J. Veracidad

Grado de concordancia entre el valor medio obtenido a partir de una serie de resultados y un valor de referencia aceptado (certificada) (Norma ISO 3534).

La veracidad es verificada analizando repetidas veces un material de referencia certificado en condiciones de repetibilidad y comparando su valor certificado y varianza con el valor medio y varianza de los datos experimentales.

Por lo general este parámetro se evalúa mediante el tratamiento de métodos estadísticos como: pruebas paramétricas (students) y no paramétricas (wilconsox).

K. Robustez

Grado de concordancia de los resultados al efectuar cambios en condiciones operativas y ambientales normalizadas por el método. Capacidad de un procedimiento de permanecer inalterable por pequeñas pero deliberadas variaciones en parámetros del método y provee información de su comportamiento en la rutina.

CAPÍTULO III

PARTE EXPERIMENTAL

En el presente capítulo se expone la parte experimental desarrollada para seleccionar un método analítico adecuado que ofrezca resultados de calidad, garantizando de esta manera el método seleccionado cumpliendo los requisitos exigidos por la Norma Técnica Peruana (NTP ISO/IEC 17025).

3.1 EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

3.1.1 EQUIPOS

- ✓ Plancha de digestión (0 – 300°C).
- ✓ Compresora de aire.
- ✓ Espectrofotómetro de absorción atómica marca VARIAN AA240.
- ✓ Filtros de aire.
- ✓ Extractor de gases
- ✓ Balanza analítica Sartorius precisión 0.1 mg

3.1.2 MATERIALES Y REACTIVOS

- ✓ Propipeta (bombilla de goma).
- ✓ Piseta.
- ✓ Dispensadores de ácido.
- ✓ Gradillas para tubos de ensayo.

- ✓ Lámparas de cátodo hueco de cobre, plomo y zinc, VARIAN.
- ✓ Vasos de teflón (250 mL).
- ✓ Material de vidrio (vasos precipitados (250 mL), tubos de ensayo (25 mL), matraz aforado (100 y 200 mL), pipeta volumétrica (2, 5 y 10 mL).
- ✓ Soluciones estándar certificadas de 1000 ppm de los elementos Cu, Pb y Zn.
- ✓ Aire comprimido.
- ✓ Ácido nítrico (HNO₃) cc.
- ✓ Ácido clorhídrico (HCl) cc.
- ✓ Ácido perclórico (HClO₄) cc.
- ✓ Acetileno especial 99% grado instrumental (C₂H₂).
- ✓ Agua desionizada.

3.2 SELECCIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO

Los métodos en la empresa SGS del Perú S.A.C., en su mayoría usan vasos de vidrio y teflón de 150 mL y 250 mL de capacidad; empleando aproximadamente hasta tres veces la cantidad de ácido en la digestión por los materiales con los que se cuenta (vaso de 100 mL), siendo esta una cantidad innecesaria ya que la cantidad a usar por determinación del elemento es aproximadamente de 2 a 3 mL, que se lleva a digerir, es por ello que al seleccionar el método de trabajo ayudará a minimizar los costos de análisis, ácidos, agua, tiempo de emisión de resultados y por ende que genere más utilidades para la empresa.

3.3 DIGESTIÓN QUÍMICA

La digestión química usada por la empresa SGS del Perú S.A.C., en la actualidad es una digestión multiácida, este tipo de digestión es muy efectiva pero costosa ya que utiliza cuatro tipos de ácido para la disgregación de la muestra.

“La digestión multiácida; se basa en el uso de múltiples ácidos de digestión como: HCl (ácido clorhídrico), HNO₃ (ácido nítrico), HF (ácido fluorhídrico) y HClO₄ (ácido perclórico). Puesto que el ácido fluorhídrico disuelve minerales de silicato, estas digestiones se refieren a menudo como "digestiones casi totales".

La digestión multiácida es una digestión cuyo procedimiento de disolución es muy- eficaz para un gran número de especies minerales y es adecuado para una amplia gama de

elementos”. INGEMMET, 2011, Laboratorio de química analítica, recuperado de http://www.ingemmet.gob.pe/web/lab/disolucion_tecnicas_qa

La digestión propuesta es una digestión perclórica combinada (incluye HCl y HNO₃), el objetivo de la digestión es romper todos los enlaces que existe entre los átomos de la muestra ya que el ácido perclórico es un oxidante fuerte. La digestión perclórica es efectiva para un largo número de especies minerales tales como cobre, plomo, zinc, plata, manganeso, sodio, potasio, etc.; dentro de los cuales se encuentra los elementos de nuestro interés.

3.3.1 Procedimiento de digestión química usada anteriormente.

1. Pesar 0.2500 ± 0.0002 g de muestra y transferir a un vaso de teflón.
2. Humedecer la muestra con gotas de agua, adicionar cuidadosamente 2.5 mL de HNO₃, 7.5 mL de HCL, 2.5 mL de HClO₄ y 10 mL de HF⁽¹⁾. Homogenizar y digerir a temperatura moderada ($150^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$) por un periodo de una hora, hasta sequedad.
3. Retirar, enfriar y adicionar 25 mL de HCl (ó 25% del volumen final). Si fuera necesario calentar para disolver las sales, retirar y dejar enfriar.
4. Rotular (con la numeración correspondiente) y trasvasar a un matraz volumétrico de 100 mL, lavando las paredes interiores del vaso, según los elementos a determinar, y aforar con agua desionizada a volumen final.
5. Tapar y agitar (manualmente por 20 minutos).
6. Los elementos metálicos cobre, plomo y zinc serán cuantificados en un espectrofotómetro de absorción atómica.
7. Llevar blanco y patrón de acuerdo a los elementos a determinar (digerir como muestra).

Nota (1): Tomar todas las medidas necesarias de seguridad en la dosificación de este ácido, la reacción es violenta.

3.3.2 Procedimiento de digestión química propuesta.

1. Pesar 0.2000 ± 0.0002 g de muestra y transferir a un tubo de ensayo y colocarlo en la gradilla de teflón, además verificar que el tubo este completamente limpio.
2. Adicionar cuidadosamente 1 mL de $\text{HNO}_3^{(1)}$, esperar un minuto aproximadamente.
3. Adicionar 3 mL de HCl y 0.5 mL de HClO_4 . Homogenizar y digestar en plancha eléctrica por una hora a una temperatura constante ($150^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$), agitando cada quince minutos.⁽²⁾
4. Retirar, enfriar y adicionar 6.3 mL de HCl.
5. Llevar a volumen de 25 mL con agua desionizada. Cubrir con parafilm y agitar por una hora utilizando para ello un agitador mecánico.⁽³⁾
6. Los elementos cobre, plomo y zinc serán cuantificados en el espectrofotómetro de absorción atómica.⁽⁴⁾
7. Llevar blanco y patrón de acuerdo a los elementos a determinar (digestar como muestra).

Nota (1): Si la muestra es carbonatada ó sulfurada adicionar lentamente y esperar hasta eliminar los vapores nitrosos.

Nota (2): A los blancos homogenizar manualmente, para evitar que se proyecten con la temperatura.

Nota (3): Para tubos sin marca de enrase, aforar utilizando un tubo patrón.

Nota (4): Si los resultados se encontraran fuera del rango de la calibración del espectrofotómetro de absorción atómica, considerar dilución indicada (mantener medio de solución original, 25% de HCl).

3.4 DIAGRAMAS DE BLOQUE PARA LA DETERMINACIÓN DE Cu, Pb y Zn POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON EL MÉTODO ANTERIOR Y EL MÉTODO PROPUESTO

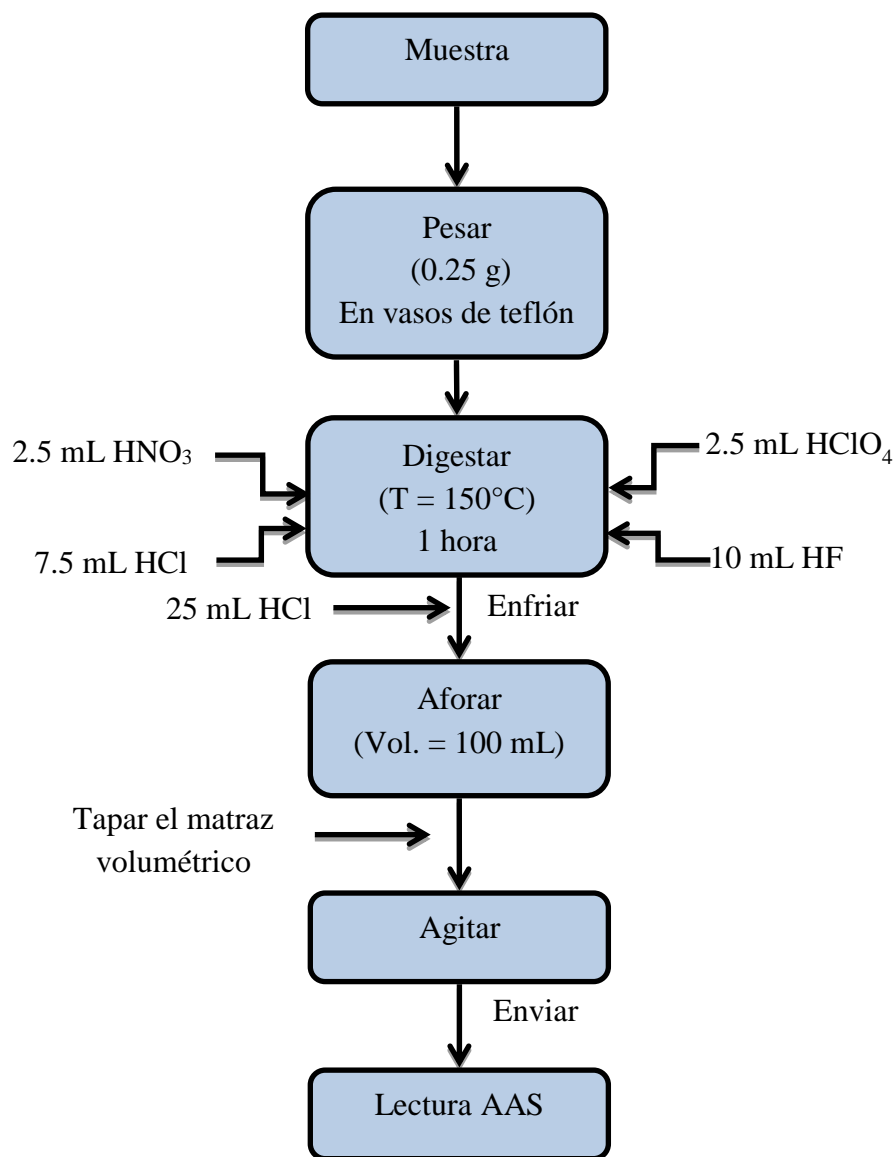


Figura 3.1 Proceso de digestión química usada anteriormente.

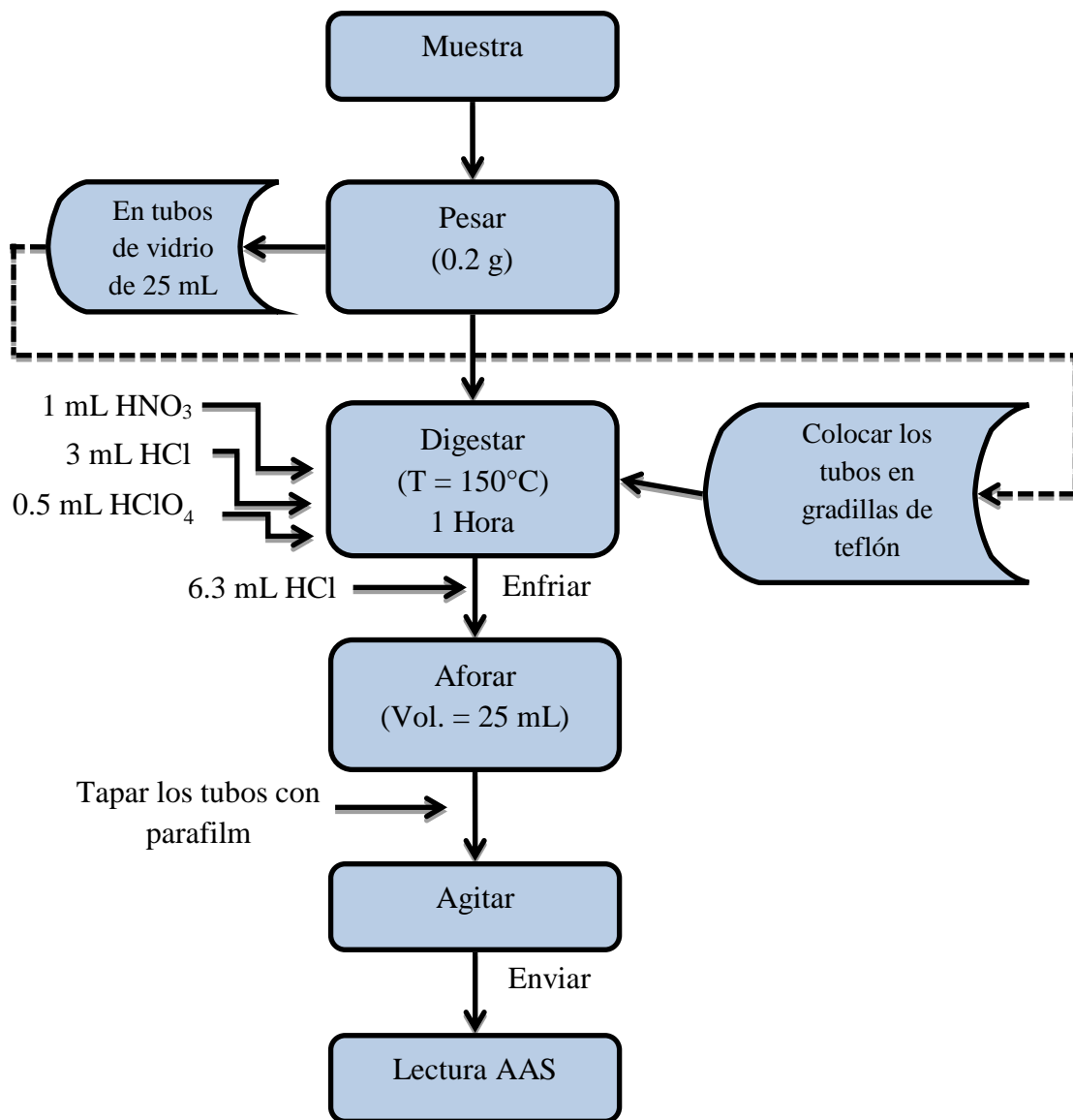


Figura 3.2 Proceso de digestión química propuesta.

La plancha eléctrica tiene una capacidad de 60 vasos de teflón de 150 mL, que equivalen a 4 gradillas de 55 tubos de ensayo.

El tiempo de digestión de las muestras de minerales varía como se muestra en la tabla 3.1; por la capacidad de material utilizado al momento de digerir las muestras minerales.

Tabla 3.1

Cantidad de muestras digeridas.

MÉTODO	MATERIAL UTILIZADO	TIEMPO DE DIGESTIÓN (min)	CAPACIDAD DE LA PLANCHA ELÉCTRICA (ud)
ANTERIOR	Vaso de teflón	60	60
PROPUESTO	Tubo de vidrio	60	220

3.5 RESULTADOS

3.5.1 CALIBRACIÓN DEL ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA

A. Verificación de las absorbancias

1. La verificación de la lectura de la absorbancia debe realizarse diariamente al inicio del trabajo, utilizando para ello una solución de cobre de 5.0 mg/L al 10% de ácido clorhídrico.
2. Colocar quemador de 10 cm, bola de impacto y flow spoiler.⁽¹⁾
3. Colocar en la torreta de lámparas del equipo la lámpara de cobre.
4. Ubicar en la carpeta de métodos del software y elegir la plantilla para cobre.
5. Para la calibración trabajar con longitud de onda de 327.8 nm y slit de 0.5 nm.
6. Hacer click en el botón optimizar y presionar OK, luego se visualiza la ventana lista de comprobación de análisis, en donde se verifica la posición de la lámpara y el flujo de gases, dar OK. Inmediatamente se encenderá la lámpara y se observará la barra verde de la energía.
7. Alinear la lámpara girando las perillas que se encuentran en el lado posterior de la lámpara hasta minimizar energía, (barra verde de energía) y presionando el botón ajuste de escala.
8. Activar el botón “optimizar señal” y luego presionar el botón de ajuste de escala y ajustar altura del quemador con perilla vertical, para esto se utiliza la tarjeta burner cleaning & alignment card por la cual el haz de luz pasa por la intersección de dos rectas que cortan diametralmente una circunferencia.

9. Encender la flama presionando botón negro del panel frontal del equipo y optimizar la flama de tal forma que obtenga un cono azul uniforme (flama oxidante).
10. Optimizar la bola de impacto.
11. Ajustar la posición horizontal y rotacional del quemador.
12. Cada ajuste debe llevarse a cabo con succión de la solución de cobre de 5 mg/L (valor mínimo = 0.333ABS) y verificar la absorbancia en cada caso que se haga un ajuste.
13. Luego de seguir todos estos pasos, el equipo queda operativo para la realización de lectura del elemento de interés.

Nota (1): Tipo de deflector a usar según las condiciones de lectura del elemento de interés.

B. Verificación de lámparas

La verificación de lámparas se realiza la primera vez que se utilice la lámpara en el día, tomando nota de los parámetros señalados en el registro de verificación de lámparas y condiciones instrumentales de trabajo, en el caso de la absorbancia tiene un rango de variación que se determina mediante el tratamiento de datos recopilados, un comportamiento de estos parámetros con tendencia hacia arriba o abajo indicará variación y/o deficiencia en la operatividad de las lámparas.

C. Lecturas en el software de trabajo CCLAS EL

1. Seleccionar el icono CCLAS EL y abrir.
2. Aparecerá la ventana “conectarse al CCLAS EL” digitar el nombre del usuario y la contraseña personal, luego aceptar.
3. Seleccionar la óptica “Data”, luego seleccionar data Entry, aparecerá la ventana correspondiente.
4. Presionar botón derecho del mouse, seleccionar “apertura rápida”, aparecerá un cuadro y digitar la orden a trabajar.
5. Seleccionar el esquema requerido para la determinación de elemento de interés, activar resultados brutos y finales, luego aceptar.

6. Abierta la orden de trabajo en el icono instrumento seleccionar “AAS Varian”, inmediatamente aparecerá una ventana amarilla del punto máximo de calibración, en donde se ingresara el punto máximo de la curva de calibración en uso (esto se hace para que las lecturas que excedan el punto máximo de la curva de calibración sean reconocidas por el CCLAS con el signo mayor(>).) luego en el icono recoger seleccionar “iniciar”, aparecerá una ventana “Set Dilución Factor” en ella verificar que el factor sean los correctos según lo consignado en la hoja de trabajo, luego seleccionar OK esperar que el cuadro rojo ubicado en la parte posterior de la pantalla se ponga de color verde.
7. Proceder a leer en la columna correspondiente, una vez finalizado el análisis, hacer click en guardar y cerrar.

2.5.2 PREPARACIÓN DE SOLUCIONES ESTÁNDARES

Para la preparación de las soluciones estándares que se van usar para la calibración del equipo, estos deben ser certificados; para realizar los cálculos se aplica la siguiente fórmula de diluciones.

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2 \quad (3.1)$$

Dónde:

C_1 = concentración inicial de la solución estándar.

V_1 = volumen a tomar de la solución estándar.

C_2 = concentración de la solución requerida.

V_2 = volumen de la solución requerida.

Tabla 3.2*Preparación de soluciones estándar de calibración.*

Solución matriz (ppm)	Alícuota de la solución matriz (mL)	Solución estándar (ppm)	Volumen solución (mL)
1000	10	100	100
1000	5	50	100
1000	2	20	100
1000	2	10	200
*100	5	5	100

**A concentraciones menores de 10 se utiliza un estándar acuoso de 100 ppm.*

Recuperado de Registro de Preparación de Curva de Calibración SGS DEL PERÚ SAC, 2012.

El medio de las soluciones estándar debe ser el mismo de las soluciones.

Tabla 3.3*Condiciones de operación del cobre, plomo y zinc.*

Condición	Elemento		
	Cobre (Cu)	Plomo (Pb)	Zinc (Zn)
Longitud de onda (nm)	327.4	283.3	213.9
Slit (nm)	0.5	0.5	1.0
Corriente de lámpara (mA)	4 – 10	10 – 12	5 – 10
Llama	Aire/C ₂ H ₂	Aire/C ₂ H ₂	Aire/C ₂ H ₂
Tipo de llama	Oxidante	Oxidante	Oxidante
Quemador (cm)	5	10	5
Deflector	IB/FS	IB	IB/FS
Corrector de fondo BG	Sin BG	Con BG	Sin BG
Curvas de calibración N° 1	0, 5, 10, 20	0, 5, 10, 20	0, 5, 10, 20
calibración N° 2	0, 20, 50, 100	0, 20, 50, 100	0, 20, 30,50
Rango lineal (ppm)	4	8	0.5
Medio (%HCl)	25	25	25

Recuperado de registro de condiciones de operación en AAS- SGS DEL PERU SAC, 2012.

3.5.3 CÁLCULO DE FACTOR PARA ABSORCIÓN ATÓMICA

Aplicando la ley de Lambert- Beer, se tiene:

$$F(ppm) = \frac{C \times V \times fd}{W} \quad (3.2)$$

Donde:

C = Concentración del elemento en solución de la muestra (mg/L).

V = Volumen de la muestra (mL).

W = Peso de la muestra (g).

fd = Factor de dilución (volumen de la dilución/ volumen de alícuota).

Expresión en porcentaje:

$$\% = \frac{C \times V \times fd}{W \times 10000} \quad (3.3)$$

3.6 PARTE EXPERIMENTAL DE MEDICIONES

La parte experimental consiste en la corrida de muestras, con un material de referencia certificado de valor conocido (anexo n° 1) y el registro de los resultados de las mismas.

Condiciones y características de lectura de muestras.

1. Se recomienda un mínimo de 10 tomas de muestras de ensayos.
2. Antes de iniciar las mediciones, se debe garantizar que el método está montado y que el equipo funciona en condiciones óptimas para la lectura de muestras
3. El grupo básico de muestras a correr en cada ensayo es:
 - a. Blanco de reactivos y de proceso.
 - b. Estándar de concentración baja que permita calcular el LDM.
 - c. Estándar de concentración alta, aproximadamente el 90% del rango.

d. Este grupo básico de muestras se debe analizar por duplicado. En esta etapa de los ensayos es donde se obtienen los datos y se requiere que su ejecución se cumplan ciertas condiciones básicas como:

- ✓ Cada grupo de muestras se analiza el mismo día, todas las muestras en paralelo.
- ✓ Se tiene que tener en cuenta todo el procedimiento anterior para poder estandarizar el método analítico para ello ya se tiene el procedimiento de análisis por absorción atómica.

Se realizaron las siguientes mediciones:

- ✓ Límite de detección instrumental.
- ✓ Límite de detección del método.
- ✓ Límite de cuantificación del método
- ✓ Intervalo lineal del método (linealidad)
- ✓ Sensibilidad.
- ✓ Rango dinámico.

3.7 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE RESULTADOS

El método de análisis estadístico se llevó a cabo según la Norma Técnica Peruana NTP ISO/IEC 17025 de calidad en laboratorios.

Las pruebas experimentales realizadas, se muestran en las siguientes tablas, estas fueron realizadas por tres analistas (Analista 1, Analista 2 y Analista 3) para 10 repeticiones.

COBRE

Límite de detección instrumental:

Tabla 3.4

Lecturas del blanco de calibración (STD 0).

ITEM	NIVEL	Analista 1	Analista 2	Analista 3
		Conc. (ppm)		
1		-0.0100	0.0001	-0.0069
2		-0.0153	-0.0059	0.0009
3		-0.0049	-0.0114	0.0017
4	BLANCO	0.0147	-0.0047	0.0073
5	0.0000	0.0160	0.0000	0.0145
6		-0.0051	-0.0112	-0.0023
7		0.0120	-0.0085	-0.0020
8		0.0231	-0.0202	-0.0123
9		-0.0035	-0.0024	0.0092
10		-0.0063	-0.0029	0.0054
	PROMEDIO	0.0021	0.0067	0.0016
	DESV STD	0.0131	0.0063	0.0079

	Conc. ppm)
PROM. BK	0.0010
PROM. DESV STD	0.0091

Nota: Los valores negativos (-) obtenidos de datos experimentales indican que el equipo no detecta señales menores a 0, estos valores son tratados como valor absoluto.

Determinando el límite de detección instrumental, usando la ecuación (2.18), se tiene:

$$LDI = 3 \times SD$$

$$LDI = 3 \times 0.0091$$

$$LDI = 0.0273$$

Límite de detección y cuantificación del método usando blanco de proceso

Tabla 3.5

Lectura de blanco de proceso.

ITEM	MUESTRA	Analista 1	Analista 2	Analista 3
		Conc. (ppm)		
1		0.0067	0.0382	0.0205
2		0.0046	0.0272	0.0185
3		0.0087	0.0302	0.0131
4		0.0098	0.0305	0.0138
5	BLANCO DE	0.0107	0.0299	0.0171
6	PROCESO	0.0094	0.0398	0.0173
7		0.0052	0.0421	0.0070
8		0.0074	0.0370	0.0064
9		0.0083	0.0324	0.0049
10		0.0034	0.0383	0.0097
PROMEDIO		0.0074	0.0346	0.0128
DESV STD PROMEDIO		0.0024	0.0051	0.0056

Conc. (ppm)	
PROM. BK	0.0183
PROM. DESV STD	0.0044

Límite de Detección del método, en solución

k=3 para un intervalo de confianza del 99%, ver ecuación (2.19)

$$LOD = \bar{X}_{blanco} + ks_1$$

$$LOD = 0.0183 + 3 \times 0.0044$$

$$LOD = 0.0315$$

Límite de Cuantificación del método, en solución

k=10 para un intervalo de confianza del 99%, ver ecuación (2.20)

$$LDQ = \bar{X}_{blanco} + ks$$

$$LDQ = 0.0183 + 10 \times 0.0044$$

$$LDQ = 0.0623$$

Tabla 3.6

Estándares de calibración.

CURVA	CC (ppm)	Absorbancia práctica						Promedio
		Analista 1		Analista2		Analista 3		
BK	0.00	-0.0002	-0.0003	0.0004	0.0000	0.0001	-0.0002	0.0000
STD 1	0.20	0.0199	0.0186	0.0182	0.0189	0.0179	0.0177	0.0185
STD 2	1.00	0.0935	0.0886	0.0860	0.0926	0.0836	0.0899	0.0890
STD 3	2.00	0.1827	0.1728	0.1757	0.1768	0.1635	0.1809	0.1754
STD 4	5.00	0.4202	0.4114	0.4105	0.4180	0.4009	0.4169	0.4130

Nota: El termino STD 1, STD 2, STD 3, STD 4 son soluciones estándares para la curva de calibración del analito a analizar.

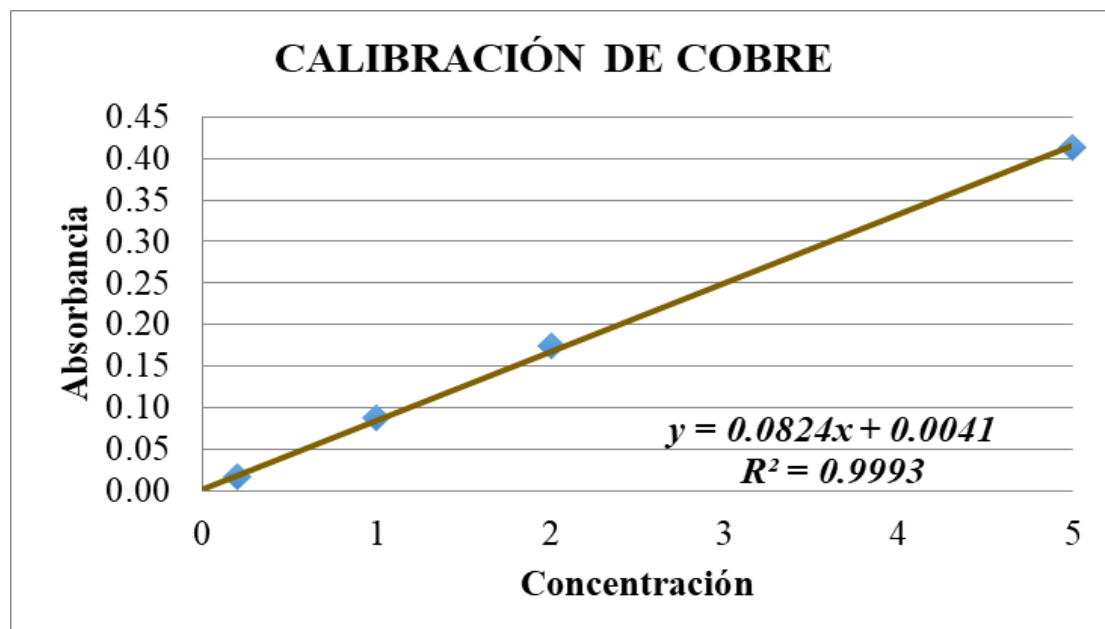


Figura 3.3 Calibración de soluciones estándar de cobre.

LINEALIDAD

$R^2 \geq$	0.995
$R^2 =$	0.9993 cumple

PLOMO

Límite de detección instrumental:

Tabla 3.7

Lecturas del blanco de calibración (STD 0).

ITEM	NIVEL	Analista 1	Analista 2	Analista 3
		Conc. (ppm)		
1		-0.0006	-0.0011	0.0019
2		0.0029	0.0010	0.0009
3		0.0008	0.0013	0.0011
4		0.0012	0.0008	0.0013
5		0.0005	0.0012	-0.0008
6	BLANCO	0.0012	0.0006	0.0007
7	0.0000	-0.0002	0.0019	0.0009
8		0.0009	-0.0006	0.0011
9		0.0004	0.0009	0.0004
10		0.0021	0.0039	0.0011
	PROMEDIO	0.0009	0.0010	0.0009
	DESV STD	0.0010	0.0014	0.0007

	Conc. (ppm)
PROM. BK	0.0009
PROM. DESV STD	0.0010

Determinando el límite de detección instrumental se tiene:

$$LDI = 3 \times SD$$

$$LDI = 3 \times 0.0010$$

$$LDI = 0.0030$$

Límite de detección y cuantificación del método usando blanco de proceso

Tabla 3.8

Lectura de blanco de proceso.

ITEM	MUESTRA	Analista 1	Analista 2	Analista 3
		Conc. (ppm)		
1		0.0100	0.0001	0.0069
2		0.0153	0.0059	0.0009
3		0.0049	0.0114	0.0017
4		0.0147	0.0047	0.0073
5	BLANCO DE	0.0160	0.0090	0.0045
6	PROCESO	0.0051	0.0112	0.0023
7		0.0120	0.0085	0.0026
8		0.0231	0.0202	0.0123
9		0.0035	0.0024	0.0092
10		0.0063	0.0029	0.0054
	DESV STD	0.0111	0.0076	0.0053
	PROMEDIO	0.0063	0.0058	0.0037

Conc. (ppm)	
PROM. BK	0.0080
DESV STD	0.0053

Nota: las desviaciones estándares son valores obtenidos experimentalmente, que indican que hay dispersión entre analistas debido a factores como preparación de soluciones para curva de calibración, respuesta del equipo, materiales entre otros.

Límite de Detección del método, en solución

k=3 para un intervalo de confianza del 99%

$$LOD = \bar{X}_{blanco} + ks_1$$

$$LOD = 0.0080 + 3 \times 0.0053$$

$$LOD = 0.0239$$

Límite de cuantificación del método, en solución

k=10 para un intervalo de confianza del 99%

$$LDQ = \bar{X}_{blanco} + ks$$

$$LDQ = 0.0080 + 10 \times 0.0053$$

$$LDQ = 0.0610$$

Tabla 3.9

Estándares de calibración.

CURVA	CC (ppm)	Absorbancia práctica						Promedio
		Analista 1	Analista 2	Analista 3	Analista 1	Analista 2	Analista 3	
BK	0.00	-0.0002	0.0000	0.0004	0.0002	-0.0003	0.0001	0.0000
STD 1	0.20	0.0169	0.0189	0.0177	0.0187	0.0163	0.0173	0.0176
STD 2	1.00	0.0840	0.0886	0.0853	0.0868	0.0837	0.0855	0.0857
STD 3	2.00	0.1696	0.1828	0.1775	0.1760	0.1671	0.1739	0.1745
STD 4	5.00	0.4050	0.4234	0.4193	0.4174	0.4000	0.4113	0.4127

Nota: El termino STD 1, STD 2, STD 3, STD 4 son soluciones estándares para la curva de calibración del analito a analizar.

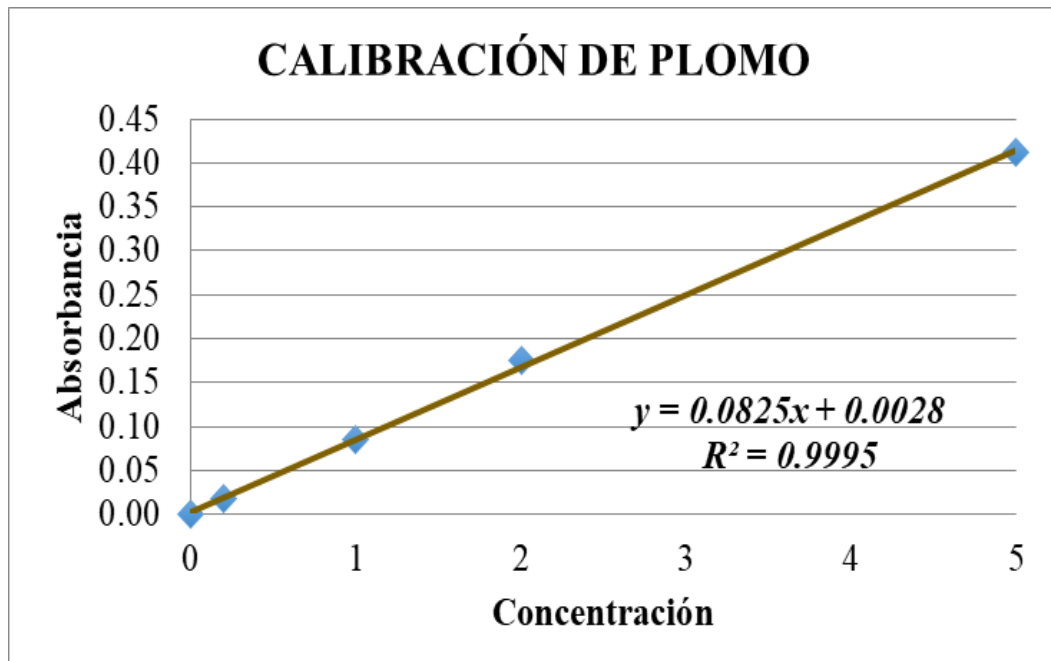


Figura 3.4: Calibración de soluciones estándar para plomo.

LINEALIDAD

$R^2 \geq$	0.995
$R^2 =$	0.9995 cumple

ZINC

Límite de detección instrumental:

Tabla 3.10

Lecturas del blanco de calibración (STD 0).

ITEM	NIVEL	Analista 1	Analista 2	Analista 3
		Conc. (ppm)		
1		0.0194	0.0031	0.0072
2		-0.0004	0.0033	0.0009
3		-0.0007	0.0023	0.0031
4		-0.0003	-0.0006	0.0020
5	BLANCO	0.0104	0.0025	0.0023
6	0.0000	0.0025	0.0026	-0.0009
7		0.0026	0.0093	0.0025
8		-0.0018	0.0014	0.0026
9		0.0024	0.001	-0.0034
10		0.0021	0.0002	0.0140
	PROMEDIO	0.0036	0.0025	0.0030
	DESV STD	0.0065	0.0027	0.0047

Conc. (ppm)	
PROM. BK	0.0031
DESV STD	0.0046

Determinando el límite de detección instrumental se tiene:

$$LDI = 3 \times SD$$

$$LDI = 3 \times 0.0046$$

$$LDI = 0.0138$$

Límite de detección y cuantificación del método usando blanco de proceso

Tabla 3.11

Lecturas de blanco de proceso.

ITEM	MUESTRA	Analista 1	Analista 2	Analista 3
		Conc. (ppm)		
1		0.0114	0.0282	0.0087
2		0.0187	0.0090	0.0099
3		0.0260	0.0345	0.0076
4		0.0207	0.0231	0.0166
5	BLANCO DE	0.0230	0.0180	0.0119
6	PROCESO	0.0126	0.0398	0.0137
7		0.0123	0.0221	0.0154
8		0.0014	0.0170	0.0088
9		0.0123	0.0122	0.0019
10		0.0094	0.0283	0.0077
	PROMEDIO	0.0148	0.0232	0.0102
	DESV STD	0.0073	0.0097	0.0043

	Conc. (ppm)
PROM. BK	0.0161
DESV STD	0.0071

Límite de detección del método, en solución

k=3 para un intervalo de confianza del 99%

$$LOD = \bar{X}_{blanco} + ks_1$$

$$LOD = 0.0161 + 3 \times 0.0071$$

$$LOD = 0.0374$$

Límite de cuantificación del método, en solución

k=10 para un intervalo de confianza del 99%

$$LDQ = \bar{X}_{blanco} + ks$$

$$LDQ = 0.0161 + 10 \times 0.0071$$

$$LDQ = 0.0871$$

Tabla 3.12

Estándares de calibración.

CURVA	CC (ppm)	Absorbancia práctica						Promedio
		Analista 1		Analista 2		Analista 3		
BK	0.00	0.0002	0.0000	0.0004	-0.0003	0.0000	0.0000	0.0001
STD 1	0.20	0.0178	0.0240	0.0182	0.0219	0.0215	0.0187	0.0204
STD 2	1.00	0.0863	0.0986	0.0904	0.0944	0.0932	0.0834	0.0911
STD 3	2.00	0.1669	0.1789	0.1761	0.1703	0.1764	0.1699	0.1731
STD 4	5.00	0.4092	0.4150	0.4110	0.4200	0.4128	0.4122	0.4134

Nota: El termino STD 1, STD 2, STD 3, STD 4 son soluciones estándares para la curva de calibración del analito a analizar.

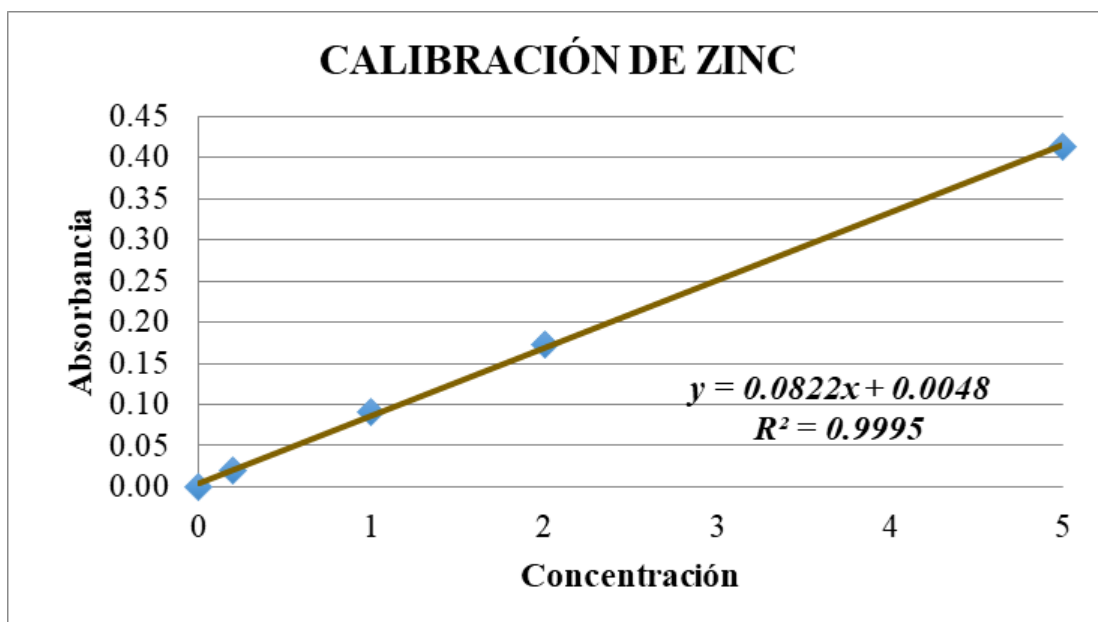


Figura 3.5: Calibración de soluciones estándar para zinc.

LINEALIDAD

$R^2 \geq$	0.995	
$R^2 =$	0.9995	cumple

COMENTARIO:

1. Intervalo lineal del método (linealidad):
 - Coeficiente de correlación lineal (R^2): > 0.995 .
 - Como se aprecia en los cálculos realizados en los tres elementos $R^2 > 0.995$, por ello cumple con esta evaluación.
2. Sensibilidad:
 - Concentración característica propia del elemento en el equipo de absorción atómica del laboratorio químico SGS DEL PERU SAC.
 - Pendiente de la curva de calibración.
3. Rango dinámico:
 - Fijar con recuperación de 90%-110% para cada nivel de la curva. Para el nivel más bajo ($< 1\text{ppm}$) asumir 80%-110% de recuperación (norma AOAC).

Tabla 3.13

Materiales de referencia certificada

Elemento	GBM 398-4 (ppm)			GBM 302-5 (ppm)		
	V. mínimo	media	V. máximo	V. mínimo	media	V. máximo
Cu	3696	3891	4086	991	1059	1127
Pb	10938	11714	12490	225	239	253
Zn	4888	5117	5346	335	359	383
	GBM 398-4 (%)			GBM 302-5 (%)		
	V. mínimo	media	V. máximo	V. mínimo	media	V. máximo
Cu	0.3696	0.3891	0.4086	0.0991	0.1059	0.1127
Pb	1.0938	1.1714	1.2490	0.0225	0.0239	0.0253
Zn	0.4888	0.5117	0.5346	0.0335	0.0359	0.0383

Recuperado de Certificado de Geostats - 2013.

DATOS EXPERIMENTALES DE LOS MATERIALES DE REFERENCIA CERTIFICADOS

Se llevaron a cabo 10 lecturas de los materiales de referencia certificados; las lecturas obtenidas se muestran en las siguientes tablas, dichas lecturas fueron realizadas por tres analistas diferentes:

Analista N° 1:**Tabla 3.14***Resultados experimentales de absorción atómica.*

N° de lecturas	GBM 398-4			GBM 398-4			GBM 398-4		
	(ppm) lectura			(ppm) final			(%)		
	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn
1	31.5848	95.1191	40.3016	3948.0964	11889.8816	5037.7051	0.3948	1.1890	0.5038
2	30.9758	92.0996	41.4975	3871.9753	11512.4503	5187.1898	0.3872	1.1512	0.5187
3	31.2071	94.8212	40.5574	3900.8908	11852.6481	5069.6765	0.3901	1.1853	0.5070
4	31.0532	93.9467	40.1069	3881.6468	11743.3368	5013.3666	0.3882	1.1743	0.5013
5	30.6796	95.8288	41.6892	3834.9465	11978.6052	5211.1512	0.3835	1.1979	0.5211
6	30.9443	92.7659	40.5888	3868.0382	11595.7366	5073.5985	0.3868	1.1596	0.5074
7	31.4262	94.8682	40.5832	3928.2746	11858.5244	5072.9034	0.3928	1.1859	0.5073
8	31.3897	93.8179	41.3433	3923.7076	11727.2375	5167.9116	0.3924	1.1727	0.5168
9	30.7806	94.9662	40.5474	3847.5715	11870.7744	5068.4230	0.3848	1.1871	0.5068
10	31.5878	93.4131	41.5470	3948.4751	11676.6356	5193.3696	0.3948	1.1677	0.5193

Analista N° 2:**Tabla 3.15***Resultados experimentales de absorción atómica.*

N° de lecturas	GBM 398-4			GBM 398-4			GBM 398-4		
	(ppm) lectura			(ppm) final			(%)		
	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn
1	30.9633	92.0177	41.8782	3870.4078	11502.2152	5234.7799	0.3870	1.1502	0.5235
2	31.2500	94.3954	40.9735	3906.2528	11799.4239	5121.6838	0.3906	1.1799	0.5122
3	30.7643	93.1585	41.0154	3845.5397	11644.8154	5126.9192	0.3846	1.1645	0.5127
4	31.3228	93.9179	40.6256	3915.3534	11739.7400	5078.1954	0.3915	1.1740	0.5078
5	30.7198	92.2228	39.7118	3839.9772	11527.8442	4963.9721	0.3840	1.1528	0.4964
6	30.8592	94.1439	41.2734	3857.4030	11767.9912	5159.1796	0.3857	1.1768	0.5159
7	31.4237	92.9002	41.3284	3927.9643	11612.5263	5166.0547	0.3928	1.1613	0.5166
8	30.8683	94.9585	42.3289	3858.5322	11869.8079	5291.1136	0.3859	1.1870	0.5291
9	31.0585	93.9585	40.6315	3882.3083	11744.8154	5078.9392	0.3882	1.1745	0.5079
10	31.3681	92.3678	41.3295	3921.0074	11545.9733	5166.1935	0.3921	1.1546	0.5166

Analista N° 3**Tabla 3.16***Resultados experimentales de absorción atómica.*

N° de lecturas	GBM 398-4 (ppm) lectura			GBM 398-4 (ppm) final			GBM 398-4 (%)		
	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn
1	30.9391	94.0344	40.2867	3867.3875	11754.3013	5035.8406	0.3867	1.1754	0.5036
2	30.8531	94.0434	41.8497	3856.6405	11755.4281	5231.2170	0.3857	1.1755	0.5231
3	31.1926	92.8317	41.1933	3899.0793	11603.9592	5149.1675	0.3899	1.1604	0.5149
4	31.1948	93.9126	40.2707	3899.3539	11739.0760	5033.8405	0.3899	1.1739	0.5034
5	30.7803	94.7693	41.3513	3847.5385	11846.1618	5168.9095	0.3848	1.1846	0.5169
6	31.3987	92.8383	41.8309	3924.8391	11604.7856	5228.8681	0.3925	1.1605	0.5229
7	31.0437	94.1008	40.7220	3880.4601	11762.6026	5090.2491	0.3880	1.1763	0.5090
8	31.4021	95.1562	41.7334	3925.2622	11894.5266	5216.6793	0.3925	1.1895	0.5217
9	31.1797	93.8432	41.2043	3897.4563	11730.3991	5150.5386	0.3897	1.1730	0.5151
10	30.9269	92.8292	41.2033	3865.8639	11603.6462	5150.4128	0.3866	1.1604	0.5150

Tabla 3.17*Promedio de resultados experimentales.*

Promedio	GBM 398-4 (ppm) lectura			GBM 398-4 (ppm) final			GBM 398-4 (%)		
	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn
	31.1046	93.8016	41.0501	3888.0750	11725.1957	5131.2683	0.3888	1.1725	0.5131

Analista N° 1

Tabla 3.18

Resultados experimentales de absorción atómica.

N° de lecturas	GBM 302-5 (ppm) lectura			GBM 302-5 (ppm) final			GBM 302-5 (%)		
	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn
1	8.4247	1.9061	2.8501	1053.0878	238.2683	356.2639	0.1053	0.0238	0.0356
2	8.2999	1.8879	2.7383	1037.4816	235.9909	342.2930	0.1037	0.0236	0.0342
3	8.6510	1.9179	2.8668	1081.3770	239.7409	358.3491	0.1081	0.0240	0.0358
4	8.6679	1.9281	2.9240	1083.4833	241.0155	365.4956	0.1083	0.0241	0.0365
5	8.2085	1.8768	2.7281	1026.0669	234.6055	341.0126	0.1026	0.0235	0.0341
6	8.3899	1.9181	2.8884	1048.7318	239.7656	361.0530	0.1049	0.0240	0.0361
7	8.5189	1.9281	2.8281	1064.8576	241.0155	353.5166	0.1065	0.0241	0.0354
8	8.6074	1.9428	2.9381	1075.9189	242.8470	367.2653	0.1076	0.0243	0.0367
9	8.3739	1.8745	2.8666	1046.7394	234.3169	358.3305	0.1047	0.0234	0.0358
10	8.4345	1.8652	2.7872	1054.3129	233.1450	348.4058	0.1054	0.0233	0.0348

Analista N° 2

Tabla 3.19

Resultados experimentales de absorción atómica.

N° de lecturas	GBM 302-5 (ppm) lectura			GBM 302-5 (ppm) final			GBM 302-5 (%)		
	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn
1	8.6139	1.9096	2.8477	1076.7410	238.6998	355.9576	0.1077	0.0239	0.0356
2	8.7455	1.9051	2.7992	1093.1855	238.1400	349.8975	0.1093	0.0238	0.0350
3	8.3349	1.8906	2.8975	1041.8603	236.3310	362.1821	0.1042	0.0236	0.0362
4	8.5407	1.9576	2.8784	1067.5853	244.6938	359.8010	0.1068	0.0245	0.0360
5	8.2578	1.9179	2.9375	1032.2218	239.7325	367.1906	0.1032	0.0240	0.0367
6	8.3051	1.8578	2.8363	1038.1385	232.2233	354.5331	0.1038	0.0232	0.0355
7	8.5902	1.8781	2.8163	1073.7788	234.7630	352.0421	0.1074	0.0235	0.0352
8	8.7550	1.8668	2.9472	1094.3738	233.3441	368.4026	0.1094	0.0233	0.0368
9	8.3747	1.9471	2.8536	1046.8360	243.3880	356.7023	0.1047	0.0243	0.0357
10	8.3248	1.9391	2.9461	1040.6008	242.3908	368.2651	0.1041	0.0242	0.0368

Analista N° 3

Tabla 3.20

Resultados experimentales de absorción atómica.

N° de lecturas	GBM 302-5 (ppm) lectura			GBM 302-5 (ppm) final			GBM 302-5 (%)		
	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn
1	8.6001	1.9047	2.8227	1075.0165	238.0840	352.8371	0.1075	0.0238	0.0353
2	8.4323	1.8732	2.8436	1054.0403	234.1496	355.4477	0.1054	0.0234	0.0355
3	8.4334	1.9274	2.9103	1054.1690	240.9207	363.7905	0.1054	0.0241	0.0364
4	8.6537	1.9036	2.8826	1081.7183	237.9479	360.3243	0.1082	0.0238	0.0360
5	8.5037	1.8733	2.7946	1062.9649	234.1619	349.3252	0.1063	0.0234	0.0349
6	8.3920	1.9267	2.8380	1049.0028	240.8431	354.7443	0.1049	0.0241	0.0355
7	8.4841	1.9038	2.8952	1060.5171	237.9727	361.8956	0.1061	0.0238	0.0362
8	8.5899	1.9472	2.7976	1073.7412	243.4042	349.6963	0.1074	0.0243	0.0350
9	8.4648	1.9722	2.8183	1058.1054	246.5221	352.2822	0.1058	0.0247	0.0352
10	8.5097	1.8680	2.8727	1063.7162	233.4938	359.0871	0.1064	0.0233	0.0359

Tabla 3.21

Promedio de resultados experimentales.

Promedio	GBM 302-5 (ppm) lectura			GBM 302-5 (ppm) final			GBM 302-5 (%)		
	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn
	8.4828	1.9072	2.8550	1060.3457	238.3972	356.8797	0.1060	0.0238	0.0357

EXACTITUD

PARA COBRE:

La exactitud se calcula con la siguiente ecuación:

$$\text{Exactitud} = 100 - \%ER$$

$$\%ER = \left[\frac{V_r - V_p}{V_r} \right] \times 100$$

Calculando con el valor promedio de **MRC GBM 398-4;**

$$\%ER = \left[\frac{0.3891 - 0.3888}{0.3891} \right] \times 100$$

$$\%ER = 0.0771$$

$$Exactitud = 100 - 0.0771$$

$$Exactitud = 99.9229 \%$$

De la misma manera se calcula para el plomo y zinc:

PARA PLOMO:

$$Exactitud = 99.9061 \%$$

PARA ZINC:

$$Exactitud = 99.7264 \%$$

- De los valores obtenidos se deduce que la exactitud del material de referencia es mayor a 99.10 % por lo tanto el método propuesto es exacto.

Referencia: Norma AOAC % de recuperación 98 – 102.

Calculando con el valor promedio de **MRC GBM 302-5;**

PARA COBRE:

$$\%ER = \left[\frac{0.1059 - 0.1060}{0.1059} \right] \times 100$$

$$\%ER = 0.0944$$

$$Exactitud = 100 - 0.0944$$

$$Exactitud = 99.9056 \%$$

De la misma manera se calcula para el plomo y zinc:

PARA PLOMO:

$$\text{Exactitud} = 99.5816 \%$$

PARA ZINC:

$$\text{Exactitud} = 99.4429\%$$

- De los valores obtenidos se deduce que la exactitud del material de referencia es mayor a 99.10 % por lo tanto el método propuesto es exacto.

Referencia: Norma AOAC % de recuperación 98 – 102.

VERACIDAD:

Para la veracidad se tabulan los datos obtenidos por los analistas, en una gráfica de control para ver como fluctúan los valores:

Se usaron las siguientes fórmulas para determinar los límites superiores e inferiores de los MRC.

$$LCS = X + 3S \tag{3.4}$$

$$LAS = X + 2S \tag{3.5}$$

$$LC = X \tag{3.6}$$

$$LAI = X - 2S \tag{3.7}$$

$$LCI = X - 3S \tag{3.8}$$

PARA COBRE:

MRC GBM 398-4

Elemento	LEY (%)
Cu	0.3891
DESV.	0.0195

Tabla 3.22*Comparación de resultados experimentales.*

N°	ANALISTA	LEY (%)	LCS=0.434 (%)	LAS=0.414 (%)	LC=0.389 (%)	LAI=0.366 (%)	LCI=0.350 (%)
1	1	0.3948	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
2	1	0.3872	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
3	1	0.3901	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
4	1	0.3882	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
5	1	0.3835	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
6	1	0.3868	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
7	1	0.3928	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
8	1	0.3924	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
9	1	0.3848	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
10	1	0.3948	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
11	2	0.3870	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
12	2	0.3906	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
13	2	0.3846	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
14	2	0.3915	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
15	2	0.3840	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
16	2	0.3857	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
17	2	0.3928	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
18	2	0.3859	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
19	2	0.3882	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
20	2	0.3921	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
21	3	0.3867	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
22	3	0.3857	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
23	3	0.3899	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
24	3	0.3899	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
25	3	0.3848	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
26	3	0.3925	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
27	3	0.3880	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
28	3	0.3925	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
29	3	0.3897	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501
30	3	0.3866	0.4359	0.4145	0.3891	0.3659	0.3501

Nota: los valores obtenidos de datos experimentales se encuentran dentro de los límites admisibles superior e inferior con respecto al valor nominal del certificado, en la tabla se muestra también límites admisibles críticos superiores (LCS), y límites admisibles críticos inferiores (LCI).

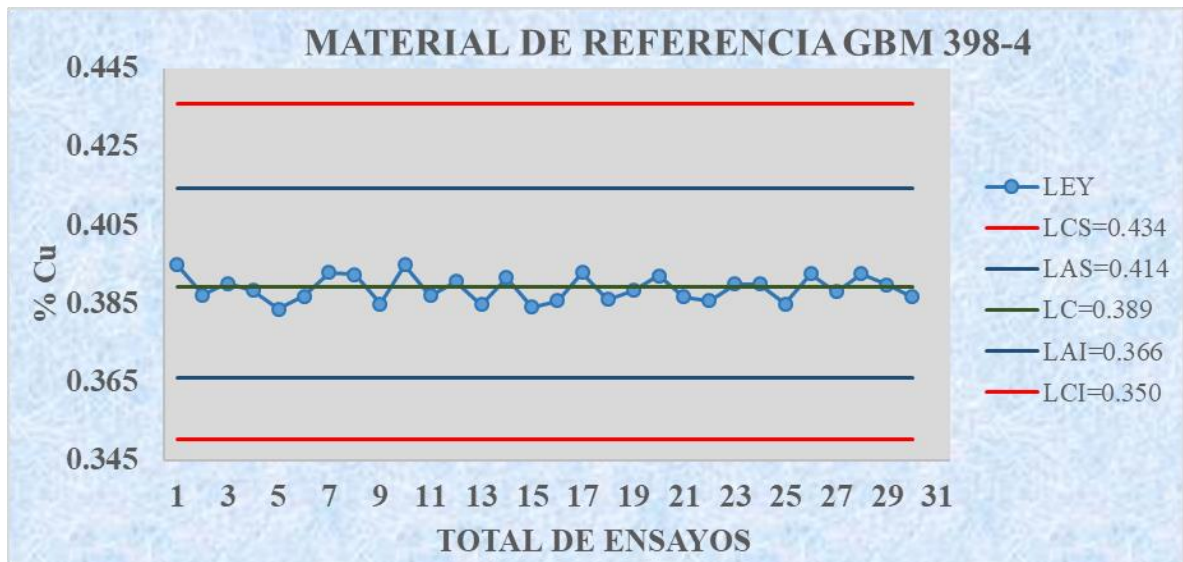


Figura 3.6: Gráfica de control del MRC GBM 398-4.

MRC GBM 302-5

Elemento	LEY (%)
Cu	0.1059
DESV.	0.0068

Tabla 3.23*Comparación de resultados.*

Nº	ANALISTA	LEY (%)	LCS=0.122 (%)	LAS=0.115 (%)	LC=0.106 (%)	LAI=0.098 (%)	LCI=0.092 (%)
1	1	0.1053	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
2	1	0.1037	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
3	1	0.1081	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
4	1	0.1083	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
5	1	0.1026	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
6	1	0.1049	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
7	1	0.1065	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
8	1	0.1076	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
9	1	0.1047	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
10	1	0.1054	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
11	2	0.1077	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
12	2	0.1093	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
13	2	0.1042	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
14	2	0.1068	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
15	2	0.1032	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
16	2	0.1038	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
17	2	0.1074	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
18	2	0.1094	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
19	2	0.1047	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
20	2	0.1041	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
21	3	0.1075	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
22	3	0.1054	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
23	3	0.1054	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
24	3	0.1082	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
25	3	0.1063	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
26	3	0.1049	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
27	3	0.1061	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
28	3	0.1074	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
29	3	0.1058	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923
30	3	0.1064	0.1222	0.1147	0.1059	0.0978	0.0923

Nota: los valores obtenidos de datos experimentales se encuentran dentro de los límites admisibles superior e inferior con respecto al valor nominal del certificado, en la tabla se muestra también límites admisibles críticos superiores (LCS), y límites admisibles críticos inferiores (LCI).

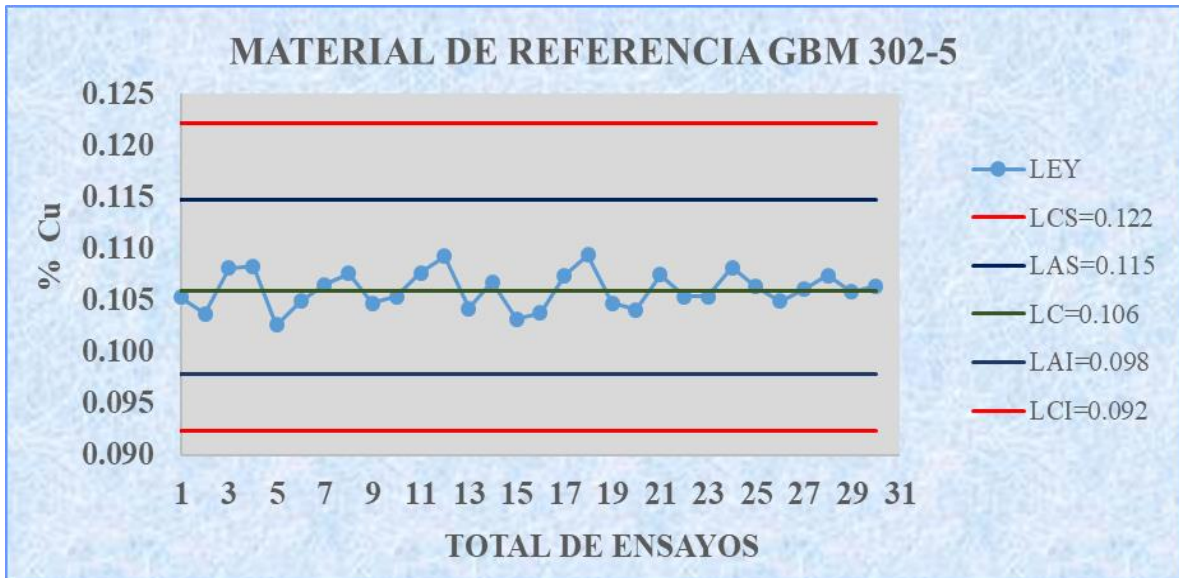


Figura 3.7: Gráfica de control del MRC GBM 302-5.

PARA PLOMO:

MRC GBM 398-4

elemento	LEY (%)
Pb	1.1714
DESV.	0.0776

Tabla 3.24*Comparación de resultados.*

Nº	ANALISTA	LEY (%)	LCS=1.357 (%)	LAS=1.272 (%)	LC=1.171 (%)	LAI=1.07 (%)	LCI=1.016 (%)
1	1	1.1890	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
2	1	1.1512	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
3	1	1.1853	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
4	1	1.1743	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
5	1	1.1979	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
6	1	1.1596	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
7	1	1.1859	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
8	1	1.1727	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
9	1	1.1871	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
10	1	1.1677	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
11	2	1.1502	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
12	2	1.1799	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
13	2	1.1645	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
14	2	1.1740	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
15	2	1.1528	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
16	2	1.1768	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
17	2	1.1613	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
18	2	1.1870	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
19	2	1.1745	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
20	2	1.1546	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
21	3	1.1754	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
22	3	1.1755	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
23	3	1.1604	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
24	3	1.1739	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
25	3	1.1846	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
26	3	1.1605	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
27	3	1.1763	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
28	3	1.1895	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
29	3	1.1730	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162
30	3	1.1604	1.3576	1.2723	1.1714	1.0791	1.0162

Nota: los valores obtenidos de datos experimentales se encuentran dentro de los límites admisibles superior e inferior con respecto al valor nominal del certificado, en la tabla se muestra también límites admisibles críticos superiores (LCS), y límites admisibles críticos inferiores (LCI).

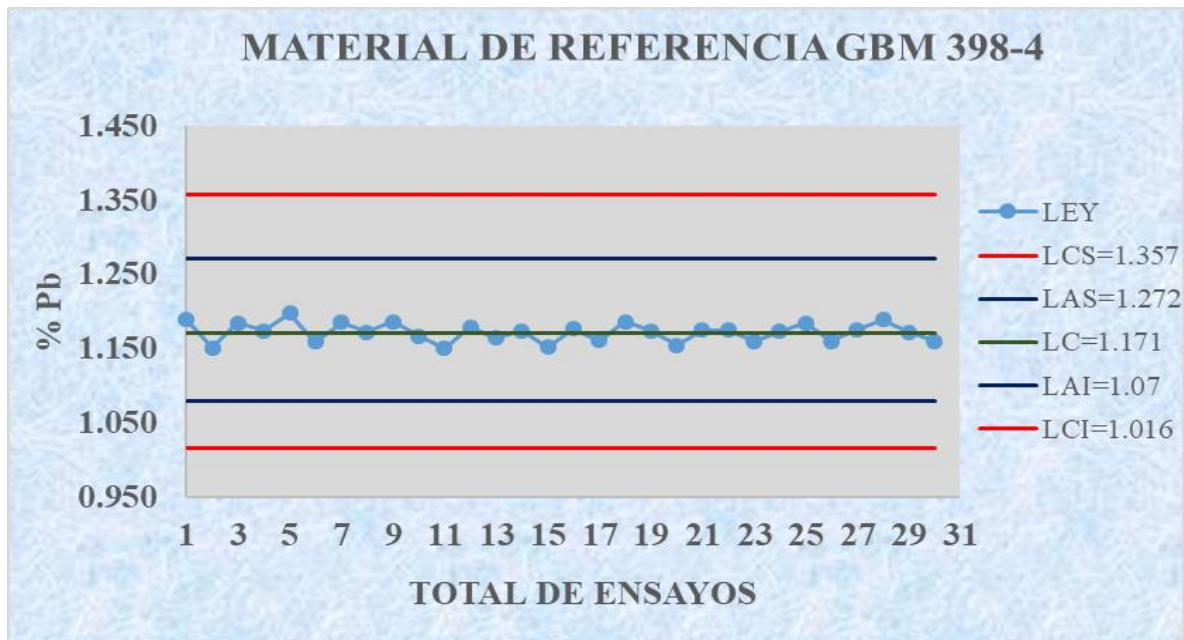


Figura 3.8: Gráfica de control del MRC GBM 398-4.

MRC GBM 302-5

Elemento	LEY (%)
Pb	0.0239
DESV.	0.0014

Tabla 3.25*Comparación de resultados.*

N°	ANALISTA	LEY (%)	LCS=0.027 (%)	LAS=0.026 (%)	LC=0.024 (%)	LAI=0.022 (%)	LCI=0.021 (%)
1	1	0.0238	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
2	1	0.0236	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
3	1	0.0240	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
4	1	0.0241	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
5	1	0.0235	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
6	1	0.0240	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
7	1	0.0241	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
8	1	0.0243	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
9	1	0.0234	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
10	1	0.0233	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
11	2	0.0239	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
12	2	0.0238	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
13	2	0.0236	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
14	2	0.0245	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
15	2	0.0240	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
16	2	0.0232	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
17	2	0.0235	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
18	2	0.0233	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
19	2	0.0243	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
20	2	0.0242	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
21	3	0.0238	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
22	3	0.0234	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
23	3	0.0241	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
24	3	0.0238	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
25	3	0.0234	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
26	3	0.0241	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
27	3	0.0238	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
28	3	0.0243	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
29	3	0.0247	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211
30	3	0.0233	0.0273	0.0257	0.0239	0.0222	0.0211

Nota: los valores obtenidos de datos experimentales se encuentran dentro de los límites admisibles superior e inferior con respecto al valor nominal del certificado, en la tabla se muestra también límites admisibles críticos superiores (LCS), y límites admisibles críticos inferiores (LCI).

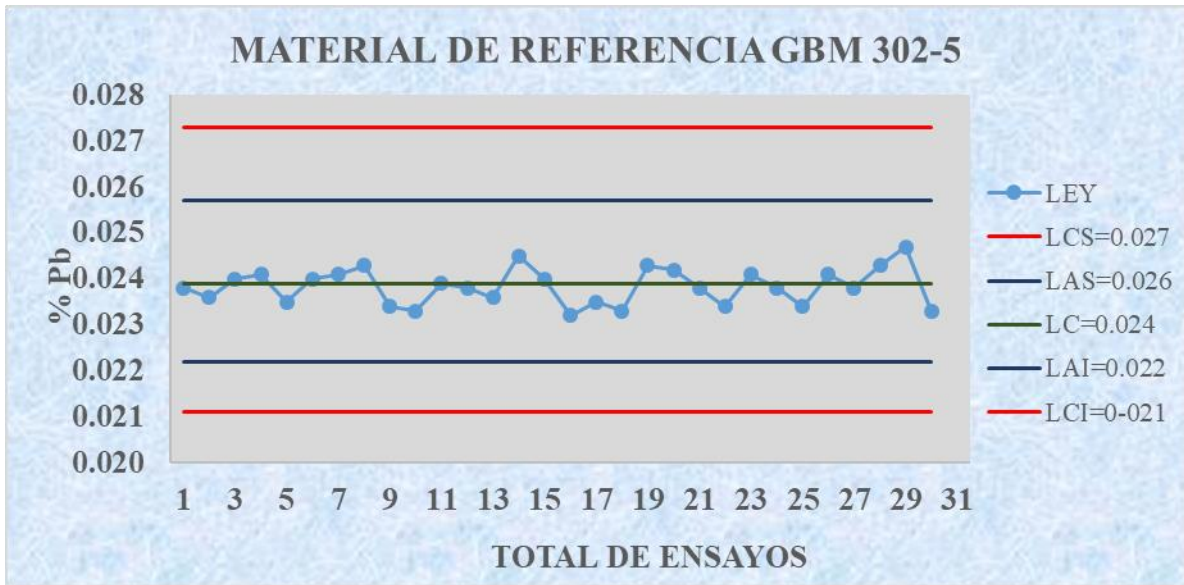


Figura 3.9: Gráfica de control del MRC GBM 302-5.

PARA ZINC:

MRC GBM 398-4

elemento	LEY (%)
Zn	0.5117
DESV.	0.0229

Tabla 3.26*Comparación de resultados.*

Nº	ANALISTA	LEY (%)	LCS=0.567 (%)	LAS=0.541 (%)	LC=0.512 (%)	LAI=0.485 (%)	LCI=0.466 (%)
1	1	0.5038	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
2	1	0.5187	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
3	1	0.5070	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
4	1	0.5013	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
5	1	0.5211	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
6	1	0.5074	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
7	1	0.5073	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
8	1	0.5168	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
9	1	0.5068	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
10	1	0.5193	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
11	2	0.5235	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
12	2	0.5122	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
13	2	0.5127	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
14	2	0.5078	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
15	2	0.4964	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
16	2	0.5159	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
17	2	0.5166	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
18	2	0.5291	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
19	2	0.5079	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
20	2	0.5166	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
21	3	0.5036	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
22	3	0.5231	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
23	3	0.5149	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
24	3	0.5034	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
25	3	0.5169	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
26	3	0.5229	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
27	3	0.5090	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
28	3	0.5217	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
29	3	0.5151	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659
30	3	0.5150	0.5667	0.5415	0.5117	0.4844	0.4659

Nota: los valores obtenidos de datos experimentales se encuentran dentro de los límites admisibles superior e inferior con respecto al valor nominal del certificado, en la tabla se muestra también límites admisibles críticos superiores (LCS), y límites admisibles críticos inferiores (LCI).

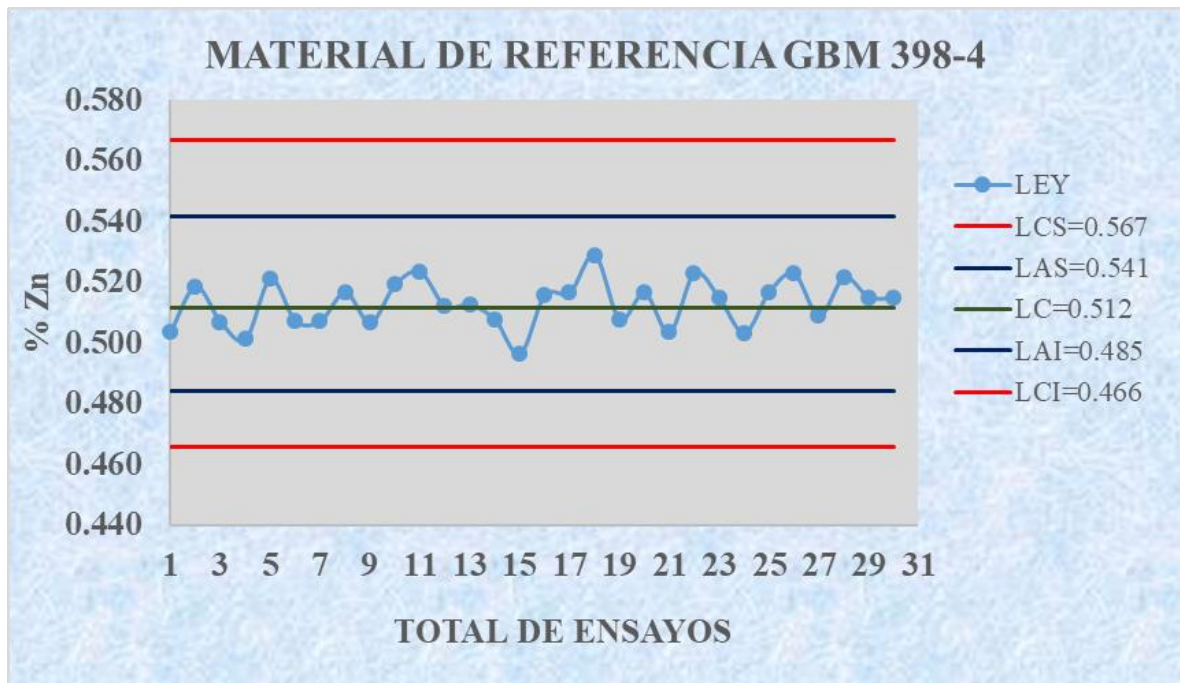


Figura 3.10: Gráfica de control del MRC GBM 398-4.

MRC GBM 302-5

Elemento	LEY (%)
Zn	0.0359
DESV.	0.0024

Tabla 3.27*Comparación de resultados.*

N°	ANALISTA	LEY (%)	LCS=0.042 (%)	LAS=0.039 (%)	LC=0.036 (%)	LAI=0.036 (%)	LCI=0.031 (%)
1	1	0.0356	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
2	1	0.0342	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
3	1	0.0358	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
4	1	0.0365	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
5	1	0.0341	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
6	1	0.0361	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
7	1	0.0354	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
8	1	0.0367	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
9	1	0.0358	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
10	1	0.0348	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
11	2	0.0356	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
12	2	0.0350	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
13	2	0.0362	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
14	2	0.0360	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
15	2	0.0367	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
16	2	0.0355	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
17	2	0.0352	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
18	2	0.0368	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
19	2	0.0357	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
20	2	0.0368	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
21	3	0.0353	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
22	3	0.0355	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
23	3	0.0364	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
24	3	0.0360	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
25	3	0.0349	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
26	3	0.0355	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
27	3	0.0362	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
28	3	0.0350	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
29	3	0.0352	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311
30	3	0.0359	0.0417	0.0390	0.0359	0.0330	0.0311

Nota: los valores obtenidos de datos experimentales se encuentran dentro de los límites admisibles superior e inferior con respecto al valor nominal del certificado, en la tabla se muestra también límites admisibles críticos superiores (LCS), y límites admisibles críticos inferiores (LCI).

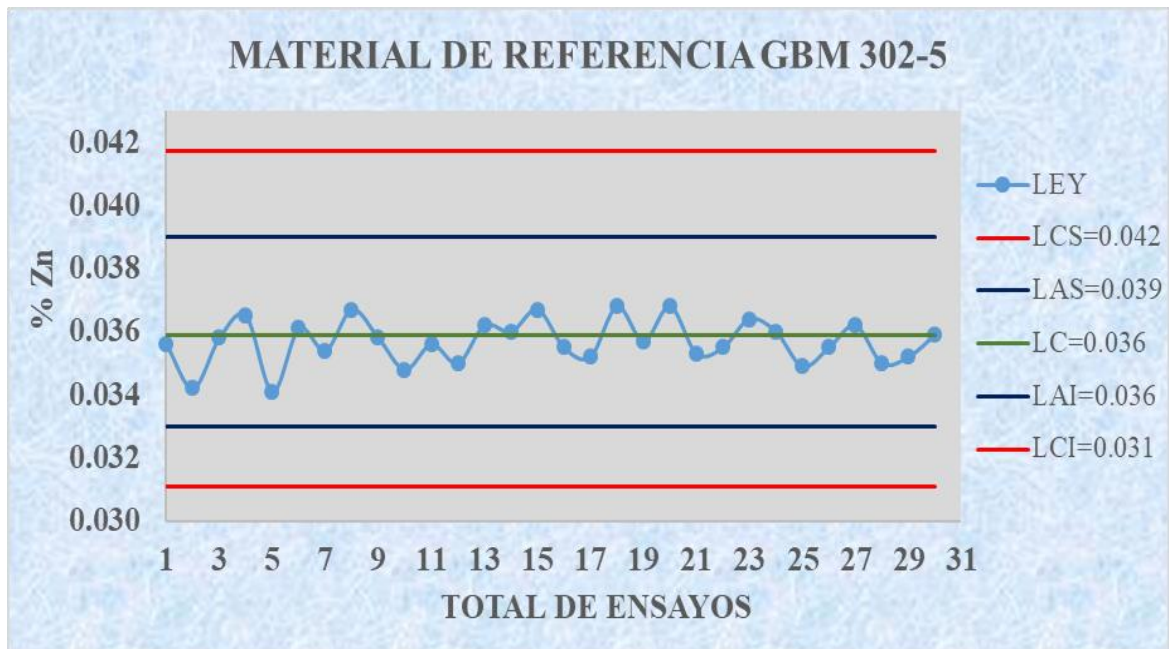


Figura 3.11: Gráfica de control del MRC GBM 302-5.

De las tablas y figuras anteriores se concluye que los resultados prácticos tienen un margen de 0.01% que son valores muy cercanos con una desviación estándar menor de 0.01% entre los valores tabulados, además los valores obtenidos se encuentran dentro de los límites admisibles tanto superior como inferior.

REPETIBILIDAD

PARA COBRE:

Tabla 3.28

Prueba experimental de repetibilidad del MRC GBM 398-4.

ITEM	MUESTRA	%Cu			PROMEDIO
		Analista N°1	Analista N°2	Analista N°3	
1	GBM 398-4	0.3948	0.3870	0.3867	
2	GBM 398-4	0.3872	0.3906	0.3857	
3	GBM 398-4	0.3901	0.3846	0.3899	
4	GBM 398-4	0.3882	0.3915	0.3899	
5	GBM 398-4	0.3835	0.3840	0.3848	
6	GBM 398-4	0.3868	0.3857	0.3925	
7	GBM 398-4	0.3928	0.3928	0.3880	
8	GBM 398-4	0.3924	0.3859	0.3925	
9	GBM 398-4	0.3848	0.3882	0.3897	
10	GBM 398-4	0.3948	0.3921	0.3866	
	Sr	0.0041	0.0033	0.0027	0.00336
	R	0.3895	0.3882	0.3886	0.38881

De la tabla 3.28 se observa que la desviación estándar de repetibilidad $Sr = 0.0034$, que es un valor pequeño y la repetibilidad $R = 0.3888$ que se aproxima al valor del MRC, indica que como hay aproximación al resultado, el método de análisis es aceptable.

Tabla 3.29

Prueba experimental de repetibilidad del MRC GBM 302-5.

ITEM	MUESTRA	%Cu			PROMEDIO
		Analista N° 1	Analista N° 2	Analista N° 3	
1	GBM 302-5	0.1053	0.1077	0.1075	
2	GBM 302-5	0.1037	0.1093	0.1054	
3	GBM 302-5	0.1081	0.1042	0.1054	
4	GBM 302-5	0.1083	0.1068	0.1082	
5	GBM 302-5	0.1026	0.1032	0.1063	
6	GBM 302-5	0.1049	0.1038	0.1049	
7	GBM 302-5	0.1065	0.1074	0.1061	
8	GBM 302-5	0.1076	0.1094	0.1074	
9	GBM 302-5	0.1047	0.1047	0.1058	
10	GBM 302-5	0.1054	0.1041	0.1064	
	Sr	0.0019	0.0023	0.0011	0.00176
	R	0.1057	0.1061	0.1063	0.10603

De la tabla 3.29 se observa que la desviación estándar de repetibilidad $Sr = 0.0018$, que es un valor pequeño y la repetibilidad $R = 0.1060$ que se aproxima al valor del MRC, indica que como hay aproximación al resultado, el método de análisis es aceptable.

PARA PLOMO:

Tabla 3.30

Prueba experimental de repetibilidad del MRC GBM 398-4.

ITEM	MUESTRA	%Pb			PROMEDIO
		Analista N° 1	Analista N° 2	Analista N° 3	
1	GBM 398-4	1.1890	1.1502	1.1754	
2	GBM 398-4	1.1512	1.1799	1.1755	
3	GBM 398-4	1.1853	1.1645	1.1604	
4	GBM 398-4	1.1743	1.1740	1.1739	
5	GBM 398-4	1.1979	1.1528	1.1846	
6	GBM 398-4	1.1596	1.1768	1.1605	
7	GBM 398-4	1.1859	1.1613	1.1763	
8	GBM 398-4	1.1727	1.1870	1.1895	
9	GBM 398-4	1.1871	1.1745	1.1730	
10	GBM 398-4	1.1677	1.1546	1.1604	
	Sr	0.0146	0.0127	0.0100	0.01241
	R	1.1771	1.1676	1.1729	1.17252

De la tabla 3.30 se observa que la desviación estándar de repetibilidad $Sr = 0.0124$, que es un valor pequeño y la repetibilidad $R = 1.1725$ que se aproxima al valor del MRC, indica que como hay aproximación al resultado, el método de análisis es aceptable.

Tabla 3.31

Prueba experimental de repetibilidad del MRC GBM 302-5.

ITEM	MUESTRA	%Pb			PROMEDIO
		Analista N° 1	Analista N° 2	Analista N° 3	
1	GBM 302-5	0.0238	0.0239	0.0238	
2	GBM 302-5	0.0236	0.0238	0.0234	
3	GBM 302-5	0.0240	0.0236	0.0241	
4	GBM 302-5	0.0241	0.0245	0.0238	
5	GBM 302-5	0.0235	0.0240	0.0234	
6	GBM 302-5	0.0240	0.0232	0.0241	
7	GBM 302-5	0.0241	0.0235	0.0238	
8	GBM 302-5	0.0243	0.0233	0.0243	
9	GBM 302-5	0.0234	0.0243	0.0247	
10	GBM 302-5	0.0233	0.0242	0.0233	
	Sr	0.0003	0.0004	0.0004	0.00040
	R	0.0238	0.0238	0.0239	0.02384

De la tabla 3.31 se observa que la desviación estándar de repetibilidad $Sr = 0.0004$, que es un valor pequeño y la repetibilidad $R = 0.0238$ que se aproxima al valor del MRC, indica que como hay aproximación al resultado, el método de análisis es aceptable.

PARA ZINC:

Tabla 3.32

Prueba experimental de repetibilidad del MRC GBM 398-4.

ITEM	MUESTR A	%Zn			PROMEDIO
		Analista N° 1	Analista N° 2	Analista N° 3	
1	GBM 398-4	0.5038	0.5038	0.5036	
2	GBM 398-4	0.5187	0.5187	0.5231	
3	GBM 398-4	0.5070	0.5070	0.5149	
4	GBM 398-4	0.5013	0.5013	0.5034	
5	GBM 398-4	0.5211	0.5211	0.5169	
6	GBM 398-4	0.5074	0.5074	0.5229	
7	GBM 398-4	0.5073	0.5073	0.5090	
8	GBM 398-4	0.5168	0.5168	0.5217	
9	GBM 398-4	0.5068	0.5068	0.5151	
10	GBM 398-4	0.5193	0.5193	0.5150	
	Sr	0.0072	0.0072	0.0073	0.00725
	R	0.5110	0.5110	0.5146	0.51215

De la tabla 3.32 se observa que la desviación estándar de repetibilidad $Sr = 0.0073$ que es un valor pequeño y la repetibilidad $R = 0.5122$ que se aproxima al valor del MRC, indica que como hay aproximación al resultado, el método de análisis es aceptable.

Tabla 3.33

Prueba experimental de repetibilidad del MRC GBM 302-5.

ITEM	MUESTRA	%Zn			PROMEDIO
		Analista N° 1	Analista N° 2	Analista N° 3	
1	GBM 302-5	0.0356	0.0356	0.0353	
2	GBM 302-5	0.0342	0.0350	0.0355	
3	GBM 302-5	0.0358	0.0362	0.0364	
4	GBM 302-5	0.0365	0.0360	0.0360	
5	GBM 302-5	0.0341	0.0367	0.0349	
6	GBM 302-5	0.0361	0.0355	0.0355	
7	GBM 302-5	0.0354	0.0352	0.0362	
8	GBM 302-5	0.0367	0.0368	0.0350	
9	GBM 302-5	0.0358	0.0357	0.0352	
10	GBM 302-5	0.0348	0.0368	0.0359	
	Sr	0.0009	0.0007	0.0005	0.00070
	R	0.0355	0.0359	0.0356	0.03569

De la tabla 3.33 se observa que la desviación estándar de repetibilidad $Sr = 0.0007$ que es un valor pequeño y la repetibilidad $R = 0.0357$ que se aproxima al valor del MRC, indica que como hay aproximación al resultado, el método de análisis es aceptable.

RANGO

A continuación, se determina el rango de trabajo según datos teóricos y prácticos

Tabla 3.34

Análisis de rango de trabajo.

MRC	% Cu		PROM.	% ER	SD	%RSD o CV	EVALUACIÓN
	PROM.	V.R.					
GBM 398-4	0.3888	0.3891	0.3890	0.0771	0.0034	0.8637	MUY BUENO
GBM 302-5	0.1060	0.1059	0.1060	0.0944	0.0018	1.6652	MUY BUENO
MRC	% Pb		PROM.	% ER	SD	%RSD o CV	EVALUACIÓN
	PROM.	V.R.					
GBM 398-4	1.1725	1.1714	1.1720	0.0939	0.0124	1.0591	MUY BUENO
GBM 302-5	0.0238	0.0239	0.0239	0.4184	0.0004	1.6572	MUY BUENO
MRC	% Zn		PROM.	% ER	SD	%RSD o CV	EVALUACIÓN
	PROM.	V.R.					
GBM 398-4	0.5131	0.5117	0.5124	0.2736	0.0072	1.4140	MUY BUENO
GBM 302-5	0.0357	0.0359	0.0358	0.5571	0.0007	1.9418	MUY BUENO

Se pueden apreciar los valores de las leyes (tabla 3.34), resultados mayores al límite de detección hasta 10 %, el % RSD o C.V. está debajo del rango requerido según la norma ISO 5725 mostrada en anexos, que indican los valores obtenidos, estos son muy homogéneos y por ende muy buenos.

SENSIBILIDAD

Es definida como la concentración que se debe introducir al equipo de absorción para que este produzca una señal con una intensidad de 1% de absorción, en otras palabras, comprendidas entre 0-100%.

$$A = -\log T$$

$$A = -\log(0.99) = 4.36480 \times 10^{-3}$$

$$A = 0.00043648 \cong 0.00044$$

$$\text{Sensibilidad} = \frac{\text{Conc. Std} \times 0.00044}{\text{Abs. Obtenida}}$$

Se determina mediante el empleo de estándar de **Cu = 20** ppm obteniendo una absorbancia de **0.4130** aproximada.

$$\text{Sensibilidad} = \frac{20 \times 0.00044}{0.4130}$$

$$\text{Sensibilidad} = 0.0213$$

Se determina mediante el empleo de estándar de **Pb = 20** ppm obteniendo una absorbancia de **0.4127** aproximada.

$$\text{Sensibilidad} = \frac{20 \times 0.00044}{0.4127}$$

$$\text{Sensibilidad} = 0.0213$$

Se determina mediante el empleo de estándar de **Zn = 20** ppm obteniendo una absorbancia de **0.4134** aproximada.

$$\text{Sensibilidad} = \frac{20 \times 0.00044}{0.4134}$$

$$\text{Sensibilidad} = 0.0213$$

RECUPERACIÓN

La recuperación para un método aceptable varía de un 90% a 110 %.

$$R = \frac{\text{Ley obtenido}}{\text{Ley teórico}} \times 100$$

PARA COBRE:

La recuperación del MRC GBM 398-4

$$R_{GBM398-4} = \frac{0.3888}{0.3891} \times 100\%$$

$$R_{GBM398-4} = 99.92 \%$$

Usando la misma fórmula se tiene:

La recuperación del MRC GBM 302-5

$$R_{GBM302-5} = 100.09\%$$

PARA PLOMO:

La recuperación del MRC GBM 398-4

$$R_{GBM398-4} = 100.09\%$$

La recuperación del MRC GBM 302-5

$$R_{GBM302-5} = 99.58\%$$

PARA ZINC:

La recuperación del MRC GBM 398-4

$$R_{GBM398-4} = 100.27\%$$

La recuperación del MRC GBM 302-5

$$R_{GBM302-5} = 99.44\%$$

Los valores obtenidos están dentro del valor aceptable.

Tabla 3.35*Resultados de método de análisis.*

METODOLOGIA	MRC	LÍMITE DE DETECCIÓN (ppm)	LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN (ppm)	SENSIBILIDAD (ppm)	EXACTITUD (%)	RANGO ÚTIL (ppm)	RECUPERACIÓN (%)
Determinación de contenido de cobre	GBM 398-4	0.032	0.062	0.02	99.92	0.01-10	99.92
	GBM 302-5				99.90		100.09
Determinación de contenido de plomo	GBM 398-4	0.024	0.061	0.02	99.90	0.01-10	100.09
	GBM 302-5				99.58		99.58
Determinación de contenido de zinc	GBM 398-4	0.037	0.087	0.02	99.73	0.01-10	100.27
	GBM 302-5				99.44		99.44

CAPITULO IV

ASPECTOS ECONÓMICOS

4.1 EVALUACIÓN DE COSTOS DE ANALISIS DE MUESTRAS POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN LA EMPRESA SGS DEL PERU SAC

Muchas empresas solicitan los servicios del laboratorio geoquímicos de la empresa SGS DEL PERU SAC. Destinado a la producción. (SGS es el proveedor mundial indiscutible de dicho servicio), Aporta los mismos protocolos de gestión de calidad y los mismos procedimientos y principios para contratar operaciones en laboratorios que en el caso de sus propios laboratorios comerciales, con lo que asegura servicios de análisis puntuales y fiables mediante la optimización de sus operaciones y proyectos.

En la empresa SGS DEL PERU SAC se realiza la evaluación de costos unitarios de análisis de muestras por el método de espectroscopia de absorción atómica.

En el periodo de implementación del método de trabajo propuesto se realizó la evaluación de costos para viabilizar su optimización económica debido a la reducción del consumo de reactivos, combustible, energía, horas de trabajo.

4.2 COSTOS DE ANÁLISIS POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

En la tabla 4.1 se muestra las remuneraciones del personal que labora en el área instrumental, incluye al jefe de área, supervisor, analistas de área, y auxiliar:

Tabla 4.1

Remuneración mensual de personal de laboratorio de la empresa SGS DEL PERU SAC.

Nº	CARGO EN LABORATORIO	CANTIDAD	REMUNERACIÓN MENSUAL (\$)	REMUNERACIÓN MENSUAL (\$)
1	Jefe de Área	1	1755.72	1755.72
2	Supervisor	1	1071.43	1071.43
3	Analista Minerales	1	571.43	571.43
4	Analista Instrumental	3	714.30	2142.90
5	Auxiliar	1	321.14	321.14

Recuperado de Información - planilla SGS DEL PERU SAC -2013

4.3 COSTOS DE EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

4.3.1 COSTOS DE INSUMOS QUÍMICOS Y BIENES FISCALIZADOS (IQBF)

El costo de los insumos químicos y bienes fiscalizados en la presentación dada, se muestra en la tabla 4.2

Tabla 4.2

Costos de insumos químicos.

INSUMO QUÍMICO	CANTIDAD	COSTO (\$)	EMPRESA PROVEEDORA
Ácido Nítrico	25 L	271.564	MERCK PERUANA S.A
Ácido Clorhídrico	25 L	77.061	MERCK PERUANA S.A
Ácido Perclórico	2.5 L	89.286	MERCANTIL S.A.
Ácido Fluorhídrico	2.5 L	45.475	MERCK PERUANA S.A
Acetileno	7.5 Kg	320.025	AGA SAC.
Agua Desionizada	1 L	0.002	SGS DEL PERU SAC

Recuperado de Archivos de logística SGS DEL PERU SAC - IQBF diciembre 2013

4.3.2 COSTOS DE EQUIPOS DE LABORATORIO DE LA EMPRESA SGS DEL PERÚ SAC

El costo de los equipos del laboratorio se muestra en la tabla 4.3.

Tabla 4.3

Costos de equipos de laboratorio SGS DEL PERÚ SAC.

EQUIPOS	CANTIDAD	COSTO (\$)	EMPRESA PROVEEDORA
Equipo de Absorción Atómica	1	50 000	MERCK PERUANA S.A
Plancha de calentamiento	1	10 000	INDUSTRIAS WENESCO
Balanza Analítica Sartorius	1	15 000	MERCANTIL SAC
Campana de Extracción	1	10 000	VYMSA
Acondicionador de aire	1	3000	CODEMTECH SAC.
Termo higrómetros	1	150	MERCK PERUANA S.A

Recuperado de Archivos de logística SGS DEL PERÚ SAC – ENERO 2013

4.3.3 COSTOS DE MATERIALES DEL AREA INSTRUMENTAL DE LA EMPRESA SGS DEL PERÚ SAC

El costo de materiales en el área instrumental se muestra en la tabla 4.4.

Tabla 4.4

Costos de material del área instrumental de SGS DEL PERÚ SAC.

MATERIAL	CANTIDAD	COSTO (\$)	EMPRESA PROVEEDORA
Lámpara de cátodo hueco no codificada de cobre	1 ud	300.00	MERCK PERUANA S.A
Lámpara de cátodo hueco no codificada de plomo	1 ud	330.00	MERCK PERUANA S.A
Lámpara de cátodo hueco no codificada de zinc	1 ud	350.00	MERCK PERUANA S.A
Solución Standard de Cu - Certipur	0.50 L	30.00	MERCK PERUANA S.A
Solución Standard de Pb -Certipur	0.50 L	34.00	MERCK PERUANA S.A
Solución Standard de Zn - Certipur	0.50 L	35.00	MERCK PERUANA S.A
Vaso de Teflón	1 ud	26.00	MERCANTIL S.A.
Parafilm	1 rollo	37.00	KOSSODO S.A.C

Recuperado de Archivos de logística SGS DEL PERÚ SAC – MARZO 2014

4.4 COSTOS POR ANÁLISIS DE MUESTRAS DE COBRE, PLOMO Y ZINC

4.4.1. COSTOS DE ANALISIS DE COBRE:

El costo de análisis de cobre en la empresa SGS DEL PERÚ SAC se muestra en la tabla 4.5.

Datos:

Costo de análisis =	\$.	35.00
Costo de Energía =	\$.	0.230 / kw-h
Tipo de cambio =	1\$ = S/.	2.80

Tabla 4.5

Costos unitarios de análisis de cobre en el proceso de digestión y método de absorción atómica.

Material	Presentación (g, mL, min)	Costo (\$)	Costo Unitario (\$)	Cantidad (ud o mL)	Costo Total Unitario (\$)
Digestión:					
Ácido Clorhídrico P.A. (mL)	25000	77.061	0.0031	32.5	0.100
Ácido Nítrico P.A. (mL)	25000	271.564	0.0109	2.5	0.027
Ácido Perclórico P.A. (mL)	2500	89.286	0.0357	2.5	0.089
Ácido Fluorhídrico P.A. (mL)	2500	45.475	0.0182	10	0.182
Agua desionizada (mL)	500	0.200	0.0004	200	0.080
Parafilm (rollo)	125	37.00	0.2960	0.01	0.003
Vaso de Teflón (lavado)	1	26.000	26.000	0.0019	0.049
Lectura absorción atómica (Cu)					
Acetileno(g)	7500	45.00	0.0060	60	0.360
Solución standard de Cu (mL)	500	30.00	0.0600	1.5	0.090
Lámpara de Cu (min)	5000	300.00	0.0600	30	1.800
Consumibles (*) (Minerales+INI)		0.15	0.150	1.00	0.150
Sub-total materiales (1)					2.93

Tabla 4.5

Costos unitarios de análisis de cobre en el proceso de digestión y método de absorción atómica (continuación).

Materiales	Presentación (g, mL, min)	Costo (\$)	Costo Unitario (\$)	Cantidad (ud o mL)	Costo Total Unitario (\$)
Mano de obra				T (min)	
directa(min)(**)					
Analista Minerales		571.43	0.040	60.00	2.38
Analista INI		714.30	0.050	30.0	1.49
Auxiliar		321.29	0.022	10.0	0.22
Mano de obra ind. (min)(***)					
Jefe de Area		1785.72	0.124	1	0.12
Supervisor		1071.43	0.074	5	0.37
Digitación		357.14	0.025	10	0.25
Gastos indirectos (****) (Minerales +INI)			0.580	1	0.58
Sub-total Mano de Obra (2)					4.84
Consumo de Energía:			Kw-h		
Equipo de absorción atómica			0.213	4.00	0.85
Aire acondicionado			0.213	0.12	0.03
Computadora con impresora			0.213	0.20	0.04
Plancha eléctrica (T : 150° C)			0.213	1.20	0.26
Extractor de gases (digestión)			0.213	2.00	0.43
Extractor de gases (AAS)			0.213	0.20	0.04
Iluminación de focos (6) - AAS			0.213	0.08	0.10
Iluminación de focos (9) - Digestión			0.213	0.08	0.15
Compresor de aire			0.213	0.30	0.06
Sub-total Energía (3)					1.96
TOTAL (\$)					9.73
Imprevistos (5%)					0.49
O/H Laboratorio					0.05
TOTAL (\$)					10.27

(*) Incluye vidriería + ropa de servicio, consumibles y otros (Minerales + Inst. Inorgánica)

= 0.14+0.01=0.15 (Según estadísticas y Sysbud del 2012)

(**) Considera analistas + auxiliar

(***) Incluye CZ + EZ+ Digitación

(****) Estimado según % de gastos (5.64 %) de laboratorio en reportes de Finanzas 2012

(Minerales+ Inst. Inorg.) = (0.36 +0.22) =0.58 (Según estadísticas y Sysbud del 2012)

4.4.2. ANALISIS DE COSTOS DE PLOMO:

Teniendo en consideración el costo de análisis de plomo en la empresa SGS DEL PERÚ SAC se muestra en la tabla 4.6.

Datos:

Costo de análisis = \$ 35.00

Tabla 4.6

Costos unitarios de análisis de plomo en el proceso de digestión y método de absorción atómica.

Material	Presentación (g, mL, min)	Costo (\$)	Costo Unitario (\$)	Cantidad (ud o mL)	Costo Total Unitario (\$)
Digestión:					
Ácido Clorhídrico P.A. (mL)	25000	77.061	0.0031	32.5	0.100
Ácido Nítrico P.A (mL)	25000	271.564	0.0109	2.5	0.027
Acido Perclórico P.A. (mL)	2500	89.286	0.0357	2.5	0.089
Ácido Fluorhídrico P.A. (mL)	2500	45.475	0.0182	10	0.182
Agua desionizada (mL)	500	0.200	0.0004	200	0.080
Parafilm (rollo)	125	37.00	0.296	0.01	0.003
Vaso de Teflón	1	26.000	26.000	0.0019	0.049
Lectura absorción atómica (Pb)					
Acetileno(g)	7500	45.00	0.0060	60	0.360
Solución estándar de Pb (mL)	500	34.00	0.0680	1.5	0.102
Lámpara de Pb (min)	5000	330.00	0.0660	30	1.980
Consumibles (*) (Minerales+INI)		0.15	0.150	1.00	0.150
Sub-total materiales (1)					3.12

Tabla 4.6

Costos unitarios de análisis de plomo en el proceso de digestión y método de absorción atómica (continuación).

Material	Presentación (g, mL, min)	Costo Unitario (\$)	Cantidad (ud o mL)	Costo Total Unitario (\$)	
Mano de obra				T (min)	
directa(min)**					
Analista Minerales		571.43	0.040	60.00	2.38
Analista INI		714.30	0.050	30.0	1.49
Auxiliar		321.29	0.022	10.0	0.22
Mano de obra ind. (min)***					
Jefe de Área		1785.72	0.124	1	0.12
Supervisor		1071.43	0.074	5	0.37
Digitación		357.14	0.025	10	0.25
Gastos indirectos (****)			0.580	1	0.58
(Minerales +INI)					
Sub-total Mano de Obra (2)					4.84
Kw-h					
Consumo de Energía:					
Equipo de absorción atómica			0.213	4.00	0.85
Aire acondicionado			0.213	0.12	0.03
computadora con impresora			0.213	0.20	0.04
plancha eléctrica			0.213	1.20	0.26
Extractor de gases (digestión)			0.213	2.00	0.43
Extractor de gases (AAS)			0.213	0.20	0.04
Iluminación de focos (6) - AAS			0.213	0.08	0.10
Iluminación de focos (9)-Digestión			0.213	0.08	0.15
Compresor de aire			0.213	0.30	0.06
Sub-total Energía (3)					1.96
TOTAL (\$)					9.92
				Imprevistos (5 %)	0.50
				O/H Laboratorio	0.05
				TOTAL (\$)	10.47

(*) Incluye vidriería + ropa de servicio, consumibles y otros (Minerales + Inst. Inorgánica)

= 0.14+0.01=0.15 (Según estadísticas y Sysbud del 2012)

(**) Considera analistas + auxiliar

(***) Incluye CZ + EZ+ Digitación

(****) Estimado según % de gastos de laboratorio en reportes de Finanzas 2012
(Minerales+ Inst. Inorg.) = (0.36 +0.22) =0.58 (Según estadísticas y Sysbud del 2012)

4.4.3. ANALISIS DE COSTOS DE ZINC

Teniendo en consideración el costo de análisis de zinc en la empresa SGS DEL PERÚ SAC se muestra en la tabla 4.7.

Dato:

Costo de análisis = \$. 35.00

Tabla 4.7

Costos unitarios de análisis de zinc en el proceso de digestión y método de absorción atómica.

Material	Presentación (g, mL, min)	Costo (\$)	Costo Unitario (\$)	Cantidad (ud o mL)	Costo Total Unitario (\$)
Digestión:					
Ácido Clorhídrico P.A. (mL)	25000	77.061	0.0031	32.5	0.100
Ácido Nítrico P.A (mL)	25000	271.564	0.0109	2.5	0.027
Acido Perclórico P.A. (mL)	2500	89.286	0.0357	2.5	0.089
Ácido Fluorhídrico P.A. (mL)	2500	45.475	0.0182	10	0.182
Agua desionizada (mL)	500	0.200	0.0004	200	0.080
Parafilm (rollo)	125	37.00	0.296	0.01	0.003
Vaso de Teflón	1	26.000	26.000	0.0019	0.049
Lectura absorción atómica (Zn)					
Acetileno(g)	7500	45.00	0.0060	60	0.360
Solución estándar de Zn (mL)	500	35.00	0.0700	1.5	0.105

Tabla 4.7

Costos unitarios de análisis de zinc en el proceso de digestión y método de absorción atómica (continuación).

Material	Presentación (g, mL, min)	Costo (\$)	Costo Unitario (\$)	Cantidad (ud o mL)	Costo Total Unitario (\$)
Lámpara de Zn (min)	5000	350.00	0.0700	30	2.100
Consumibles (Minerales+INI)	(*)	0.15	0.150	1.00	0.150
Sub-total materiales (1)					3.25
Mano de obra directa(min)(**)				T (min)	
Analista Minerales		571.43	0.040	60.00	2.38
Analista INI		714.30	0.050	30.0	1.49
Auxiliar		321.29	0.022	10.0	0.22
Mano de obra ind. (min)(***)					
Jefe de Área		1785.72	0.124	1	0.12
Supervisor		1071.43	0.074	5	0.37
Digitación		357.14	0.025	10	0.25
Gastos indirectos (****) (Minerales +INI)			0.580	1	0.58
Sub-total Mano de Obra (2)					4.84
Consumo de Energía:			Kw-h		
Equipo de absorción atómica			0.213	4.00	0.85
Aire acondicionado			0.213	0.12	0.03
computadora con impresora			0.213	0.20	0.04
plancha eléctrica			0.213	1.20	0.26
Extractor de gases (digestión)			0.213	2.00	0.43
Extractor de gases (AAS)			0.213	0.20	0.04
Iluminación de focos (6) - AAS			0.213	0.08	0.10
Iluminación de focos (9)- Digestión			0.213	0.08	0.15
Compresor de aire			0.213	0.30	0.06
Sub-total Energía (3)					1.96
TOTAL (\$)					10.05
Imprevistos (5 %)					0.50
O/H Laboratorio					0.05
TOTAL (\$)					10.60

(*) Incluye vidriería + ropa de servicio, consumibles y otros (Minerales + Inst. Inorgánica) = 0.14+0.01=0.15 (Según estadísticas y Sysbud del 2012)

(**) Considera analistas + auxiliar

(***) Incluye CZ + EZ+ Digitación

(****) Estimado según % de gastos de laboratorio en reportes de Finanzas 2012 (Minerales+ Inst. Inorg.) = (0.36 +0.22) =0.58 (Según estadísticas y Sysbud del 2012)

4.5 ANALISIS DE COSTOS POR ANALISIS DE MUESTRAS DE COBRE, PLOMO Y ZINC CON EL MÉTODO PROPUESTO

Para realizar el análisis de costos del método propuesto se realizó una serie de pruebas experimentales, recolección de datos, logrando una optimización en la reducción de costos operativos, reactivos y tiempo del proceso, los resultados se muestran en las siguientes tablas.

Teniendo en consideración el costo de análisis de muestras de cobre en la empresa SGS DEL PERÚ SAC se muestra en la tabla 4.8.

Tabla 4.8

Análisis de costo de muestra de cobre.

Material	Presentación (g, mL, min)	Costo (\$)	Costo Unitario (\$)	Cantidad (ud o mL)	Costo Total Unitario (\$)
Digestión:					
Ácido Clorhídrico P.A. (mL)	25000	77.061	0.0031	9.30	0.029
Ácido Nítrico P.A (mL)	25000	271.56	0.0109	1.00	0.011
Acido Perclórico P.A. (mL)	2500	89.286	0.0357	0.50	0.018
Agua desionizada (mL)	500	0.200	0.0004	200.00	0.080
Parafilm (rollo)	125	37.00	0.2960	0.01	0.003
Lectura absorción atómica (Cu)					
Acetileno(g)	7500	45.00	0.0060	30.00	0.180
Solución standard de Cu (mL)	500	30.00	0.0600	1.50	0.090
Lámpara de Cu (min)	5000	300.00	0.0600	30.00	1.800
Consumibles (Minerales+INI)	(*)	0.15	0.150	1.00	0.150
Sub-total materiales (1)					2.36

Tabla 4.8

Análisis de costo de muestra de cobre (continuación).

Material	Presentación (g, mL, min)	Costo (\$)	Costo Unitario (\$)	Cantidad (ud o mL)	Costo Total Unitario (\$)
Mano de obra				T (min)	
directa(min) (**)					
Analista Minerales		571.43	0.040	60.00	2.38
Analista INI		714.30	0.050	30.0	1.49
Auxiliar		321.29	0.022	10.0	0.22
Mano de obra ind. (min)(***)					
Jefe de Área		1785.72	0.124	1	0.12
Supervisor		1071.43	0.074	5	0.37
Digitación		357.14	0.025	10	0.25
Gastos indirectos (****) (Minerales +INI)			0.580	1	0.58
Sub-total Mano de Obra (2)					4.84
Consumo de Energía:			Kw-h		
Equipo de absorción atómica			0.213	4.00	0.85
Aire acondicionado			0.213	0.12	0.03
computadora con impresora			0.213	0.20	0.04
plancha eléctrica (T: 150°C)			0.213	1.20	0.26
Extractor de gases (digestión)			0.213	2.00	0.43
Extractor de gases (AAS)			0.213	0.20	0.04
Iluminación de focos (6) - AAS			0.213	0.08	0.10
Iluminación de focos (9)- Digestión			0.213	0.08	0.15
Compresor de aire			0.213	0.30	0.06
Sub-total Energía (3)					1.96
TOTAL (\$)					9.16
Imprevistos (5%)					0.46
O/H Laboratorio					0.05
TOTAL (\$)					9.67

Teniendo en consideración el costo de análisis de plomo en la empresa SGS DEL PERÚ SAC se muestra en la tabla 4.9.

Tabla 4.9

Análisis de costo de plomo con el método propuesto.

Material	Presentación (g, mL, min)	Costo (\$)	Costo Unitario (\$)	Cantidad (ud o mL)	Costo Total Unitario (\$)
Digestión:					
Ácido Clorhídrico P.A. (mL)	25000	77.061	0.0031	9.30	0.029
Ácido Nítrico P.A (mL)	25000	271.564	0.0109	1.00	0.011
Acido Perclórico P.A. (mL)	2500	89.286	0.0357	0.50	0.018
Agua desionizada (mL)	500	0.200	0.0004	200.00	0.080
Parafilm (rollo)	125	37.00	0.2890	0.01	0.003
Lectura absorción atómica (Pb)					
Acetileno(g)	7500	42.37	0.0056	30.00	0.169
Solución standard de Pb (mL)	500	34.00	0.0680	1.50	0.102
Lámpara de Pb (min)	5000	330.00	0.0660	30.00	1.980
Consumibles (*) (Minerales+INI)		0.15	0.150	1.00	0.150
Sub-total materiales (1)					2.54
Mano de obra directa(min)(**)				T (min)	
Analista Minerales		571.43	0.040	60.00	2.38
Analista INI		714.30	0.050	30.0	1.49
Auxiliar		321.29	0.022	10.0	0.22
Mano de obra Ind. (min)(***)					
Jefe de Área		1785.72	0.124	1	0.12
Supervisor		1071.43	0.074	5	0.37
Digitación		357.14	0.025	10	0.25
Gastos indirectos (****) (Minerales +INI)			0.580	1	0.58
Sub-total Mano de Obra (2)					4.84

Tabla 4.9*Análisis de costo de plomo con el método propuesto (continuación).*

Material	Presentación (g, mL, min)	Costo (\$)	Costo Unitario (\$)	Cantidad (ud o mL)	Costo Total Unitario (\$)
Consumo de Energía:			Kw-h		
Equipo de absorción atómica			0.213	4.00	0.85
Aire acondicionado			0.213	0.12	0.03
computadora con impresora			0.213	0.20	0.04
plancha eléctrica			0.213	1.20	0.26
Extractor de gases (digestión)			0.213	2.00	0.43
Extractor de gases (AAS)			0.213	0.20	0.04
Iluminación de focos (6) - AAS			0.213	0.08	0.10
Iluminación de focos (9)- Digestión			0.213	0.08	0.15
Compresor de aire			0.213	0.30	0.06
Sub-total Energía (3)					1.96
TOTAL (\$)					9.34
			Imprevistos (5%)		0.47
			O/H Laboratorio		0.05
			TOTAL (\$)		9.86

Teniendo en consideración el costo de análisis de zinc en la empresa SGS DEL PERÚ SAC se muestra en la tabla 4.10.

Tabla 4.10

Análisis de costo de zinc con el método propuesto.

Material	Presentación (g, mL, min)	Costo (\$)	Costo Unitario (\$)	Cantidad (ud o mL)	Costo Total Unitario (\$)
Digestión:					
Ácido Clorhídrico P.A. (mL)	25000	77.061	0.0031	9.30	0.029
Ácido Nítrico P.A (mL)	25000	271.564	0.0109	1.00	0.011
Acido Perclórico P.A. (mL)	2500	89.286	0.0357	0.50	0.018
Agua desionizada (mL)	500	0.200	0.0004	200.00	0.080
Parafilm (rollo)	125	37.00	0.2960	0.01	0.003
Lectura absorción atómica (Zn)					
Acetileno(g)	7500	42.37	0.0056	30.00	0.169
Solución standard de Zn (mL)	500	34.00	0.0680	1.50	0.102
Lámpara de Zn (min)	5000	350.00	0.0700	30.00	2.100
Consumibles (*) (Minerales+INI)		0.15	0.150	1.00	0.150
Sub-total materiales (1)					2.66
Mano de obra directa(min)**					
Analista Minerales		571.43	0.040	60.00	2.38
Analista INI		714.30	0.050	30.0	1.49
Auxiliar		321.29	0.022	10.0	0.22
Mano de obra ind. (min)***					
Jefe de Área		1785.72	0.124	1	0.12
Supervisor		1071.43	0.074	5	0.37
Digitación		357.14	0.025	10	0.25
Gastos indirectos (****) (Minerales +INI)			0.580	1	0.58
Sub-total Mano de Obra (2)					4.84

Tabla 4.10*Análisis de costo de zinc con el método propuesto (continuación)*

Material	Presentación (g, mL, min)	Costo (\$)	Costo Unitario (\$)	Cantidad (ud o mL)	Costo Total Unitario (\$)
Consumo de Energía:			Kw-h		
Equipo de absorción atómica			0.213	4.00	0.85
Aire acondicionado			0.213	0.12	0.03
computadora con impresora			0.213	0.20	0.04
plancha eléctrica			0.213	1.20	0.26
Extractor de gases (digestión)			0.213	2.00	0.43
Extractor de gases (AAS)			0.213	0.20	0.04
Iluminación de focos (6) - AAS			0.213	0.08	0.10
Iluminación de focos (9)- Digestión			0.213	0.08	0.15
Compresor de aire			0.213	0.30	0.06
Sub-total Energía (3)					1.96
TOTAL (\$)					9.46
			Imprevistos (5%)		0.47
			O/H Laboratorio		0.05
			TOTAL (\$)		9.98

4.6 OPTIMIZACION ECONÓMICA Y RENTABILIDAD DE UTILIDAD NETA

La optimización económica y la rentabilidad en la utilidad neta obtenida se muestra en la tabla 4.11, que demuestra que el método propuesto en el área de absorción atómica deja buenas utilidades en favor de la empresa que indica que la metodología propuesta es viable.

Tabla 4.11

Utilidad obtenida por muestra de cobre, plomo y zinc.

ELEMENTO	CANTIDAD MUESTRA	COSTO POR ANÁLISIS (\$)	METODO UTILIZADO (\$)	MÉTODO PROPUESTO (\$)	UTILIDAD NETA POR ANÁLISIS (\$)
COBRE	1	30	10.270	9.670	0.600
PLOMO	1	35	10.470	9.860	0.610
ZINC	1	35	10.600	9.980	0.620

4.7 UTILIDAD NETA OBTENIDA POR TURNO DE TRABAJO

La empresa SGS DEL PERÚ SAC procesa en promedio 500 muestras por turno de 8 horas, en la tabla 4.12 se muestra la reducción del costo por análisis y día.

Tabla 4.12

Utilidad neta obtenida por turno y por día

ELEMENTO	CANTIDAD MUESTRA	METODO UTILIZADO (\$)	MÉTODO PROPUESTO (\$)	UTILIDAD NETA POR ANÁLISIS DE UNA MUESTRA(\$)	CANTIDAD MÁXIMA DE MUESTRAS POR TURNO	UTILIDAD NETA POR TURNO (\$)	UTILIDAD NETA POR DIA (3 TURNOS) (\$)
COBRE	1	10.270	9.670	0.600	500	300	900
PLOMO	1	10.470	9.860	0.610	500	305	915
ZINC	1	10.600	9.980	0.620	500	310	930

NOTA: *El día se completa con tres turnos de 8 horas cada uno.*

Un analista realiza 500 lecturas por turno que puede ser de cobre, plomo o zinc.

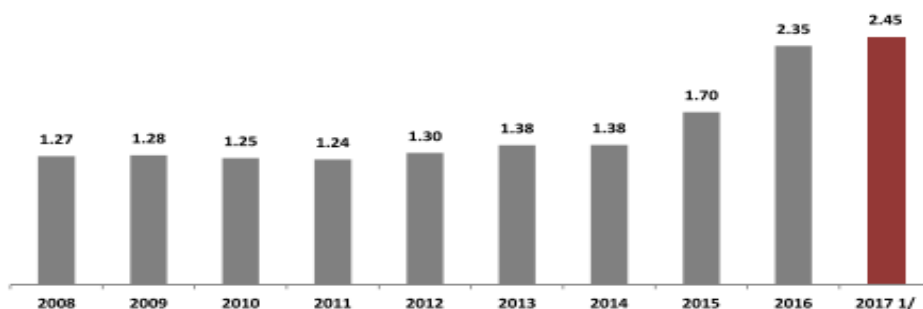
De acuerdo al resumen de costos presentado en las tablas se puede concluir que el método está siendo utilizado y empleado en la empresa SGS DEL PERÚ SAC debido que reduce el tiempo de operación, optimiza costos de reactivos por tanto genera mayor rentabilidad en favor de la empresa, generando mayores utilidades.

CONCLUSIONES

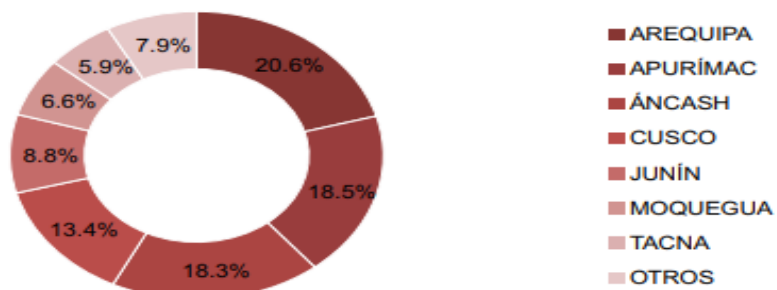
1. Se logró la optimización económica, al reducir el costo de análisis de muestras de cobre de \$10.27 a \$9.67, de plomo de \$10.47 a \$9.86, de zinc de \$10.60 a \$9.98 en muestras minerales, lo cual significa una utilidad neta por día en tres turnos de \$900 para cobre, \$ 915 para plomo y \$ 930 para zinc, como se muestra en la tabla 4.12.
2. Se optimizó el tiempo de digestión de las muestras geoquímicas por hora logrando digestar de 60 muestras con el método anterior a 220 muestras con el método propuesto en 1 hora. Teniendo 160 muestras más que se incluyen al método anterior, como se muestra en la tabla 3.1, ampliando la capacidad de respuesta en el análisis químico.
3. Se realizó la validación del método propuesto en base a los resultados obtenidos de las pruebas experimentales y al tratamiento estadístico de las mismas.
4. El método analítico propuesto ya ha sido implementado en la empresa para determinar los elementos metálicos estudiados, lo que evidencia la seriedad del trabajo realizado.
5. La capacitación del personal está dada en la empresa de manera permanente ya sea por organismos internos o externos, el compromiso es tener personal comprometido y con experiencia que ayuden a desarrollar e implementar nuevos métodos en la empresa.
6. La tendencia anual de producción de los elementos metálicos de cobre, plomo y zinc, se muestra en las siguientes figuras:

COBRE

2008-2017: PRODUCCIÓN NACIONAL DE COBRE (MILLONES DE TMF)

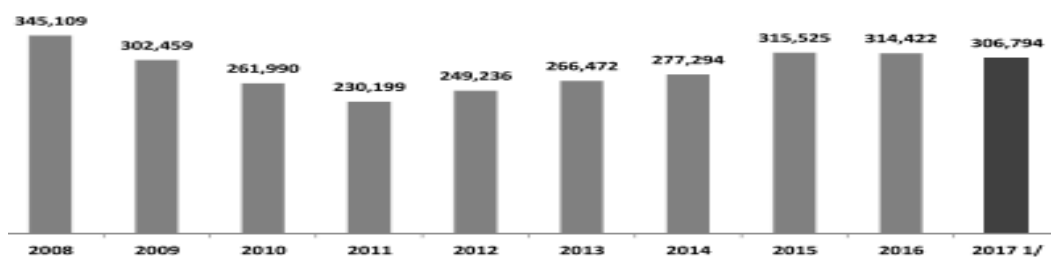


2017: PRODUCCIÓN NACIONAL DE COBRE POR REGIONES (DISTRIBUCIÓN PORCENTUAL)

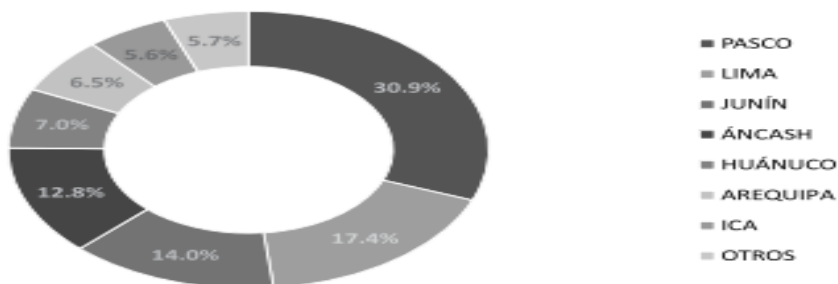


PLOMO:

2008-2017: PRODUCCIÓN NACIONAL DE PLOMO (TMF)



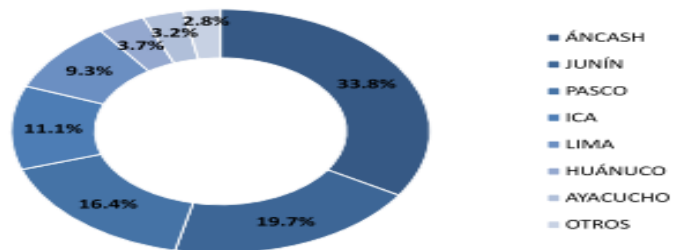
2017: PRODUCCIÓN NACIONAL DE PLOMO POR REGIONES (DISTRIBUCIÓN PORCENTUAL)



ZINC:



2017: PRODUCCIÓN NACIONAL DE ZINC POR REGIONES (DISTRIBUCIÓN PORCENTUAL)



Recuperado de MINEN, anuario minero, 2016

De los gráficos mostrados se concluye que la tendencia nacional anual de muestra de cobre, plomo, zinc va en crecimiento desde 2008 a la fecha, por ende, se requiere que los análisis sean más rápidos para poder así tener una un tiempo de respuesta a los clientes de manera eficaz.

RECOMENDACIONES

1. Para realizar un estudio de optimización económica de cualquier proceso o método analítico, siempre se debe tener en cuenta que ninguno es perfecto y todo está supeditado a continuos mejoramientos y modificaciones.
2. Considerar las buenas prácticas de laboratorio en la preparación de curvas de calibración, mantener el menor tiempo posible las soluciones de las curvas de calibración en los matraces volumétricos de vidrio, trasvasarlos a recipientes de plástico, para evitar la degradación del analito de interés.
3. Seguir con estudios que ayuden a mejorar los métodos analíticos para otros elementos, tratando de minimizar los costos de análisis.
4. Las nuevas tecnologías referidas a los instrumentos de análisis químico han permitido la reducción de costos y tamaños de equipos, mejorando la precisión y rapidez en sus lecturas, esto debe ser aprovechado para desarrollar a un más los métodos analíticos cuya influencia es cada día más grande para la humanidad.
5. Se recomienda continuar con pruebas experimentales de otros elementos ya que con el aporte de método implementado se optimiza tiempo, se reduce costos, insumos químicos y mejora la rapidez de resultados.
6. Las exigencias del mundo actualizado global obligan a detectar concentraciones de contaminantes del orden de partes por billón para lo cual deben estar preparados los futuros ingenieros químicos dedicados a los análisis químicos de distintas muestras.
7. Los equipos y materiales utilizados para la determinación de los analitos analizar deben estar verificados y calibrados según los programas establecidos, para garantizar que trabajen de manera correcta sin desperfectos.
8. El método propuesto tiene como objetivo principal fomentar la salud de los todos los trabajadores, proteger a aquellos que sean más vulnerables a condiciones perjudiciales, prevenir accidentes, dolencias y enfermedades ocupacionales que se encuentren bajo la responsabilidad de la empresa.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

LIBROS

- CÁMARA CARMEN Y PÉREZ-CONDE Concepción (editores). (2011). *“Análisis Químico de Trazas”*. Madrid. Editorial Síntesis.
- CHRISTIAN GARY D. (2009). *“Química Analítica”*. México. Sexta edición. MCGRAW-HILL/INTERAMERICANA EDITORES S. A.
- CLAVIJO DIAZ, Alfonso. (2002). *“Fundamentos de Química Analítica Equilibrio Iónico Análisis Químico”*. Bogotá. UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA SEDE BOGOTA ISBN.
- COLLADO, SANDRO. (2007). *“Principios de Estadística”*. Lima-Perú. Edit. Instituto para la Calidad la Pontificia Universidad Católica del Perú.
- DOUGLAS A. SKOOG. (1992). *“Principios de Análisis Instrumental”*. Madrid. Quinta edición. MCGRAW-HILL/INTERAMERICANA EDITORES S. A.
- MILLER, N. J. y MILLER, J. C. (2002) *“Estadística y Quimiometría para Química Analítica”*. Madrid-España. Cuarta edición. PEARSON EDUCACIÓN S.A.
- MORALES CASTRO, Arturo y MORALES CASTRO, José Antonio. (2009). *“Proyectos de Inversión, Evaluación y Formulación”*. Mexico. MCGRAW-HILL/INTERAMERICANA EDITORES S. A.
- PÉREZ ALMIÑANA, Víctor Daniel. (2014). *“Muestreo y preparación de la muestra”*. México. Editorial síntesis S.A.
- RUBINSON Kenneth A. y RUBINSON Judith F. (2001). *“Análisis Instrumental”*. Madrid-España. PEARSON EDUCACIÓN S.A.
- SALVADOR SAGRADO, EMILIO BONET, MARÍA JOSÉ MEDINA, YOLANDA MARTIN. (2005). *“Manual práctico de calidad en los laboratorios enfoque ISO 17025”*. España. segunda edición AENOR.
- SULLIVAN, WILLIAM G.; WICKS, ELIN M. y LUXHOJ, JAMES T. (2004). *“Ingeniería Económica de DeGarmo”*. México. Duodécima edición PEARSON EDUCACIÓN.
- VOGEL, ARTHUR. (1998). *“Química Analítica Cualitativa”*. Buenos Aires- Argentina. Sexta edición. Editorial Kapeluz.

ARTÍCULO

PERKIN ELMER. (2010). *“Espectroscopia de absorción Atómica”*. Lima.

TECSUP. (2008). *“Análisis de minerales por Absorción Atómica”*. Programa de Capacitación Continua. Lima.

XAVIER RIUS, ALICIA MAROTO. (2005). *“Validación de Métodos Analíticos”*. Departamento de Química Analítica y Química Orgánica. Instituto de Estudios Avanzados. UNIVERSIDAD ROVIRA I VIRGILI. Tarragona España.

PÁGINAS WEB

AGA. Recuperado de <https://www.aga.com.pe>

AGILENT THECNOLOGIES. (2012). Recuperado de <https://www.agilent.thwcnologies.com.pe>

GEOSTAST recuperado de <http://www.geostats.com.au>

INGEMMET. (2011). Laboratorio de Química Analítica. Recuperado de http://www.ingemmet.gob.pe/web/lab/disolucion_tecnicas_qa

IUPAC. Recuperado de <https://iupac.org>

MERCK. Recuperado de <http://www.merckmillipore.com>

SGS del Perú SAC. (2017). Recuperado de <http://WWW.SGS.COM>

TESIS

OCHOA LAINES, Orlando. (2010). *“Estudio del Método de Flash en el Análisis de Hierro por Absorción Atómica en la empresa GLOD FIELDS LA CIMA”*.

VALLEJOS LAURA, Michael. (2013). *“Análisis de cobre en soluciones 100-200 partes por millón por lectura directa por Absorción Atómica en la empresa LABPERU EIRL”*.

NORMA TÉCNICA

NORMA TÉCNICA NTP-ISO 5725:1994/COR 1-3 PERUANA. (2013). “*EXACTITUD (VERACIDAD Y PRECISIÓN) DE LOS MÉTODOS Y RESULTADOS DE MEDICIÓN*”. Perú.

NORMA TÉCNICA NTP-ISO/IEC 17025. (2006). “*REQUISITOS GENERALES PARA LA COMPETENCIA DE LOS LABORATORIOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN*”. Perú.

ANEXO N° 01

MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO

GEOSTATS PTY LTD
Sample and Assay Monitoring Services

Certified Base Metal Reference Material Product Code

GBM398-4

Certified Control Values

Base Metal Analyses					
Element	Grade	Standard Deviation	No of Analyses	Confidence Interval	
Nickel (ppm)	4071	187	104	+/- 36.5	
Copper (ppm)	3891	195	147	+/- 31.9	
Zinc (ppm)	5117	229	127	+/- 40.4	
Lead (ppm)	11714	776	122	+/- 139.7	
Arsenic (ppm)	12	9	72	+/- 2.1	
Cobalt (ppm)	1974	125	56	+/- 33.8	
Silver (ppm)	48.7	5.1	126	+/- 0.9	

CRM Details

<u>Control Statistic Details</u>	<u>Neutron Activation Analysis Results (ppm)</u>
Control statistics were produced from results accumulated in the: <u>April-1998</u> Geostats Pty Ltd Laboratory Round Robin Program. <u>56</u> laboratories (at least) tested this material for base metal content. <u>1</u> laboratories tested this material using Neutron Activation Analysis.	Antimony 12.25 Arsenic 6.925 Barium -100 Bromine 1.56 Cadmium nr Cerium 9.52 Caesium 24.9 Chromium 2050 Cobalt 2010 Europium -0.5 Gold ppb 166 Hafnium 22.3 Iridium ppb -20 Iron % 4.69 Lanthanum 3.73 Lutetium -0.3 Molybendum 847.5 Nickel nr Rubidium 686.5 Samarium 1.33 Scandium 7.255 Selenium -5 Sodium % 1.465 Tantalum -2 Tellurium -10 Terbium nr Thorium 1.25 Tin nr Tungsten 4.21 Uranium <2 Ytterbium 1.4 Zinc 4725 Zirconium 743 Calcium% 1.54 Potassium % 2.91 Silver 45 Mercury nr Neodymium nr Strontium nr
<u>Source Material</u> Prior to homogenisation and testing, this material was sourced from Low grade Cu,Pb,Zn from surface with laterite	
<u>Colour Designation</u> Pale reddish brown	
<u>Usage</u> This product is for use in the mining industry as reference materials for monitoring and testing the accuracy of laboratory assaying.	
<u>Preparation and Packaging</u> All standards are dried in an oven for a minimum of 12 hours at 110C. The dry material is then pulverised to better than 75 micron (nominal mean of 45 micron) using an Air Classifier. The material is then homogenised and stored in a sealed, stable container ready for final packaging. Materials are statistically sampled from stores, then packaged into either heat sealed, air tight, plastic pulp packets or screw top sealed plastic containers ready for distribution. All packaging has been chosen to ensure minimal contamination from outside sources during shipment, use and storage.	
<u>Assay Testwork</u> All standards are tested thoroughly in the Geostats bi-annual laboratory survey. This involves assaying by a minimum of 50 reputable laboratories selected from across the world using a variety of methods (including AR, 3AD, 4AD and ICP, AAS and XRF). Results are compiled into a comprehensive report detailing statistics for each standard. Assay distributions are checked and processed statistically, producing monitoring statistics for these standards. Materials are tested regularly to ensure stability and homogeneity.	

10A Marsh Close, O'Connor, Western Australia 6163
Phone : +61 8 9314 2566, Fax : +61 8 9314 3699
e-mail : pjh@geostats.com.au, srr@geostats.com.au
Website http://www.geostats.com.au

GBM398-4

Geostats Pty Ltd, Certified Base Metal Reference Material, Product Code :

GEOSTATS PTY LTD
Mining Industry Consultants
Reference Material Manufacture and Sales

Certified Geochem Base Metal Reference Material Product Code

GBM302-5

Certified Control Values

Element	Grade	Standard Deviation	Num of Analyses	Confidence Interval
Nickel (ppm)	498	42	104	+/- 8.1
Copper (ppm)	1059	68	129	+/- 11.9
Zinc (ppm)	359	24	111	+/- 4.5
Lead (ppm)	239	14	105	+/- 2.8
Arsenic (ppm)	1873	125	101	+/- 24.7
Cobalt (ppm)	50	5	96	+/- 1
Silver (ppm)	1.8	0.4	95	+/- 0.1

CRM Details

<u>Control Statistic Details</u>	<u>Neutron Activation Analysis Results (ppm, unless otherwise noted)</u>	<u>Major Elements by Fusion / XRF (%)</u>	
Control statistics were produced from results accumulated in the April-2002 & April-2008 round robins. The number of results used to certify each analyte is shown in the table above.	Antimony 194.5	Fe	nr
	Arsenic 1910	SiO ₂	nr
	Barium 420.5	Al ₂ O ₃	nr
	Bromine 4.675	TiO ₂	nr
	Cadmium <5	MnO	nr
	Caesium 4.605	CaO	nr
	Calcium (%) 1.99	P	nr
	Cerium 27.4	S MgO	nr
	Chromium 720.5	K ₂ O	nr
	Cobalt 50.6	Na ₂ O	nr
	Europium 0.81	LOI1000	nr
	Gold (ppb) 3115		nr
	Hafnium 5.49		
	Iridium (ppb) <50		
	Iron (%) 9,395	Neutron Activation Analyses and Fusion / XRF Analyses are single results and are indicative only. These are provided for matrix identification purposes.	
	Lanthanum 15.55		
	Lutetium 0.37	'nr': Not Reported	
	Mercury nr		
	Molybdenum <2		
	Neodymium nr		
	Nickel 530		
	Potassium (%) 1.37		
	Rubidium 59.75		
	Samarium 3,385		
	Scandium 22.3		
	Selenium <5		
	Silver Sodium 1		
	(%) Strontium 0.867		
	Tantalum nr		
	Tellurium 1.1		
	Terbium <30		
	Thorium <0.5		
	Tin 4.53		
	Tungsten <220		
	Uranium 40.7		
	Ytterbium 1.6		
	Zinc 1.53		
	Zirconium 372		
	<200		
<u>Material Description</u> This material is described as a Composite Gold Ores.			
<u>Colour Designation (ISCC-NBS, SP440)</u> This material is pale yellowish brown in colour.			
<u>Usage</u> This product is for use in the mining industry as a reference material for monitoring and testing the accuracy of laboratory assaying.			
<u>Preparation and Packaging</u> All CRMs are dried in an oven for a minimum of 12 hours at 110°C. The dry material is then pulverised to better than 75 micron (nominal mean of 45 micron) using an air classifier. The material is then homogenised and stored in a sealed, stable container ready for final packaging. Materials are statistically sampled from stores, then packaged into either heat sealed, air tight, plastic pulp packets or screw top sealed plastic containers ready for distribution. All packaging has been chosen to ensure minimal contamination from outside sources during shipment, use and storage.			
<u>Assay Testwork</u> All standards are tested thoroughly in the Geostats bi-annual laboratory survey. This involves assaying by multiple laboratories from around the world. Results are compiled into a comprehensive report detailing statistics for each standard. Assay distributions are checked and processed statistically, producing monitoring statistics for these standards. Materials are tested regularly to ensure stability and homogeneity.			
<u>Stability</u> This product remains stable in its original packaging, away from direct sunlight.			
<u>Material Safety</u> This product is not hazardous and non-toxic.			

ANEXO N° 02

**HOJAS DE SEGURIDAD DE REACTIVOS
UTILIZADOS**



HOJA DE SEGURIDAD

SECCIÓN I			
IDENTIFICACIÓN DEL PRODUCTO E INFORMACIÓN DEL FABRICANTE			
NOMBRE COMERCIAL DE LA SUSTANCIA		Ácido Clorhídrico Técnico	
NOMBRE COMÚN O GENÉRICO		Ácido Clorhídrico	
NOMBRE DE LA COMPAÑÍA FABRICANTE		QUMICA S.A	
DIRECCIÓN DEL FABRICANTE		Egipto 3516 Montevideo	
N° DE TELEFONO	23111902	N° DE FAX	1722
SECCIÓN II			
COMPOSICIÓN E INFORMACIÓN SOBRE LOS INGREDIENTES PELIGROSOS			
NOMBRE COMÚN O GENÉRICO DEL COMPONENTE PELIGROSO (adjunte hojas si es necesario)		%(especificar)	N° DE CAS
Ácido Clorhídrico		30-33%	7647-01-0
SECCIÓN III			
IDENTIFICACIÓN DE LOS RIESGOS Y EFECTOS POR EXPOSICIÓN			
EFECTO POR:	DETALLE		
INHALACIÓN	La inhalación de los vapores puede producir tos, asfixia, inflamación de la nariz, garganta y tracto respiratorio superior y en casos severos, edema pulmonar, fallo circulatorio y muerte.		
INGESTIÓN	La ingestión de ácido clorhídrico puede causar dolor inmediato y quemaduras en la boca, garganta, esófago y tracto gastrointestinal. Puede causar náuseas, vómitos y diarrea. La ingestión puede ser fatal.		
CONTACTO CON LOS OJOS	Los vapores son irritantes y pueden causar daño ocular. El contacto puede causar severas quemaduras y daño ocular permanente.		
CONTACTO CON LA PIEL	Corrosivo. Puede causar enrojecimiento, dolor y quemaduras severas de la piel. Las soluciones concentradas causan úlceras profundas y decoloración de la piel.		
SECCIÓN IV			
PRIMEROS AUXILIOS			
CONTACTO OCULAR	Lave bien los ojos inmediatamente al menos durante 15 minutos, elevando los párpados superior e inferior ocasionalmente para garantizar la remoción del químico. Busque atención médica inmediata.		
CONTACTO DÉRMICO	Lave la piel inmediatamente con abundante agua y jabón por lo menos durante 15 minutos mientras se retira la ropa y zapatos contaminados. Busque atención médica inmediata.		
INHALACIÓN	Trasladar a la víctima al aire libre. Si la respiración es difícil, suministrar oxígeno.		
INGESTIÓN	¡No induzca el vómito! Administre grandes cantidades de agua o leche si se encuentra disponible y si la víctima está consciente. Nunca administre nada por la boca a una persona inconsciente. Buscar atención médica inmediata.		
RECOMENDACIONES	En caso de malestar, acuda inmediatamente al médico. Si es posible, muéstrele la etiqueta del producto.		

SECCIÓN V	
MEDIDAS CONTRA EL FUEGO	
CARACTERISTICAS INFLAMABLES	El calor extremo o el contacto con metales puede liberar gas de hidrogeno inflamable. No es considerado peligro de explosión.
LÍMITES DE INFLAMABILIDAD (SI EXISTEN)	No corresponde
AGENTES EXTINTORES	Espuma, polvo químico seco o dióxido de carbono. El agua se puede utilizar en fuegos mayores.
RECOMENDACIONES Y EQUIPO DE PROTECCIÓN PARA COMBATIR FUEGO	Enfríe los tanques con pulverizadores de agua por mucho tiempo, aun después de que el incendio se haya extinguido. Use máscara de protección respiratoria completa, con suministro de aire autónomo y ropa protectora para productos corrosivos. La ropa protectora de los bomberos de estructuras no es efectiva para incendios donde está presente el Ácido Clorhídrico. Manténgase alejado de los extremos de los tanques.
PRODUCTOS PELIGROSOS POR COMBUSTIÓN	El calor extremo o el contacto con metales puede liberar gas de hidrogeno inflamable.
SECCIÓN VI	
MEDIDAS EN CASO DE DERRAME O FUGA	
Atención de derrames y de fugas Aislar y ventilar el área. No tocar el material derramado. Evite la entrada de personal innecesario y no protegido. Se debe utilizar gafas químicas, guantes, ropa resistente a corrosivos y protección respiratoria con filtro para vapores de cloro. Contener y recuperar el líquido cuando sea posible. No elimine en drenajes. Recoger con equipo adecuado, lavar remanente con abundante agua. Neutralice lentamente con material alcalino (hidróxido de sodio, cal o carbonato) y luego absorba con un material inerte (vermiculita, arena seca, tierra) y coloque en un recipiente para desechos químicos. No use materiales combustibles como el aserrín.	
SECCIÓN VII	
MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO	
TEMPERATURA ALMACENAMIENTO	Almacenar a temperatura ambiente.
CONDICIONES ALMACENAMIENTO	Almacenar en un lugar ventilado, fresco y seco y alejado de agentes incompatibles. Lejos de fuentes de calor, ignición y de la acción directa de los rayos solares. Separar de materiales incompatibles tales como agentes oxidantes, reductores y bases fuertes. Rotular los recipientes adecuadamente y mantenerlos herméticamente cerrados. Proveer el lugar de un sistema de desagüe apropiado y con piso resistente a la corrosión. Se debe almacenar en embalaje de plástico especificado para tal uso. No puede ser metálico.
SECCIÓN VIII	
CONTROLES A LA EXPOSICIÓN Y EQUIPO DE PROTECCIÓN PERSONAL	
CONDICIONES DE VENTILACIÓN	Manipule en lugares con buena ventilación. De preferencia en Utilizar solamente dentro de una cabina química de humos.
EQUIPO DE PROTECCIÓN RESPIRATORIA	Respirador de cara completa con filtros para ácidos.
EQUIPO DE PROTECCIÓN OCULAR	Gafas químicas. Protección facial.
EQUIPO DE PROTECCIÓN DÉRMICA	Guantes neopreno, nitrilo/poliviril cloruro, polietileno clorado o caucho natural. Utilizar overol y botas de materiales resistentes.

SECCIÓN IX	
PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS	
OLOR Y APARIENCIA	Líquido humeante incoloro o amarillo claro con olor penetrante e irritante.
GRAVEDAD ESPECIFICA	1.18
SOLUBILIDAD EN AGUA Y OTROS DISOLVENTES	Soluble en agua, alcoholes, éter y benceno. Insoluble en hidrocarburos.
PUNTO DE FUSIÓN	-66 °C
PUNTO DE EBULLICIÓN	50°C
pH	0.1 (1N)
ESTADO DE AGREGACIÓN A 25°C Y 1 ATM.	Líquido
SECCIÓN X	
ESTABILIDAD Y REACTIVIDAD	
ESTABILIDAD	Estable bajo condiciones ordinarias de uso y almacenamiento. Los recipientes pueden explotar cuando se calientan. Evitar calor y luz solar directa.
INCOMPATIBILIDAD	Agua, bases, aminas, metales alcalinos, flúor, ácido sulfúrico concentrado.
RIESGOS DE POLIMERIZACIÓN	No aplica
PRODUCTOS DE LA DESCOMPOSICIÓN PELIGROSOS	Emite vapores tóxicos de cloruro de hidrogeno cuando se calienta hasta la descomposición y reacciona con agua o vapor de agua para producir calor y vapores tóxicos y corrosivos. La descomposición térmica oxidativa produce vapores tóxicos de cloro y explosivo gas de hidrogeno.
SECCIÓN XI	
INFORMACIÓN SOBRE TOXICOLOGÍA	
DOSIS LETAL MEDIA ORAL o DÉRMICA (DL₅₀)	DL50 (oral, conejo) : 900 mg/kg
DOSIS LETAL MEDIA POR INHALACIÓN (CL₅₀)	CL50 (Inhalación, ratas) : 1324 ppm/1 hora
SECCIÓN XII	
INFORMACIÓN DE LOS EFECTOS SOBRE LA ECOLOGÍA	
El principal efecto en el medio acuático es la alteración del pH, el cual dependerá de la concentración del ácido. Este ácido se caracteriza por disociarse totalmente por lo tanto puede afectar significativamente las condiciones normales del medio acuático. Es mortal a concentraciones mayores de 25 mg/L. El producto en la superficie del suelo es biodegradable. Si se localiza dentro del suelo se puede filtrar a las fuentes de agua superficiales.	
SECCIÓN XIII	
CONSIDERACIONES SOBRE LA DISPOSICIÓN FINAL DEL PRODUCTO	
Instrucciones para la eliminación: Deseche el material residual en conformidad con la legislación	
SECCIÓN XIV	
INFORMACIÓN SOBRE EL TRANSPORTE	
Número ONU:1789 Clasificación: 8 Embalaje: II	
SECCIÓN XV	
INFORMACIÓN REGULATORIA	
Acuerdo para la facilitación del transporte de mercancías peligrosas en el Mercosur	
SECCIÓN XVI	
OTRA INFORMACIÓN	
No disponible	



HOJA DE SEGURIDAD

<u>SECCIÓN I</u>			
<u>IDENTIFICACIÓN DEL PRODUCTO E INFORMACIÓN DEL FABRICANTE</u>			
NOMBRE COMERCIAL DE LA SUSTANCIA		Ácido Nítrico 60%	
NOMBRE COMÚN O GENÉRICO		Ácido Nítrico	
NOMBRE DE LA COMPAÑÍA FABRICANTE		QUMICA S.A	
DIRECCIÓN DEL FABRICANTE		Egipto 3516 Montevideo	
N° DE TELEFONO	23111902	N° DE FAX	1722
<u>SECCIÓN II</u>			
<u>COMPOSICIÓN E INFORMACIÓN SOBRE LOS INGREDIENTES PELIGROSOS</u>			
NOMBRE COMÚN O GENÉRICO DEL COMPONENTE PELIGROSO (adjunte hojas si es necesario)		%(especificar)	N° DE CAS
Ácido Nítrico		60,0	7697-37-2
<u>SECCIÓN III</u>			
<u>IDENTIFICACIÓN DE LOS RIESGOS Y EFECTOS POR EXPOSICIÓN</u>			
EFECTO POR:	DETALLE		
INHALACIÓN	La inhalación aguda de este producto produce estornudos, ronquera, laringitis, problemas para respirar, irritación del tracto respiratorio y dolor del tórax. En casos extremos se presenta sangrado de nariz, ulceración de las mucosas de la nariz y la boca, edema pulmonar, bronquitis crónica y neumonía. Signos severos de intoxicación se presentan de 5 a 48 horas después de la exposición, habiendo respirado como mínimo 25 ppm en un periodo de 8 h. Se han informado, incluso, de muertes inmediatamente después de una exposición seria a vapores de NO ₂ . También causa erosión de los dientes bajo periodos prolongados de exposición.		
INGESTIÓN	Este ácido es muy corrosivo y puede destruir los tejidos gastrointestinales. Los principales síntomas de una intoxicación por ingestión de este ácido son: salivación, sed intensa, dificultad para tragar, dolor y shock. Se producen quemaduras en la boca, esófago y estómago, hay dolor estomacal y debilitamiento. En caso de vómito, este generalmente es café. Si la cantidad ingerida es grande puede presentarse un colapso respiratorio.		
CONTACTO CON LOS OJOS	Produce irritación, dolor, lagrimeo, erosión de la córnea e incluso, ceguera.		
CONTACTO CON LA PIEL	Para la piel, es peligroso tanto líquido como en forma de vapor. Causa quemaduras severas, la piel adquiere un color amarillo y se presenta dolor y dermatitis.		
<u>SECCIÓN IV</u>			
<u>PRIMEROS AUXILIOS</u>			
CONTACTO OCULAR	Lavar los ojos con abundante agua tibia corriente hasta su eliminación total. Obtenga atención médica inmediatamente.		
CONTACTO DÉRMICO	Lavar cuidadosamente el área afectada con agua corriente de manera abundante. Obtenga atención médica inmediatamente.		
INHALACIÓN	Evaluar los signos vitales: pulso y velocidad de respiración. Detectar cualquier trauma. En caso de que la víctima no tenga pulso, proporcionar rehabilitación cardiopulmonar; si no hay respiración, dar respiración artificial y si esta es dificultosa, suministrar oxígeno y sentarla. Obtenga atención médica inmediatamente.		

INGESTIÓN	Proceder como en el caso de inhalación si hay inconsciencia. Si la víctima está consciente, lavar la boca con agua corriente, sin que sea ingerida. No inducir el vómito ni tratar de neutralizarlo. El carbón activado no tiene efecto. Dar a la víctima agua o leche, solo si se encuentra consciente: niños mayores de 1 año, ½ taza; niños de 1 a 12 años, ¾ de taza y adultos, 1 taza. Continuar tomando agua aproximadamente una cucharada cada 10 minutos. En todos los casos de exposición, el paciente debe ser transportado al hospital tan pronto como sea posible. Obtenga atención médica inmediatamente.
RECOMENDACIONES	En caso de malestar, acuda inmediatamente al médico. Si es posible, muéstrele la etiqueta del producto.

SECCIÓN V

MEDIDAS CONTRA EL FUEGO

CARACTERÍSTICAS INFLAMABLES	No combustible. Comburente.
LÍMITES DE INFLAMABILIDAD (SI EXISTEN)	No aplica
AGENTES EXTINTORES	Cortinas de agua para absorber gases y humos y para refrigerar equipos y contenedores expuestos al fuego. Utilizar agua pulverizada o Dióxido de carbono para combatir el incendio.
RECOMENDACIONES Y EQUIPO DE PROTECCIÓN PARA COMBATIR FUEGO	Equipo de respiración autónoma, gafas o pantalla. Guantes y botas de goma o PVC. Traje de tipo antiácido. Evacuar y aislar el área afectada. Ventilar las áreas cerradas antes de entrar. Mover los recipientes del área si no existe riesgo. Rociar agua a los recipientes que están expuestos al fuego, hasta que éste se extinga.
PRODUCTOS PELIGROSOS POR COMBUSTIÓN	Vapores tóxicos

SECCIÓN VI

MEDIDAS EN CASO DE DERRAME O FUGA

Atención de derrames y de fugas
Ventilar el área y utilizar bata u overol, guantes, equipo de respiración y botas de seguridad, dependiendo de la magnitud del siniestro.
Mantener el material alejado de agua, para lo cual construir diques, en caso necesario, con sacos de arena, tierra o espuma de poliuretano.
Para absorber el derrame puede utilizarse mezcla de bicarbonato de sodio, cal sodada o hidróxido de calcio en relación 50:50, mezclando lenta y cuidadosamente, pues se desprende calor. Una vez neutralizado, lavar con agua. Para absorber el líquido también puede usarse arena o cemento, los cuales se deberán neutralizar posteriormente.
Rociar agua para bajar los vapores, el líquido generado en este paso, debe ser almacenado para su tratamiento posterior, pues corrosivo y tóxico.
Tanto el material derramado, el utilizado para absorber, contener y el generado al bajar vapores, debe ser neutralizado con cal, cal sodada o hidróxido de calcio, antes de desecharlos.

SECCIÓN VII

MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO

TEMPERATURA ALMACENAMIENTO	Temperatura ambiente
-----------------------------------	----------------------

CONDICIONES ALMACENAMIENTO	<p>El ácido nítrico se almacena en tanques de acero Inoxidable, el ácido nítrico ataca violentamente a varios metales incluyendo el acero al carbón. Almacene esta sustancia en un lugar fresco, seco y bien ventilado, lejos de los incompatibles, del agua, y protegida del calor y de la luz directa del sol. Es recomendable que el sitio de almacenaje cuente con pisos resistentes a ácidos y tenga un sistema de contención de derrames. Coloque señalamientos en los que se indique la peligrosidad de esta sustancia.</p> <p>En menores cantidades puede ser transportando en tambores y porrones de plástico. Proteja los contenedores de cualquier daño físico.</p>
-----------------------------------	--

SECCIÓN VIII

CONTROLES A LA EXPOSICIÓN Y EQUIPO DE PROTECCIÓN PERSONAL

CONDICIONES DE VENTILACIÓN	Asegurar una buena ventilación y renovación de aire del local.
EQUIPO DE PROTECCIÓN RESPIRATORIA	En caso de formarse vapores/aerosoles, usar equipo respiratorio adecuado.
EQUIPO DE PROTECCIÓN OCULAR	Utilice gafas resistentes a salpicaduras químicas o una pantalla facial.
EQUIPO DE PROTECCIÓN DÉRMICA	Utilice guantes, botas y overol de vinilo u otro material resistente.

SECCIÓN IX

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

OLOR Y APARIENCIA	Líquido, incoloro o ligeramente amarillento. Con olor acre y sofocante.
DENSIDAD RELATIVA	1,37 g/cm ³ (60%)
SOLUBILIDAD EN AGUA Y OTROS DISOLVENTES	Soluble en agua. Reacción violenta en etanol.
PUNTO DE FUSIÓN	-22°C (60%)
PUNTO DE EBULLICIÓN	116,4°C (60%)
pH	<1
ESTADO DE AGREGACIÓN A 25°C Y 1 ATM.	Líquido

SECCIÓN X

ESTABILIDAD Y REACTIVIDAD

ESTABILIDAD	Estable bajo condiciones ordinarias de uso y almacenamiento. Los recipientes pueden explotar cuando se calientan.
INCOMPATIBILIDAD	Sustancias inflamables. Compuestos oxidables. Disolventes orgánicos. Alcoholes. Aldehídos. Cetonas. Acetiluros. Ácidos. Aminas. Amoníaco. Anhídridos. Anilinas. Compuestos halogenados. Fosfuros. Halógenos. Halogenuros no metálicos. Hidracina y derivados. Hidruros. Litio siliciuro. Metales alcalinos. Metales alcalinotérreos. Metales y sus aleaciones. Nitrilos. Compuestos orgánicos de nitrógeno. Nitruros. No metales. Óxidos metálicos. Óxidos no metálicos. Peróxido de hidrógeno (agua oxigenada). Soluciones alcalinas.
RIESGOS DE POLIMERIZACIÓN	No aplica
PRODUCTOS DE LA DESCOMPOSICIÓN PELIGROSOS	Su exposición prolongada al aire puede originar la formación de vapores nitrosos. Los productos de su combustión son irritantes y pueden contener componentes tóxicos.

SECCIÓN XI

INFORMACIÓN SOBRE TOXICOLOGÍA

DOSIS LETAL MEDIA ORAL o DÉRMICA (DL₅₀)	LDL50 (oral, hombre): 430 mg/kg LD50 (oral, rata): 310-334 mg/kg
DOSIS LETAL MEDIA POR INHALACIÓN (CL₅₀)	LC50 (inhalación, rata): 0,13 mg/l/4h (NO ₂)
SECCIÓN XII	
INFORMACIÓN DE LOS EFECTOS SOBRE LA ECOLOGÍA	
Ecotoxicidad: Peces (Para Nitrato sódico) = 13000 mg/l Bacterias (Para Nitrato sódico) = 2500 mg/l;	
SECCIÓN XIII	
CONSIDERACIONES SOBRE LA DISPOSICIÓN FINAL DEL PRODUCTO	
. Instrucciones para la eliminación: Deseche el material residual en conformidad con la legislación	
SECCIÓN XIV	
INFORMACIÓN SOBRE EL TRANSPORTE	
Número ONU:2031 Clasificación: 8 + 5.1 Embalaje: I	
SECCIÓN XV	
INFORMACIÓN REGULATORIA	
Acuerdo para la facilitación del transporte de mercancías peligrosas en el Mercosur	
SECCIÓN XVI	
OTRA INFORMACIÓN	
No disponible	

HOJA DE SEGURIDAD

Identificación de la sustancia/preparado y de la sociedad o empresa

Identificación de la sustancia o del preparado

Denominación:

Acido Perclórico.

Uso de la sustancia o preparado:

Para usos de laboratorio, análisis, investigación y química fina.

Identificación de la sociedad o empresa:

CONTROL TÉCNICO Y REPRESENTACIONES, S.A. DE C.V.

Av. Lincoln No. 3410 Pte. Col. Mitras Norte

www.ctr.com.mx

Tels. (81) 8158 0600, 8158 0628, 8158 0633

e-mail : ctrscientific@infosel.net.mx

Apdo. Postal 044-C Monterrey N.L. C.P. 64320, México

Identificación de los peligros

Peligro de explosión en caso de calentamiento. Peligro de fuego en contacto con materias combustibles. Provoca quemaduras graves.

Composición/Información de los componentes

Solución acuosa Acido Perclórico 70%

Fórmula: HClO_4 M.=100,46

Primeros auxilios

Indicaciones generales:

En caso de pérdida del conocimiento nunca dar a beber ni provocar el vómito.

Inhalación:

Trasladar a la persona al aire libre. En caso de que persista el malestar, pedir atención médica.

Contacto con la piel:

Lavar abundantemente con agua. Quitarse las ropas contaminadas. Pedir inmediatamente atención médica.

Ojos: Lavar con agua abundante (mínimo durante 15 minutos), manteniendo los párpados abiertos. Pedir inmediatamente atención médica.

Ingestión: Beber agua abundante. Evitar el vómito (existe riesgo de perforación). Pedir inmediatamente atención médica. No neutralizer.

Medidas a tomar en caso de vertido accidental

Precauciones individuales:

No inhalar los vapores.

Precauciones para la protección del medio ambiente:

No permitir el paso al sistema de desagües. Evitar la contaminación del suelo, aguas y desagües.

Métodos de recogida/limpieza:

Recoger con materiales absorbentes o en su defecto arena o tierra seca y depositar en contenedores para residuos para su posterior eliminación de acuerdo con las normativas vigentes. Limpiar los restos con agua abundante.

Manipulación y almacenamiento

Manipulación: Mantener el lugar de trabajo y los instrumentos bien limpios. Posible formación de percloratos explosivos. Evitar que el producto se seque en lugares poco accesibles (p.ej. ranuras, baldosas, etc.). Conservación limitada.

Almacenamiento: Recipientes bien cerrados. En local bien ventilado. Almacenar por separado o en recinto exclusivamente destinado a sustancias que favorecen la ignición. Alejado de fuentes de ignición y calor. Refrigerado (inferior a 15°C). No almacenar en recipientes de metales ligeros.

Controles de exposición/protección personal

Medidas técnicas de protección:

Asegurar una buena ventilación y renovación de aire del local.

Control límite de exposición: -----

Protección respiratoria: En caso de formarse vapores/aerosoles, usar equipo respiratorio adecuado.

Protección de las manos: Usar guantes apropiados

Protección de los ojos: Usar gafas apropiadas.

Medidas de higiene particulares: Usar equipo de protección completo. Quitarse las ropas contaminadas. Lavarse manos y cara antes de las pausas y al finalizar el trabajo.

Controles de la exposición del medio ambiente: Cumplir con la legislación local vigente sobre protección del medio ambiente. El proveedor de los medios de protección debe especificar el tipo de protección que debe usarse para la manipulación del producto, indicando el tipo de material y, cuando proceda, el tiempo de penetración de dicho material, en relación con la cantidad y la duración de la exposición.

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD
de acuerdo al Reglamento (CE) No. 1907/2006

MERCK

Fecha de revisión 11.05.2017

Versión 1.1

SECCIÓN 1. Identificación de la sustancia o la mezcla y de la sociedad o la empresa

1.1 Identificador del producto

Artículo número 119786

Denominación Cobre solución patrón trazable a SRM de NIST $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ en HNO_3 0,5 mol/l
1000 mg/l Cu CertiPUR®

Número de registro REACH Este producto es una mezcla. Número de registro REACH véase sección 3.

1.2 Usos pertinentes identificados de la sustancia o de la mezcla y usos desaconejados

Usos identificados Análisis químico
Para informaciones adicionales a usos refiérase al portal Merck Chemicals (www.merckgroup.com); for USA/Canada www.emdgroup.com).

1.3 Datos del proveedor de la ficha de datos de seguridad

Compañía Merck KGaA * 64271 Darmstadt * Alemania * Tel: +49 6151 72-0
Representante regional Merck Peruana S.A. * Av. Los Frutales 220 * Lima 03 * Perú * Tel:
+51-1-618 7500 * Fax: +51-1-437 2955

1.4 Teléfono de emergencia En caso de urgencias: Acúdase al Centro de Salud más cercano.

SECCIÓN 2. Identificación de los peligros

2.1 Clasificación de la sustancia o de la mezcla

Clasificación (REGLAMENTO (CE) No 1272/2008)

Corrosivos para los metales, Categoría 1, H290

Irritación cutáneas, Categoría 2, H315

Irritación ocular, Categoría 2, H319

Toxicidad acuática crónica, Categoría 3, H412

Para el texto integro de las Declaraciones-H mencionadas en esta sección, véase la Sección 16.

2.2 Elementos de la etiqueta

Etiquetado (REGLAMENTO (CE) No 1272/2008)

Pictogramas de peligro



Palabra de advertencia
Atención

Indicaciones de peligro

H290 Puede ser corrosivo para los metales.

H315 Provoca irritación cutánea.

H319 Provoca irritación ocular grave.

H412 Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

Consejos de prudencia

Prevención

P273 Evitar su liberación al medio ambiente.

Intervención

P302 + P352 EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar con agua y jabón abundantes.

P305 + P351 + P338 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.

Etiquetado reducido (≤ 125 ml)

Pictogramas de peligro



Palabra de advertencia

Atención

Indicaciones de peligro

H412 Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

2.3 Otros peligros

Ninguno conocido.

SECCIÓN 3. Composición/información sobre los componentes

Naturaleza química

Solución nítrica.

3.1 Sustancia

No aplicable

3.2 Mezcla

Componentes peligrosos (REGLAMENTO (CE) No 1272/2008)

Nombre químico (Concentración)

No. CAS	Número de registro	Clasificación
---------	--------------------	---------------

Acido nítrico ($\geq 1\%$ - $< 5\%$)

La sustancia no cumple los criterios de PBT o mPmB según el Reglamento (CE) núm. 1907/2006, anexo XIII.

7697-37-2 *)

Cobre(II) nitrato ($\geq 0,25\%$ - $< 1\%$)

Líquido comburente, Categoría 2, H272

Corrosivos para los metales, Categoría 1, H290

Corrosión cutáneas, Categoría 1A, H314

3251-23-8 *)

Sólido comburente, Categoría 2, H272

Toxicidad aguda, Categoría 4, H302

Irritación cutánea, Categoría 2, H315

Irritación ocular, Categoría 2, H319

Toxicidad acuática aguda, Categoría 1, H400

Toxicidad acuática crónica, Categoría 1, H410

*) No hay disponible un número de registro para esta sustancia, ya que la sustancia o su uso están exentos del registro; según el artículo 2 del Reglamento REACH (CE) núm. 1097/2006, el tonelaje anual no requiere registro o dicho registro está previsto para una fecha posterior.

Para el texto íntegro de las Declaraciones-H mencionadas en esta sección, véase la Sección 16.

SECCIÓN 4. Primeros auxilios

4.1 Descripción de los

primeros auxilios Tras

inhalación: aire

fresco.

En caso de contacto con la piel: Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua/ducharse.

Tras contacto con los ojos: aclarar con abundante agua. Consultar al oftalmólogo. Retirar las lentillas.

Tras ingestión: hacer beber agua inmediatamente (máximo 2 vasos). Consultar a un médico.

4.2 Principales síntomas y efectos, agudos y retardados efectos irritantes, Tos, Insuficiencia respiratoria

Para nitritos/nitratos en general: methemoglobinemia tras absorción de grandes cantidades.

4.3 Indicación de toda atención médica y de los tratamientos especiales que deban dispensarse inmediatamente. No hay información disponible.

SECCIÓN 5. Medidas de lucha contra incendios

5.1 Medios de extinción

Medios de extinción apropiados

Usar medidas de extinción que sean apropiadas a las circunstancias del local y a sus alrededores.

Medios de extinción no apropiados

No existen limitaciones de agentes extinguidores para esta sustancia/mezcla.

5.2 Peligros específicos derivados de la sustancia o la mezcla No combustible.

Posibilidad de formación de vapores peligrosos por incendio en el entorno.

5.3 Recomendaciones para el personal de lucha contra incendios

Equipo de protección especial para el personal de lucha contra incendios

Permanencia en el área de riesgo sólo con sistemas de respiración artificiales e independientes del ambiente. Protección de la piel mediante observación de una distancia de seguridad y uso de ropa protectora adecuada.

Otros datos

Reprimir los gases/vapores/neblinas con agua pulverizada. Impedir la contaminación de las aguas superficiales o subterráneas por el agua que ha servido a la extinción de incendios.

SECCIÓN 6. Medidas en caso de vertido accidental

6.1 Precauciones personales, equipo de protección y procedimientos de emergencia

Indicaciones para el personal que no forma parte de los servicios de emergencia: No respirar los vapores, aerosoles. Evitar el contacto con la sustancia. Asegúrese una ventilación apropiada.

Evacúe el área de peligro, respete los procedimientos de emergencia, consulte con expertos.

Consejos para el personal de emergencia:

Equipo protector véase sección 8.

6.2 Precauciones relativas al medio ambiente

No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado.

6.3 Métodos y material de contención y de limpieza

Cubra las alcantarillas. Recoja, una y aspire los derrames. Observe posibles restricciones de materiales (véanse indicaciones en las secciones 7 o 10).

Recoger con material absorbente de líquidos y neutralizante, p. ej. con Chemizorb® H⁺ (art. Merck 101595). Proceder a la eliminación de los residuos. Aclarar. Añadir al material reciclable.

6.4 Referencia a otras secciones

Para indicaciones sobre el tratamiento de residuos, véase sección 13.

SECCIÓN 7. Manipulación y almacenamiento

7.1 Precauciones para una manipulación segura

Consejos para una manipulación segura

Observar las indicaciones de la etiqueta.

Medidas de higiene

Sustituir inmediatamente la ropa contaminada. Protección preventiva de la piel. Lavar cara y manos al término del trabajo.

7.2 Condiciones de almacenamiento seguro, incluidas posibles incompatibilidades Exigencias técnicas para almacenes y recipientes No usar recipientes metálicos.

Condiciones de almacenamiento Bien cerrado.

Temperatura de almacenaje recomendada indicada en la etiqueta del producto.

7.3 Usos específicos finales

Fuera de los usos indicados en la sección 1.2 no se previenen aplicación es finales adicionales.

SECCIÓN 8. Controles de exposición/protección individual

8.1 Parámetros de control

Ácido nítrico (7697-37-2)

PE OEL	Exposición de corta duración : (STEL)	4 ppm 10,4 mg/m ³
	Media Ponderada en el Tiempo (TWA)	2 ppm 5,2 mg/m ³

8.2 Controles de la exposición

Medidas de ingeniería

Medidas técnicas y observación de métodos adecuados de trabajo tienen prioridad ante el uso de equipos de protección personal.

Véase sección 7.1.

Medidas de protección individual

Los tipos de auxiliares para protección del cuerpo deben elegirse específicamente según el puesto de trabajo en función de la concentración y cantidad de la sustancia peligrosa. Debería aclararse con el suministrador la estabilidad de los medios protectores frente a los productos químicos.

Protección de los ojos / la cara

Gafas de seguridad

Protección de las manos Sumerción:

Material del guante: Caucho nitrilo

Espesor del guante: 0,11 mm

Salpicaduras:	tiempo de penetración:	> 480 min
	Material del guante:	Caucho nitrilo
	Espesor del guante:	0,11 mm
	tiempo de penetración:	> 480 min

Los guantes de protección indicados deben cumplir con las especificaciones de la Directiva 89/686/EEC y con su norma resultante EN374, por ejemplo KCL 741 Dermatrill® L (Sumerción), KCL 741 Dermatrill® L (Salpicaduras).

Los tiempos de ruptura mencionados anteriormente han sido determinados con muestras de material de los tipos de guantes recomendados en mediciones de laboratorio de KCL según EN374.

Esta recomendación solo es válida para el producto mencionado en la ficha de datos de seguridad, suministrado por nosotros y para el fin indicado. Al disolver o mezclar en otras sustancias y cuando las condiciones difieran de las indicadas en EN374, debe dirigirse al suministrador de guantes con distintivo CE (por ejem. KCL GmbH, D-36124 Eichenzell, Internet: www.kcl.de)

Otras medidas de protección prendas de protección

Protección respiratoria necesaria en presencia de vapores/aerosoles.

Tipo de Filtro recomendado: filtro ABEK

El empresario debe garantizar que el mantenimiento, la limpieza y la prueba técnica de los protectores respiratorios se hagan según las instrucciones del productor de las mismas. Estas medidas deben ser documentadas debidamente.

Controles de exposición medioambiental

No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado.

SECCIÓN 9. Propiedades físicas y químicas

9.1 Información sobre propiedades físicas y químicas básicas

Forma	líquido
Color	azul
Olor	inodoro
Umbral olfativo	No aplicable
pH	aprox. 0,5 a 20 °C
Punto de fusión	No hay información disponible.
Punto de ebullición	No hay información disponible.
Punto de inflamación	No aplicable
Tasa de evaporación	No hay información disponible.
Inflamabilidad (sólido, gas)	No hay información disponible.
Límite de explosión, inferior	No hay información disponible.
Límite superior de explosividad	No hay información disponible.
Presión de vapor	No hay información disponible.
Densidad relativa del vapor	No hay información disponible.
Densidad	aprox.1,014 g/cm ³ a 20 °C
Densidad relativa	No hay información disponible.
Solubilidad en agua	a 20 °C soluble
Coefficiente de reparto noctanol/agua	No hay información disponible.

Temperatura de auto-inflamación	No hay información disponible.
Temperatura de descomposición	No hay información disponible.
Viscosidad, dinámica	No hay información disponible.
Propiedades explosivas	No clasificado/a como explosivo/a.
Propiedades comburentes	ningún
9.2 Otros datos	
Corrosión	Puede ser corrosivo para los metales.

SECCIÓN 10. Estabilidad y reactividad

10.1 Reactividad

Véase sección 10.3

10.2 Estabilidad química

El producto es químicamente estable bajo condiciones normales (a temperatura ambiental).

10.3 Posibilidad de reacciones peligrosas

Desprendimiento de gases o vapores peligrosos con:

Metales, aleaciones metálicas

Liberación de: gases nitrosos, Hidrógeno

capacidad de reacción potenciada con:

compuestos oxidables, solvente orgánico, Metales alcalinos, Metales alcalinotérreos,

Amoniaco, Álcalis, ácidos. Posibles reacciones violentas con:

Los reaccionantes con agua habituales.

10.4 Condiciones que deben evitarse información no disponible

10.5 Materiales incompatibles Metales, aleaciones metálicas

10.6 Productos de descomposición peligrosos en caso de incendio: véase sección 5.

SECCIÓN 11. Información toxicológica

11.1 Información sobre los efectos toxicológicos

Mezcla

Toxicidad oral aguda

Síntomas: Irritaciones de las mucosas en la boca, garganta, esófago y tracto estomagointestinal.

Toxicidad aguda por inhalación

Síntomas: Consecuencias posibles: irritación de las mucosas

Toxicidad cutánea aguda Esta información no está disponible.

Irritación de la piel Mezcla provoca irritación cutánea.

Irritación ocular Mezcla provoca irritación ocular grave.

Sensibilización Esta información no está disponible.

Mutagenicidad en células germinales Esta información no está disponible.

Carcinogenicidad Esta información no está disponible.

Toxicidad para la reproducción Esta información no está disponible.

Teratogenicidad Esta información no está disponible.

Toxicidad específica en determinados órganos - exposición única Esta información no está disponible.

Toxicidad específica en determinados órganos - exposiciones repetidas Esta información no está disponible.

Peligro de aspiración Esta información no está disponible.

11.2 Otros datos

Para nitritos/nitratos en general: methemoglobinemia tras absorción de grandes cantidades.

Las otras propiedades peligrosas no pueden ser excluidas.

Manipular con las precauciones de higiene industrial adecuadas, y respetar las prácticas de seguridad.

Componentes

Ácido nítrico

Irritación de la piel

Conejo

Resultado: Provoca quemaduras graves.
(IUCLID)

Irritación ocular

Conejo

Resultado: Provoca quemaduras.
(IUCLID)

Mutagenicidad en células germinales

Genotoxicidad in vitro

Prueba de Ames

Salmonella typhimurium

Resultado: negativo

Método: OECD TG 471

Cobre(II) nitrato

Toxicidad oral aguda

DL50 Rata: 940 mg/kg

Irritación de la piel

Conejo

Resultado: Irritaciones

Directrices de ensayo 404 del OECD

Irritación ocular

Conejo

Resultado: irritante

Directrices de ensayo 405 del OECD

Sensibilización

Prueba de Maximización Conejillo de indias

Resultado: negativo

Método: Directrices de ensayo 406 del OECD

SECCIÓN 12. Información ecológica

Mezcla

12.1 Toxicidad No hay información disponible.

12.2 Persistencia y degradabilidad No hay información disponible.

12.3 Potencial de bioacumulación No hay información disponible.

12.4 Movilidad en el suelo No hay información disponible.

12.5 Resultados de la valoración PBT y mPmB

La(s) sustancia(s) en la mezcla no cumplen los criterios de PBT o mPMB según el Reglamento (CE) núm. 1907/2006, anexo XIII.

12.6 Otros efectos adversos

La descarga en el ambiente debe ser evitada.

Componentes

Ácido nítrico

Toxicidad para los peces

CL50 *Gambusia affinis* (Pez mosquito): 72 mg/l; 96 h (IUCLID)

Biodegradabilidad

Los métodos para la determinación de la degradabilidad biológica no son aplicables para las sustancias inorgánicas.

Coefficiente de reparto n-octanol/agua

log Pow: -2,3

Directrices de ensayo 107 del OECD

No es de esperar una bioacumulación.

La sustancia no cumple los criterios de PBT o mPMB según el Reglamento (CE) núm. 1907/2006, anexo XIII.

Constante de Henry

2482 Pa·m³/mol

Método: (calculado)

(Literatura) Se reparte preferentemente en el aire.

Cobre(II) nitrato

Toxicidad para los peces

CL50 peces: 0,29 mg/l; 96 h

(HSDB)

Biodegradabilidad

Los métodos para la determinación de la degradabilidad biológica no son aplicables para las sustancias inorgánicas.

SECCIÓN 13. Consideraciones relativas a la eliminación

Métodos para el tratamiento de residuos

Los residuos deben eliminarse de acuerdo con normativas locales y nacionales. Deje los productos químicos en sus recipientes originales. No los mezcle con otros residuos. Maneje los recipientes sucios como el propio producto.

Consulte en www.retrologistik.com sobre procesos relativos a la devolución de productos químicos o recipientes, o contáctenos si tiene más preguntas.

SECCIÓN 14. Información relativa al transporte

Transporte por carretera (ADR/RID)

14.1 Número ONU	UN 3264
14.2 Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas	Líquido inorgánico corrosivo, ácido, n.e.p. (CONT. NITRIC ACID SOLUTION)
14.3 Clase	8
14.4 Grupo de embalaje	III
14.5 Peligrosas ambientalmente	--
14.6 Precauciones particulares para los usuarios	si
Código de restricciones en túneles	E
Transporte fluvial (ADN)	
No relevante	
Transporte aéreo (IATA)	
14.1 Número ONU	UN 3264

14.2 Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas	CORROSIVE LIQUID, ACIDIC, INORGANIC, N.O.S. (CONT. NITRIC ACID SOLUTION)
14.3 Clase	8
14.4 Grupo de embalaje	III
14.5 Peligrosas ambientalmente --	
14.6 Precauciones particulares para los usuarios	no
Transporte marítimo (IMDG)	
14.1 Número ONU	UN 3264
14.2 Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas	CORROSIVE LIQUID, ACIDIC, INORGANIC, N.O.S. (CONT. NITRIC ACID NOT MORE THAN 5%)
14.3 Clase	8
14.4 Grupo de embalaje	III
14.5 Peligrosas ambientalmente --	
14.6 Precauciones particulares para los usuarios	si
EmS	F-A S-B
14.7 Transporte a granel con arreglo al anexo II del Convenio Marpol 73/78 y del Código IBC No relevante	

SECCIÓN 15. Información reglamentaria

15.1 Reglamentación y legislación en materia de seguridad, salud y medio ambiente específicas para la sustancia o la mezcla

Legislación nacional
Clase de almacenamiento 8B

15.2 Evaluación de la seguridad química

Para éste producto no se realizó una valoración de la seguridad química.

SECCIÓN 16. Otra información

Texto íntegro de las Declaraciones-H referidas en las secciones 2 y 3.

H272	Puede agravar un incendio; comburente.
H290	Puede ser corrosivo para los metales.
H302	Nocivo en caso de ingestión.
H314	Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.
H315	Provoca irritación cutánea.
H319	Provoca irritación ocular grave.
H400	Muy tóxico para los organismos acuáticos.
H410	Muy tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.
H412	Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

Consejos relativos a la formación

Debe disponer a los trabajadores la información y la formación práctica suficientes.

Etiquetado
Pictogramas de peligro



Palabra de advertencia
Atención

Indicaciones de peligro

H290 Puede ser corrosivo para los metales.

H315 Provoca irritación cutánea.

H319 Provoca irritación ocular grave.

H412 Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

Consejos de prudencia

Prevención

P273 Evitar su liberación al medio ambiente.

Intervención

P302 + P352 EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar con agua y jabón abundantes.

P305 + P351 + P338 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.

P313 Consultar a un médico.

Una explicación de las abreviaturas y los acrónimos utilizados en la ficha de datos de seguridad

Puede consultar las abreviaturas y acrónimos utilizados en www.wikipedia.org.

El dato suministrado en ésta ficha de seguridad se basan a nuestro actual conocimiento. Describen tan sólo las medidas de seguridad en el manejo de éste producto y no representan una garantía sobre las propiedades descritas del mismo.

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD
de acuerdo al Reglamento (CE) No. 1907/2006

MERCK

Fecha de revisión 15.06.2017

Versión 1.3

SECCIÓN 1. Identificación de la sustancia o la mezcla y de la sociedad o la empresa

1.1 Identificador del producto

Artículo número 119776

Denominación Plomo solución patrón trazable a SRM de NIST $Pb(NO_3)_2$ en HNO_3 0,5 mol/l
1000 mg/l Pb CertiPUR®

Número de registro REACH Este producto es una mezcla. Número de registro REACH véase sección 3.

1.2 Usos pertinentes identificados de la sustancia o de la mezcla y usos
desaconsejados

Usos identificados Análisis químico
Para informaciones adicionales a usos refiérase al portal Merck
Chemicals (www.merckgroup.com); for
USA/Canada www.emdgroup.com).

1.3 Datos del proveedor de la ficha de datos de seguridad

Compañía Merck KGaA * 64271 Darmstadt * Alemania * Tel: +49 6151 72-0
Representante regional Merck Peruana S.A. * Av. Los Frutales 220 * Lima 03 * Perú * Tel:
+51-1-618 7500 * Fax: +51-1-437 2955

1.4 Teléfono de emergencia En caso de urgencias: Acúdase al Centro de Salud más cercano.

SECCIÓN 2. Identificación de los peligros

2.1 Clasificación de la sustancia o de la mezcla

Clasificación (REGLAMENTO (CE) No 1272/2008)

Corrosivos para los metales, Categoría 1, H290

Irritación cutáneas, Categoría 2, H315

Irritación ocular, Categoría 2, H319

Toxicidad acuática crónica, Categoría 3, H412

Para el texto integro de las Declaraciones-H mencionadas en esta sección,
véase la Sección 16.

2.2 Elementos de la etiqueta

Etiquetado (REGLAMENTO (CE) No 1272/2008)

Pictogramas de peligro



Palabra de advertencia
Atención

Indicaciones de peligro

H290 Puede ser corrosivo para los metales.

H315 Provoca irritación cutánea.

H319 Provoca irritación ocular grave.

H412 Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

Consejos de prudencia

Prevención

P273 Evitar su liberación al medio ambiente.

Intervención

P302 + P352 EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar con agua y jabón abundantes.

P305 + P351 + P338 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.

Etiquetado reducido (≤ 125 ml)

Pictogramas de peligro



Palabra de advertencia

Atención

Indicaciones de peligro

H412 Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

2.3 Otros peligros

Ninguno conocido.

SECCIÓN 3. Composición/información sobre los componentes

Naturaleza química

Solución acuosa.

3.1 Sustancia

No aplicable

3.2 Mezcla

Componentes peligrosos (REGLAMENTO (CE) No 1272/2008)

Nombre químico (Concentración)

No. CAS	Número de registro	Clasificación
---------	--------------------	---------------

Ácido nítrico ($\geq 1\%$ - $< 5\%$)

La sustancia no cumple los criterios de PBT o mPmB según el Reglamento (CE) núm. 1907/2006, anexo XIII.

7697-37-2 *)

Plomo(II) nitrato ($\geq 0,25\%$ - $< 1\%$)

Líquido comburente, Categoría 2, H272
Corrosivos para los metales, Categoría 1, H290
Corrosión cutáneas, Categoría 1A, H314

10099-74-8 *)

Sólido comburente, Categoría 2, H272
Toxicidad aguda, Categoría 4, H302
Toxicidad aguda, Categoría 4, H332
Lesiones oculares graves, Categoría 1, H318
Toxicidad para la reproducción, Categoría 1A, H360Df
Toxicidad específica en determinados órganos - exposiciones repetidas, Categoría 1, H372
Toxicidad acuática aguda, Categoría 1, H400
Toxicidad acuática crónica, Categoría 1, H410

Factor-M: 10

*) No hay disponible un número de registro para esta sustancia, ya que la sustancia o su uso están exentos del registro; según el artículo 2 del Reglamento REACH (CE) núm. 1097/2006, el tonelaje anual no requiere registro o dicho registro está previsto para una fecha posterior.

Para el texto íntegro de las Declaraciones-H mencionadas en esta sección, véase la Sección 16.

SECCIÓN 4. Primeros auxilios

4.1 Descripción de los primeros auxilios Tras inhalación: aire fresco.

En caso de contacto con la piel: Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua/ducharse.

Tras contacto con los ojos: aclarar con abundante agua. Llamar inmediatamente al oftalmólogo.

Tras ingestión: hacer beber agua inmediatamente (máximo 2 vasos). Consultar a un médico.

4.2 Principales síntomas y efectos, agudos y retardados efectos irritantes

Para nitritos/nitratos en general: methemoglobinemia tras absorción de grandes cantidades.

Para compuestos de plomo en general: debido a la dificultosa absorción por la mucosa gastrointestinal, solo grandes dosis conducen a casos de toxicidad aguda. Tras un tiempo latente de varias horas, se presentan sabor metálico, náuseas, vómitos y cólicos seguidos con frecuencia por choc. Asimilación crónica de la sustancia produce debilidad muscular, anemias y trastornos del sistema nervioso central. Mujeres en edad de ser madre, no deberían someterse prolongadamente a la acción del producto (observar el nivel de emanaciones).

4.3 Indicación de toda atención médica y de los tratamientos especiales que deban dispensarse inmediatamente

No hay información disponible.

SECCIÓN 5. Medidas de lucha contra incendios

5.1 Medios de extinción

Medios de extinción apropiados

Usar medidas de extinción que sean apropiadas a las circunstancias del local y a sus alrededores.

Medios de extinción no apropiados

No existen limitaciones de agentes extinguidores para esta sustancia/mezcla.

5.2 Peligros específicos derivados de la sustancia o la mezcla No combustible.

Posibilidad de formación de vapores peligrosos por incendio en el entorno.

5.3 Recomendaciones para el personal de lucha contra incendios

Equipo de protección especial para el personal de lucha contra incendios

Permanencia en el área de riesgo sólo con sistemas de respiración artificiales e

independientes del ambiente. Protección de la piel mediante observación de una distancia de seguridad y uso de ropa protectora adecuada.

SECCIÓN 6. Medidas en caso de vertido accidental

6.1 Precauciones personales, equipo de protección y procedimientos de emergencia

Indicaciones para el personal que no forma parte de los servicios de emergencia: No respirar los vapores, aerosoles. Evitar el contacto con la sustancia. Asegúrese una ventilación apropiada.

Evacúe el área de peligro, respete los procedimientos de emergencia, consulte con expertos.

Consejos para el personal de emergencia:

Equipo protector véase sección 8.

6.2 Precauciones relativas al medio ambiente

No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado.

6.3 Métodos y material de contención y de limpieza

Observe posibles restricciones de materiales (véanse indicaciones en las secciones 7 o 10).
Recoger con material absorbente de líquidos y neutralizante, p. ej. con Chemizorb® H⁺ (art. Merck 101595). Proceder a la eliminación de los residuos. Aclarar.

6.4 Referencia a otras secciones

Para indicaciones sobre el tratamiento de residuos, véase sección 13.

SECCIÓN 7. Manipulación y almacenamiento

7.1 Precauciones para una manipulación segura

Consejos para una manipulación segura

Observar las indicaciones de la etiqueta.

Medidas de higiene

Sustituir inmediatamente la ropa contaminada. Protección preventiva de la piel. Lavar cara y manos al término del trabajo.

7.2 Condiciones de almacenamiento seguro, incluidas posibles incompatibilidades Exigencias técnicas para almacenes y recipientes No usar recipientes metálicos.

Condiciones de almacenamiento Bien cerrado.

Temperatura de almacenaje recomendada indicada en la etiqueta del producto.

7.3 Usos específicos finales

Fuera de los usos indicados en la sección 1.2 no se previenen aplicación es finales adicionales.

SECCIÓN 8. Controles de exposición/protección individual

8.1 Parámetros de control

Ácido nítrico (7697-37-2)

PE OEL	Exposición de corta duración : (STEL)	4 ppm 10,4 mg/m ³
	Media Ponderada en el Tiempo (TWA)	2 ppm 5,2 mg/m ³

8.2 Controles de la exposición

Medidas de ingeniería

Medidas técnicas y observación de métodos adecuados de trabajo tienen prioridad ante el uso de equipos de protección personal.

Véase sección 7.1.

Medidas de protección individual

Los tipos de auxiliares para protección del cuerpo deben elegirse específicamente según el puesto de trabajo en función de la concentración y cantidad de la sustancia peligrosa. Debería aclararse con el suministrador la estabilidad de los medios protectores frente a los productos químicos.

Protección de los ojos / la cara

Gafas de seguridad

Protección de las manos

Sumerción:

Material del guante: Caucho nítralo
Espesor del guante: 0,11 mm
tiempo de penetración: > 480 min

Salpicaduras:

Material del guante: Caucho nítralo
Espesor del guante: 0,11 mm
tiempo de penetración: > 480 min

Los guantes de protección indicados deben cumplir con las especificaciones de la Directiva 89/686/EEC y con su norma resultante EN374, por ejemplo, KCL 741 Dermatrill® L (Sumerción), KCL 741 Dermatrill® L (Salpicaduras).

Los tiempos de ruptura mencionados anteriormente han sido determinados con muestras de material de los tipos de guantes recomendados en mediciones de laboratorio de KCL según EN374.

Esta recomendación solo es válida para el producto mencionado en la ficha de datos de seguridad, suministrado por nosotros y para el fin indicado. Al disolver o mezclar en otras sustancias y cuando las condiciones difieran de las indicadas en EN374, debe dirigirse al suministrador de guantes con distintivo CE por ejem. KCL GmbH, D-36124 Eichenzell, Internet: www.kcl.de)

Otras medidas de protección prendas de protección

Protección respiratoria necesaria en presencia de vapores/aerosoles.

Tipo de Filtro recomendado: filtro ABEK

El empresario debe garantizar que el mantenimiento, la limpieza y la prueba técnica de los protectores respiratorios se hagan según las instrucciones del productor de las mismas. Estas medidas deben ser documentadas debidamente.

SECCIÓN 9. Propiedades físicas y químicas

9.1 Información sobre propiedades físicas y químicas básicas

Forma	líquido
Color	incolore
Olor	inodoro
Umbral olfativo	No aplicable
pH	aprox. 0,5 a 20 °C
Punto de fusión	No hay información disponible.
Punto de ebullición	No hay información disponible.
Punto de inflamación	No aplicable
Tasa de evaporación	No hay información disponible.
Inflamabilidad (sólido, gas)	No hay información disponible.
Límite de explosión, inferior	No hay información disponible.
Límite superior de explosividad	No hay información disponible.
Presión de vapor	No hay información disponible.
Densidad relativa del vapor	No hay información disponible.
Densidad	aprox. 1,02 g/cm ³ a 20 °C
Densidad relativa	No hay información disponible.
Solubilidad en agua	a 20 °C soluble
Coefficiente de reparto noctanol/agua	No hay información disponible.

Temperatura de auto-inflamación	No hay información disponible.
Temperatura de descomposición	No hay información disponible.
Viscosidad, dinámica	No hay información disponible.
Propiedades explosivas	No clasificado/a como explosivo/a.
Propiedades comburentes	ningún
9.2 Otros datos	
Corrosión	Puede ser corrosivo para los metales.

SECCIÓN 10. Estabilidad y reactividad

10.1 Reactividad

Véase sección 10.3

10.2 Estabilidad química

El producto es químicamente estable bajo condiciones normales (a temperatura ambiental).

10.3 Posibilidad de reacciones peligrosas

Posibles reacciones violentas con:

Los reaccionantes con agua habituales.

Desprendimiento de gases o vapores peligrosos con:

Metales, aleaciones metálicas

Liberación de: gases nitrosos, Hidrógeno

10.4 Condiciones que deben evitarse

información no disponible

10.5 Materiales incompatibles

Metales, aleaciones metálicas

(formación de hidrógeno)

Celulosa

10.6 Productos de descomposición peligrosos

información no disponible

SECCIÓN 11. Información toxicológica

11.1 Información sobre los efectos toxicológicos

Mezcla

Toxicidad oral aguda

Síntomas: Irritaciones de las mucosas en la boca, garganta, esófago y tracto estomagointestinal.

Toxicidad aguda por inhalación

Síntomas: Consecuencias posibles: irritación de las mucosas

Toxicidad cutánea aguda

Esta información no está disponible.

Irritación de la piel

Mezcla provoca irritación cutánea.

Irritación ocular

Mezcla provoca irritación ocular grave.

Sensibilización Esta información no está disponible.
Mutagenicidad en células germinales Esta información no está disponible.
Carcinogenicidad Esta información no está disponible.
Toxicidad para la reproducción Esta información no está disponible.
Teratogenicidad Esta información no está disponible.
Toxicidad específica en determinados órganos - exposición única Esta información no está disponible.
Toxicidad específica en determinados órganos - exposiciones repetidas Esta información no está disponible.
Peligro de aspiración Esta información no está disponible.

11.2 Otros datos

Para nitritos/nitratos en general: methemoglobinemia tras absorción de grandes cantidades.
Para compuestos de plomo en general: debido a la dificultosa absorción por la mucosa gastrointestinal, solo grandes dosis conducen a casos de toxicidad aguda. Tras un tiempo latente de varias horas, se presentan sabor metálico, náuseas, vómitos y cólicos seguidos con frecuencia por choc. Asimilación crónica de la sustancia produce debilidad muscular, anemias y trastornos del sistema nervioso central. Mujeres en edad de ser madre, no deberían someterse prolongadamente a la acción del producto (observar el nivel de emanaciones).
Las otras propiedades peligrosas no pueden ser excluidas.
Manipular con las precauciones de higiene industrial adecuadas, y respetar las prácticas de seguridad.

Componentes

Ácido nítrico

Irritación de la piel
Conejo
Resultado: Provoca quemaduras graves.

(IUCLID)

Irritación ocular
Conejo
Resultado: Provoca quemaduras.

(IUCLID)

Mutagenicidad en células germinales
Genotoxicidad in vitro
Prueba de Ames
Salmonella typhimurium
Resultado: negativo
Método: OECD TG 471

Plomo(II) nitrato

Toxicidad oral aguda
Estimación de la toxicidad aguda: 500,1 mg/kg
Juicio de expertos

Toxicidad aguda por inhalación
Estimación de la toxicidad aguda: 1,6 mg/l; polvo/niebla
Juicio de expertos

Irritación de la piel
Estudio in vitro
Resultado: no corrosivo
OECD TG 431

Estudio in vitro
Resultado: no irrita la piel
Directrices de ensayo 439 del OECD

Irritación ocular
Estudio in vitro
Resultado: Fuerte irritación
OECD TG 437

Sensibilización
Resultado: negativo
Método: OECD TG 429
(análogamente a compuestos similares)

SECCIÓN 12. Información ecológica

Mezcla

12.1 Toxicidad No hay información disponible.

12.2 Persistencia y degradabilidad No hay información disponible.

12.3 Potencial de bioacumulación No hay información disponible.

12.4 Movilidad en el suelo No hay información disponible.

12.5 Resultados de la valoración PBT y mPmB

La(s) sustancia(s) en la mezcla no cumplen los criterios de PBT o mPmB s según el Reglamento (CE) núm. 1907/2006, anexo XIII.

12.6 Otros efectos adversos

Información ecológica complementaria

Los compuestos de fósforo y/o de nitrógeno, en función de su concentración, pueden favorecer la eutrófia de los acuíferos.

Peligroso para el agua potable.

Manteniendo las condiciones adecuadas de manejo no deben esperarse problemas ecológicos.

Componentes

Ácido nítrico

Toxicidad para los peces
CL50 *Gambusia affinis* (Pez mosquito): 72 mg/l; 96 h (IUCLID)
Biodegradabilidad

Los métodos para la determinación de la degradabilidad biológica no son aplicables para las sustancias inorgánicas.
Coeficiente de reparto n-octanol/agua log Pow: -2,3
Directrices de ensayo 107 del OECD
No es de esperar una bioacumulación.

La sustancia no cumple los criterios de PBT o mPmB según el Reglamento (CE) núm. 1907/2006, anexo XIII.

Constante de Henry
2482 Pa*m³/mol
Método: (calculado)
(Literatura) Se reparte preferentemente en el aire.

Plomo (III) Nitrato

Toxicidad para las dafnias y otros invertebrados acuáticos
CE50 *Daphnia magna* (Pulga de mar grande): 1,8 mg/l; 48 h
(Base de datos ECOTOX)

Toxicidad para las algas
CE50 algas: 0,024 - 0,029 mg/l; 28 h
(Literatura)

Coefficiente de reparto n-octanol/agua
No aplicable

Factor-M
10

SECCIÓN 13. Consideraciones relativas a la eliminación

Métodos para el tratamiento de residuos

Los residuos deben eliminarse de acuerdo con normativas locales y nacionales. Deje los productos químicos en sus recipientes originales. No los mezcle con otros residuos. Maneje los recipientes sucios como el propio producto.

Consulte en www.retrologistik.com sobre procesos relativos a la devolución de productos químicos o recipientes, o contáctenos si tiene más preguntas.

SECCIÓN 14. Información relativa al transporte

Transporte por carretera (ADR/RID)

14.1 Número ONU	UN 3264
14.2 Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas	Líquido inorgánico corrosivo, ácido, n.e.p. (CONT. NITRIC ACID SOLUTION)
14.3 Clase	8
14.4 Grupo de embalaje	III
14.5 Peligrosas ambientalmente	--
14.6 Precauciones particulares para los usuarios	si
Código de restricciones en túneles	E

Transporte fluvial (ADN)

No relevante

Transporte aéreo (IATA)

14.1 Número ONU	UN 3264
14.2 Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas	CORROSIVE LIQUID, ACIDIC, INORGANIC, N.O.S. (CONT. NITRIC ACID SOLUTION)
14.3 Clase	8
14.4 Grupo de embalaje	III
14.5 Peligrosas ambientalmente	--
14.6 Precauciones particulares para los usuarios	no

Transporte marítimo (IMDG)

14.1 Número ONU	UN 3264
14.2 Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas	CORROSIVE LIQUID, ACIDIC, INORGANIC, N.O.S. (CONT. NITRIC ACID NOT MORE THAN 5%)
14.3 Clase	8
14.4 Grupo de embalaje	III
14.5 Peligrosas ambientalmente	--
14.6 Precauciones particulares para los usuarios	si

EmS F-A S-B

14.7 Transporte a granel con arreglo al anexo II del Convenio Marpol 73/78 y del Código IBC No relevante

SECCIÓN 15. Información reglamentaria

15.1 Reglamentación y legislación en materia de seguridad, salud y medio ambiente específicas para la sustancia o la mezcla

Legislación nacional

Clase de almacenamiento 8B

15.2 Evaluación de la seguridad química

Para éste producto no se realizó una valoración de la seguridad química.

SECCIÓN 16. Otra información

Texto íntegro de las Declaraciones-H referidas en las secciones 2 y 3.

H272 Puede agravar un incendio; comburente.

H290 Puede ser corrosivo para los metales.

H302 Nocivo en caso de ingestión.

H314 Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.

H315 Provoca irritación cutánea.

H318 Provoca lesiones oculares graves.

H319 Provoca irritación ocular grave.

H332 Nocivo en caso de inhalación.

H360Df Puede dañar al feto. Se sospecha que perjudica a la fertilidad.

H372 Provoca daños en los órganos tras exposiciones prolongadas o repetidas.

H400 Muy tóxico para los organismos acuáticos.

H410 Muy tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

Consejos relativos a la formación

Debe disponer a los trabajadores la información y la formación práctica suficientes.

Una explicación de las abreviaturas y los acrónimos utilizados en la ficha de datos de seguridad

Puede consultar las abreviaturas y acrónimos utilizados en www.wikipedia.org.

El dato suministrado en ésta ficha de seguridad se basan a nuestro actual conocimiento. Describen tan sólo las medidas de seguridad en el manejo de éste producto y no representan una garantía sobre las propiedades descritas del mismo.

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD
de acuerdo al Reglamento (CE) No. 1907/2006

MERCK

Fecha de revisión 16.06.2017

Versión 1.2

SECCIÓN 1. Identificación de la sustancia o la mezcla y de la sociedad o la empresa

1.1 Identificador del producto

Artículo número 119806
Denominación Cinc solución patrón trazable a SRM de NIST $\text{zn}(\text{NO}_3)_2$ en HNO_3 0,5 mol/l
1000 mg/l Zn CertiPUR®

Número de registro REACH Este producto es una mezcla. Número de registro REACH véase sección 3.

1.2 Usos pertinentes identificados de la sustancia o de la mezcla y usos desaconejados

Usos identificados Análisis químico
Para informaciones adicionales a usos refiérase al portal Merck Chemicals (www.merckgroup.com); for USA/Canada www.emdgroup.com).

1.3 Datos del proveedor de la ficha de datos de seguridad

Compañía Merck KGaA * 64271 Darmstadt * Alemania * Tel: +49 6151 72-0
Representante regional Merck Peruana S.A. * Av. Los Frutales 220 * Lima 03 * Perú * Tel: +51-1-618 7500 * Fax: +51-1-437 2955

1.4 Teléfono de emergencia En caso de urgencias: Acúdase al Centro de Salud más cercano.

SECCIÓN 2. Identificación de los peligros

2.1 Clasificación de la sustancia o de la mezcla

Clasificación (REGLAMENTO (CE) No 1272/2008)
Corrosivos para los metales, Categoría 1, H290
Irritación cutáneas, Categoría 2, H315
Irritación ocular, Categoría 2, H319
Toxicidad acuática crónica, Categoría 3, H412
Para el texto íntegro de las Declaraciones-H mencionadas en esta sección, véase la Sección 16.

2.2 Elementos de la etiqueta

Etiquetado (REGLAMENTO (CE) No 1272/2008)

Pictogramas de peligro



Palabra de advertencia
Atención

Indicaciones de peligro

H290 Puede ser corrosivo para los metales.
H315 Provoca irritación cutánea.
H319 Provoca irritación ocular grave.
H412 Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

Consejos de prudencia

Prevención

P273 Evitar su liberación al medio ambiente.

Intervención

P302 + P352 EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar con agua y jabón abundantes.

P305 + P351 + P338 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.

Etiquetado reducido (≤ 125 ml)
Pictogramas de peligro



Palabra de advertencia
Atención

Indicaciones de peligro
H412 Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

2.3 Otros peligros

Ninguno conocido.

SECCIÓN 3. Composición/información sobre los componentes

Naturaleza química Solución nítrica.

3.1 Sustancia

No aplicable

3.2 Mezcla

Componentes peligrosos (REGLAMENTO (CE) No 1272/2008)

Nombre químico (Concentración)

No. CAS	Número de registro	Clasificación
---------	--------------------	---------------

Ácido nítrico ($\geq 1\%$ - $< 5\%$)

La sustancia no cumple los criterios de PBT o mPmB según el Reglamento (CE) núm. 1907/2006, anexo XIII.

7697-37-2	*	
-----------	---	--

Líquido comburente, Categoría 2, H272
Corrosivos para los metales, Categoría 1, H290
Corrosión cutánea, Categoría 1A, H314

Cinc nitrato ($\geq 0,25\%$ - $< 1\%$)

77779-88-6	*	
------------	---	--

Sólido comburente, Categoría 2, H272
Toxicidad aguda, Categoría 4, H302
Irritación ocular, Categoría 2, H319
Toxicidad específica en determinados órganos –
exposición única, Categoría 3, H335
Toxicidad acuática aguda, Categoría 1, H400
Toxicidad acuática crónica, Categoría 1, H410

*) No hay disponible un número de registro para esta sustancia, ya que la sustancia o su uso están exentos del registro; según el artículo 2 del Reglamento REACH (CE) núm. 1097/2006, el tonelaje anual no requiere registro o dicho registro está previsto para una fecha posterior.

Para el texto íntegro de las Declaraciones-H mencionadas en esta sección, véase la Sección 16.

SECCIÓN 4. Primeros auxilios

4.1 Descripción de los primeros auxilios Tras inhalación: aire fresco.

En caso de contacto con la piel: Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas.

Aclararse la piel con agua/ ducharse.

Tras contacto con los ojos: aclarar con abundante agua. Consultar al oftalmólogo.

Tras ingestión: hacer beber agua inmediatamente (máximo 2 vasos).

Consultar a un médico.

4.2 Principales síntomas y efectos, agudos y retardados efectos irritantes

Para nitritos/nitratos en general: methemoglobinemia tras absorción de grandes cantidades.

4.3 Indicación de toda atención médica y de los tratamientos especiales que deban dispensarse inmediatamente

No hay información disponible.

SECCIÓN 5. Medidas de lucha contra incendios

5.1 Medios de extinción

Medios de extinción apropiados

Usar medidas de extinción que sean apropiadas a las circunstancias del local y a sus alrededores.

Medios de extinción no apropiados

No existen limitaciones de agentes extinguidores para esta sustancia/mezcla.

5.2 Peligros específicos derivados de la sustancia o la mezcla No combustible.

Posibilidad de formación de vapores peligrosos por incendio en el entorno.

5.3 Recomendaciones para el personal de lucha contra incendios

Equipo de protección especial para el personal de lucha contra incendios

Permanencia en el área de riesgo sólo con sistemas de respiración artificiales e independientes del ambiente. Protección de la piel mediante observación de una distancia de seguridad y uso de ropa protectora adecuada.

Otros datos

Reprimir los gases/vapores/neblinas con agua pulverizada. Impedir la contaminación de las aguas superficiales o subterráneas por el agua que ha servido a la extinción de incendios.

SECCIÓN 6. Medidas en caso de vertido accidental

6.1 Precauciones personales, equipo de protección y procedimientos de emergencia

Indicaciones para el personal que no forma parte de los servicios de emergencia: No respirar los vapores, aerosoles. Evitar el contacto con la sustancia. Asegúrese una ventilación apropiada.

Evacúe el área de peligro, respete los procedimientos de emergencia, consulte con expertos.

Consejos para el personal de emergencia:

Equipo protector véase sección 8.

6.2 Precauciones relativas al medio ambiente

No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado.

6.3 Métodos y material de contención y de limpieza

Observe posibles restricciones de materiales (véanse indicaciones en las secciones 7 o 10).
Recoger con material absorbente de líquidos y neutralizante, p. ej. con Chemizorb® H⁺ (art. Merck 101595). Proceder a la eliminación de los residuos. Aclarar.

6.4 Referencia a otras secciones

Para indicaciones sobre el tratamiento de residuos, véase sección 13.

SECCIÓN 7. Manipulación y almacenamiento

7.1 Precauciones para una manipulación segura

Consejos para una manipulación segura

Observar las indicaciones de la etiqueta.

Medidas de higiene

Sustituir inmediatamente la ropa contaminada. Protección preventiva de la piel. Lavar cara y manos al término del trabajo.

7.2 Condiciones de almacenamiento seguro, incluidas posibles incompatibilidades Exigencias técnicas para almacenes y recipientes No usar recipientes metálicos.

Condiciones de almacenamiento Bien cerrado.

Temperatura de almacenaje recomendada indicada en la etiqueta del producto.

7.3 Usos específicos finales

Fuera de los usos indicados en la sección 1.2 no se previenen aplicación es finales adicionales.

SECCIÓN 8. Controles de exposición/protección individual

8.1 Parámetros de control

Ácido nítrico (7697-37-2)

PE OEL	Exposición de corta duración : (STEL)	4 ppm 10,4 mg/m ³
	Media Ponderada en el Tiempo (TWA)	2 ppm 5,2 mg/m ³

8.2 Controles de la exposición

Medidas de ingeniería

Medidas técnicas y observación de métodos adecuados de trabajo tienen prioridad ante el uso de equipos de protección personal.

Véase sección 7.1.

Medidas de protección individual

Los tipos de auxiliares para protección del cuerpo deben elegirse específicamente según el puesto de trabajo en función de la concentración y cantidad de la sustancia peligrosa. Debería aclararse con el suministrador la estabilidad de los medios protectores frente a los productos químicos.

Protección de los ojos / la cara

Gafas de seguridad

Protección de las manos

Sumerción:

Material del guante: Caucho nítralo
Espesor del guante: 0,11 mm
tiempo de penetración: > 480 min

Salpicaduras:

Material del guante: Caucho nítralo
Espesor del guante: 0,11 mm
tiempo de penetración: > 480 min

Los guantes de protección indicados deben cumplir con las especificaciones de la Directiva 89/686/EEC y con su norma resultante EN374, por ejemplo, KCL 741 Dermatrill® L (Sumerción), KCL 741 Dermatrill® L (Salpicaduras).

Los tiempos de ruptura mencionados anteriormente han sido determinados con muestras de material de los tipos de guantes recomendados en mediciones de laboratorio de KCL según EN374.

Esta recomendación solo es válida para el producto mencionado en la ficha de datos de seguridad, suministrado por nosotros y para el fin indicado. Al disolver o mezclar en otras sustancias y cuando las condiciones difieran de las indicadas en EN374, debe dirigirse al suministrador de guantes con distintivo CE por ejem. KCL GmbH, D-36124 Eichenzell, Internet: www.kcl.de)

Otras medidas de protección prendas de protección

Protección respiratoria necesaria en presencia de vapores/aerosoles.

Tipo de Filtro recomendado: filtro ABEK

El empresario debe garantizar que el mantenimiento, la limpieza y la prueba técnica de los protectores respiratorios se hagan según las instrucciones del productor de las mismas. Estas medidas deben ser documentadas debidamente.

SECCIÓN 9. Propiedades físicas y químicas

9.1 Información sobre propiedades físicas y químicas básicas

Forma	líquido
Color	incolore
Olor	inodoro
Umbral olfativo	No aplicable
pH	aprox. 0,5 a 20 °C
Punto de fusión	No hay información disponible.
Punto de ebullición	No hay información disponible.
Punto de inflamación	No aplicable
Tasa de evaporación	No hay información disponible.
Inflamabilidad (sólido, gas)	No hay información disponible.
Límite de explosión, inferior	No hay información disponible.
Límite superior de explosividad	No hay información disponible.
Presión de vapor	No hay información disponible.
Densidad relativa del vapor	No hay información disponible.
Densidad	aprox. 1,02 g/cm ³ a 20 °C
Densidad relativa	No hay información disponible.
Solubilidad en agua	a 20 °C soluble
Coefficiente de reparto octanol/agua	No hay información disponible.

Temperatura de auto-inflamación	No hay información disponible.
Temperatura de descomposición	No hay información disponible.
Viscosidad, dinámica	No hay información disponible.
Propiedades explosivas	No clasificado/a como explosivo/a.
Propiedades comburentes	ningún
9.2 Otros datos	
Corrosión	Puede ser corrosivo para los metales.

SECCIÓN 10. Estabilidad y reactividad

10.1 Reactividad

Véase sección 10.3

10.2 Estabilidad química

El producto es químicamente estable bajo condiciones normales (a temperatura ambiental).

10.3 Posibilidad de reacciones peligrosas

Posibles reacciones violentas con:

Los reaccionantes con agua habituales.

Desprendimiento de gases o vapores peligrosos con:

Metales, aleaciones metálicas

Liberación de: gases nitrosos, Hidrógeno

10.4 Condiciones que deben evitarse

información no disponible

10.5 Materiales incompatibles

Metales, aleaciones metálicas

(formación de hidrógeno)

Celulosa

10.6 Productos de descomposición peligrosos

información no disponible

SECCIÓN 11. Información toxicológica

11.1 Información sobre los efectos toxicológicos

Mezcla

Toxicidad oral aguda

Síntomas: Irritaciones de las mucosas en la boca, garganta, esófago y tracto estomagointestinal.

Toxicidad aguda por inhalación

Síntomas: Consecuencias posibles: irritación de las mucosas

Toxicidad cutánea aguda Esta información no está disponible.

Irritación de la piel Mezcla provoca irritación cutánea.

Irritación ocular Mezcla provoca irritación ocular grave.

Sensibilización Esta información no está disponible.

Mutagenicidad en células germinales Esta información no está disponible.

Carcinogenicidad Esta información no está disponible.

Toxicidad para la reproducción Esta información no está disponible.

Teratogenicidad Esta información no está disponible.

Toxicidad específica en determinados órganos - exposición única Esta información no está disponible.

Toxicidad específica en determinados órganos - exposiciones repetidas Esta información no está disponible.

Peligro de aspiración Esta información no está disponible.

11.2 Otros datos

Para compuestos de cinc en general: poco absorbibles por el tracto gastrointestinal. Efecto astringente sobre las mucosas. Fiebre de vapor metálico tras inhalación de grandes cantidades.

Para nitritos/nitratos en general: methemoglobinemia tras absorción de grandes cantidades.

Las otras propiedades peligrosas no pueden ser excluidas.

Manipular con las precauciones de higiene industrial adecuadas, y respetar las prácticas de seguridad.

Componentes

Ácido nítrico

Irritación de la piel

Conejo

Resultado: Provoca quemaduras graves.

(IUCLID)

Irritación ocular

Conejo

Resultado: Provoca quemaduras.

(IUCLID)

Mutagenicidad en células germinales

Genotoxicidad in vitro

Prueba de Ames

Salmonella typhimurium

Resultado: negativo

Método: OECD TG 471

Cinc nitrato

Toxicidad oral aguda

DL50 Rata: 1.190 mg/kg

(para el hexahidrato) (RTECS)

Irritación de la piel

Conejo

Resultado: Irritaciones

(para el hexahidrato) (RTECS)

SECCIÓN 12. Información ecológica

Mezcla

12.1 Toxicidad No hay información disponible.

12.2 Persistencia y degradabilidad No hay información disponible.

12.3 Potencial de bioacumulación No hay información disponible.

12.4 Movilidad en el suelo No hay información disponible.

12.5 Resultados de la valoración PBT y mPmB

La(s) sustancia(s) en la mezcla no cumplen los criterios de PBT o mPmB según el Reglamento (CE) núm. 1907/2006, anexo XIII.

12.6 Otros efectos adversos

Información ecológica complementaria

Los compuestos de fósforo y/o de nitrógeno, en función de su concentración, pueden favorecer la eutrófia de los acuíferos.

Peligroso para el agua potable.

Manteniendo las condiciones adecuadas de manejo no deben esperarse problemas ecológicos.

Componentes

Ácido nítrico

Toxicidad para los peces

CL50 *Gambusia affinis* (Pez mosquito): 72 mg/l; 96 h (IUCLID)

Biodegradabilidad

Los métodos para la determinación de la degradabilidad biológica no son aplicables para las sustancias inorgánicas.

Coefficiente de reparto n-octanol/agua log Pow: -2,3

Directrices de ensayo 107 del OECD

No es de esperar una bioacumulación.

La sustancia no cumple los criterios de PBT o mPmB según el Reglamento (CE) núm. 1907/2006, anexo XIII.

Constante de Henry

2482 Pa*m³/mol

Método: (calculado)

(Literatura) Se reparte preferentemente en el aire.

Cinc nitrato

No hay información disponible.

SECCIÓN 13. Consideraciones relativas a la eliminación

Métodos para el tratamiento de residuos

Los residuos deben eliminarse de acuerdo con normativas locales y nacionales. Deje los productos químicos en sus recipientes originales. No los mezcle con otros residuos. Maneje los recipientes sucios como el propio producto.

Consulte en www.retrologistik.com sobre procesos relativos a la devolución de productos químicos o recipientes, o contáctenos si tiene más preguntas.

SECCIÓN 14. Información relativa al transporte

Transporte por carretera (ADR/RID)

14.1 Número ONU	UN 3264
14.2 Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas	Líquido inorgánico corrosivo, ácido, n.e.p. (CONT. NITRIC ACID SOLUTION)
14.3 Clase	8
14.4 Grupo de embalaje	III
14.5 Peligrosas ambientalmente	--
14.6 Precauciones particulares para los usuarios	si
Código de restricciones en túneles	E
Transporte fluvial (ADN)	
No relevante	
Transporte aéreo (IATA)	
14.1 Número ONU	UN 3264

14.2 Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas	CORROSIVE LIQUID, ACIDIC, INORGANIC, N.O.S. (CONT. NITRIC ACID SOLUTION)
14.3 Clase	8
14.4 Grupo de embalaje	III
14.5 Peligrosas ambientalmente --	
14.6 Precauciones particulares para los usuarios	no
Transporte marítimo (IMDG)	
14.1 Número ONU	UN 3264
14.2 Designación oficial de transporte de las Naciones Unidas	CORROSIVE LIQUID, ACIDIC, INORGANIC, N.O.S. (CONT. NITRIC ACID NOT MORE THAN 5%)
14.3 Clase	8
14.4 Grupo de embalaje	III
14.5 Peligrosas ambientalmente --	
14.6 Precauciones particulares para los usuarios	si
EmS	F-A S-B
14.7 Transporte a granel con arreglo al anexo II del Convenio Marpol 73/78 y del Código IBC	No relevante

SECCIÓN 15. Información reglamentaria

15.1 Reglamentación y legislación en materia de seguridad, salud y medio ambiente específicas para la sustancia o la mezcla

Legislación nacional
Clase de almacenamiento 8B

15.2 Evaluación de la seguridad química

Para éste producto no se realizó una valoración de la seguridad química.

SECCIÓN 16. Otra información

Texto íntegro de las Declaraciones-H referidas en las secciones 2 y 3.

H272	Puede agravar un incendio; comburente.
H290	Puede ser corrosivo para los metales.
H302	Nocivo en caso de ingestión.
H314	Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.
H315	Provoca irritación cutánea.
H318	Provoca lesiones oculares graves.
H319	Provoca irritación ocular grave.
H335	Puede irritar las vías respiratorias.
H400	Muy tóxico para los organismos acuáticos.
H410	Muy tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.
H412	Nocivo para los organismos acuáticos, con efecto nocivo duradero.

Consejos relativos a la formación

Debe disponer a los trabajadores la información y la formación práctica suficientes.

Etiquetado

Pictogramas de peligro



Palabra de advertencia

Atención

Indicaciones de peligro

H290 Puede ser corrosivo para los metales.

H315 Provoca irritación cutánea.

H319 Provoca irritación ocular grave.

H412 Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

Consejos de prudencia

Prevención

P273 Evitar su liberación al medio ambiente.

Intervención

P302 + P352 EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar con agua y jabón abundantes.

P305 + P351 + P338 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.

P313 Consultar a un médico.

Una explicación de las abreviaturas y los acrónimos utilizados en la ficha de datos de seguridad

Puede consultar las abreviaturas y acrónimos utilizados en

www.wikipedia.org.

El dato suministrado en ésta ficha de seguridad se basan a nuestro actual conocimiento. Describen tan sólo las medidas de seguridad en el manejo de éste producto y no representan una garantía sobre las propiedades descritas del mismo.

HOJA TECNICA GASES ESPECIALES (AGA)

AGA

GAS : ACETILENO – A.A. 2.6
TIPO : ESPECIAL (Absorción Atómica)

1. ESPECIFICACIONES TECNICAS

Análisis	Especificación
Pureza	≥ 99.6 %
Fosfina	≤ 2 ppm
Sulfuro de Hidrógeno	≤ 1 ppm

2. METODOS DE ANALISIS

Análisis	Métodos / Equipo
Fosfina	Dräger Test Tubs
Sulfuro de Hidrógeno	Dräger Test Tubs

3. TIEMPO DE VIDA

Más de 36 meses

4. CARACTERISTICAS FISICAS

Formula Molecular	C ₂ H ₂
Peso Molecular	26.04 g
Volumen Especifico	14.5 pie ³ /lb a 60°F
Densidad Relativa	0.91 a 70°F
Olor	Similar al ajo
Color	Incoloro
Límite de Inflamabilidad	2.3 -100%
Riesgos para la salud	Asfixiante simple, (Ver Cartilla de Emergencia N° 1)

5. CERTIFICADOS DE CALIDAD

- **Certificado de Lote:** Por cada lote de producción se analiza una muestra del 5%, y el certificado TIPO HiQ, se adhiere a todas las botellas del lote.

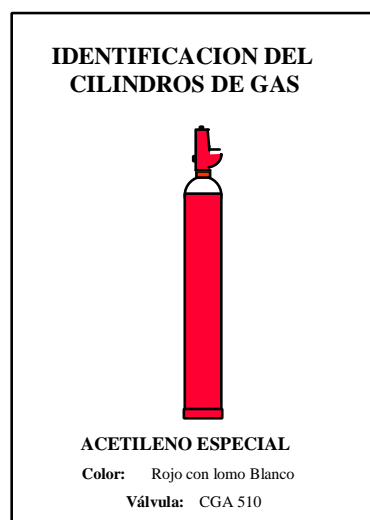
6. PRESENTACION

6.1 Cilindros

Capacidad : 6.5 / 7.5 Kg
Presión : 250 psi / 17 bar
Color : Rojo con lomo Blanco
Material : Acero. Masa porosa interna

6.2 Válvula

Modelo : CGA 510
Material : Bronce



ANEXO N° 03

**INFORME DE MANTENIMIENTO DEL
EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA**

VERIFICACION OPERACIONAL

Cliente:	SGS DEL PERU
Contacto - Responsable:	DORIS TORREJON
Instrumento:	ESPECTRÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA
Modelo:	SPECTRAA 55B
Número de serie:	EL07033630
Identificación interna del equipo:	INIGQ-90T
Fecha actual / Fecha próximo mantenimiento:	4 DE ENERO DE 2013 / JULIO DE 2013

Ponga una marca en la sección correspondiente, después de haber realizado la verificación respectiva.

Agregue una descripción de lo realizado en la sección "Comentarios", si es necesario; cuando se realice alguna acción correctiva o cuando se observa una discrepancia menor que no amerita que sea tomada una acción correctiva.

Si se requiere espacio adicional, escriba los comentarios en hojas extras e incluya esas páginas en esta lista de verificación.

1. VERIFICACION DE LA ABSORBANCIA

Se usa una lámpara de cobre y una solución de Cu de 5 ppm para determinar la absorbancia del equipo de acuerdo a las siguientes especificaciones:

TEST DE ABSORBANCIA (SE ADJUNTA RESULTADOS DEL SOFTWARE SPECTRAA AL FINAL)

Llama	WL	F. SPOILER	SPEC	MEDIDO	PASA
Aire/Acet	324.75 nm	■	> 0.5	0.57	■

VELOCIDAD DE TOMA DE MUESTRA DEL NEBULIZADOR

MEDIDO	SPEC	PASA
8 ml/min	5 - 8 ml/min	■

COMENTARIOS

El equipo queda en el modo de alto sólido. El ruido instrumental del equipo es 0.0001UA, el cual esta dentro de la especificación, especificación: < 0.001UA.

2. VERIFICACION MEDIANTE SOFTWARE DE DIAGNOSTICO SVD (SE ADJUNTA REPORTE)

PASA

<i>Verificación de la frecuencia</i>	■
<i>Verificación del suministro de energía</i>	■
<i>Verificación del balance del haz</i>	■
<i>Perpendicularidad del grating (lámpara codificada de cobre)</i>	■

<i>Repetibilidad de longitud de onda</i>	■
<i>Verificación mecánica</i>	■
<i>Motor de Longitud de onda</i>	■
<i>Motor de ranura</i>	■
<i>Motor de la torreta</i>	■
<i>Motor de ajuste automático del quemador</i>	■
<i>Misceláneos</i>	■
<i>Linealidad de procesamiento de señal</i>	■
<i>Sensores de seguridad</i>	■
<i>Quemador fijado</i>	■
<i>Quemador de N2O fijado</i>	■
<i>Puerta de seguridad de llama</i>	■
<i>Control de gases fijado</i>	■
<i>Tapón de alivio de presión</i>	■
<i>Trampa de líquido fijada</i>	■
<i>Detector de llama</i>	■
<i>Unidad de control de gases activa</i>	■
<i>Presión de oxidante</i>	■
<i>Cambio de oxidante de aire a N2O</i>	■
<i>Ignición</i>	■
<i>Auto reconocimiento de lámparas</i>	■
<i>Monitorización de la temperatura GTA</i>	■

COMENTARIOS

Los test realizados desde el software de diagnóstico SVD arrojaron resultados satisfactorios.

CONCLUSIONES, OBSERVACIONES, RECOMENDACIONES FINALES

Ingeniero de Servicio:	HUGO ORELLANA	-----
Cliente:	SGS DEL PERU	conforme

El equipo se encuentra en condiciones estándares de operación.

Coloque esta lista de verificación y una copia de todos los test y anexos, realizados en la verificación operacional, en el historial del instrumento.

ANEXO N° 04

TABLAS E INDICADORES DE SENSIBILIDAD Y LÍMITE DE DETECCIÓN, CRITERIOS DE EVALUACIÓN DE RESULTADOS

TABLAS DE SENSIBILIDAD Y LÍMITE DE DETECCIÓN

Tabla 4.1

SENSIBILIDAD

Aluminio	0.400	Renio	0.200	Platino	1.000
Antimonio	0.200	Germanio	0.800	Potasio	0.010
Arsénico	0.400	Hierro	0.040	Selenio	0.300
Bario	0.150	Rubidio	0.200	Silicio	0.800
Berilio	0.010	Indio	0.180	Sodio	0.001
Bismuto	0.020	Iridio	1.500	Talio	10.000
Boro	0.000	Lantano	1.600	Telurio	0.200
Cadmio	0.010	Litio	0.016	Titanio	0.100
Calcio	0.050	Magnesio	0.003	Tungsteno	5.000
Cesio	0.150	Manganeso	0.020	Uranio	100.000
Cobalto	0.050	Mercurio	2.500	Vanadio	0.600
Cobre	0.100	Molibdeno	0.200	Oro	0.100
Cromo	0.040	Zinc	0.008	Osmio	1.000
Paladio	0.140	Zirconio	10.000	Plata	0.030
Plomo	0.100	Níquel	0.060		

Recuperado de Espectroscopia de absorción atómica de Luis Ximénez Herráiz Vol.I

Tabla 4.2*LIMITES DE DETECCIÓN EN (ppm)*

Aluminio	0.0200	Galio	0.0500	Platino	0.0500
Antimonio	0.0600	Germanio	0.0500	Potasio	0.0010
Arsénico	0.1300	Hierro	0.0050	Praseodimio	20.000
Bario	0.0200	Holmio	0.0600	Renio	0.8000
Berilio	0.0010	Indio	0.0300	Rodio	0.0020
Bismuto	0.0400	Iridio	0.5000	Rubidio	0.0020
Boro	10.000	Lantano	16.000	Samario	0.5000
Cadmio	0.0010	Litio	0.0200	Selenio	0.1300
Calcio	0,0010	Magnesio	0.0002	Silicio	0.0600
Cesio	0.0150	Manganeso	0.0030	Sodio	0.0004
Cobalto	0.0050	Mercurio	0.2000	Talio	0.0300
Cobre	0.0020	Molibdeno	0.0100	Tantalio	0.8000
Cromo	0.0030	Neodimio	0.7000	Telurio	0.0700
Disproσιο	0.0600	Niobio	10.000	Titanio	0.0500
Erbio	0.100	Niquel	0.0080	Tungsteno	0.5000
Escandio	0,015	Oro	0.0100	Uranio	70.000
Estaño	0.0800	Osmio	0.0900	Vanadio	0.0200
Estroncio	0.0060	Paladio	0.0140	Ytrio	0,2000
Fosforo	250.000	Plomo	0.0200	Zinc	0.0006
Gadolinio	18,000	Plata	0.0020	Zirconio	15.000

Recuperado de Espectroscopia de absorción atómica de Luis Ximénez Herráiz Vol.I

Tabla 4.3

INDICADORES DE H Y K DE MANDEL AL 1% DE CONFIANZA

p	h	K								
		n	2	3	4	5	6	7	8	9
3	1.15	1.71	1.64	1.58	1.53	1.49	1.46	1.43	1.41	1.39
4	1.49	1.91	1.77	1.67	1.60	1.55	1.51	1.48	1.45	1.43
5	1.72	2.05	1,85	1.73	1.65	1.59	1.55	1.51	1.48	1.46
6	1.87	2.14	1.90	1.77	1.68	1.62	1.57	1.53	1.50	1.47
7	1.98	2.20	1.94	1.79	1.70	1.63	1.58	1.54	1.51	1.48
8	2.06	2.25	1.97	1.81	1.71	1.65	1.59	1.55	1.52	1.49
9	2.13	2.29	1.99	1.82	1.73	1.66	1.60	1.56	1.53	1.50
10	2.18	2.32	2.00	1.84	1.74	1.66	1.61	1.57	1.53	1.50

P = número de laboratorio a un nivel dado.

n = número de réplicas en cada uno de los laboratorios a ese nivel.

Tabla 4.4

INDICADORES DE H Y K DE MANDEL AL 5% DE CONFIANZA

p	H	K								
		n	2	3	4	5	6	7	8	9
3	1.15	1.65	1.53	1.45	1.40	1.37	1.34	1.32	1.30	1.29
4	1.42	1.76	1.59	1.50	1.44	1.40	1.37	1.35	1.33	1.31
5	1.57	1.81	1.62	1.53	1.46	1.42	1.39	1.36	1.34	1.32
6	1.66	1.85	1.64	1.54	1.48	1.43	1.40	1.37	1.35	1.33
7	1.71	1.87	1.66	1.55	1.49	1.44	1.41	1.38	1.36	1.34
8	1.75	1.88	1.67	1.56	1.50	1.45	1.41	1.38	1.36	1.34
9	1.78	1.90	1.68	1.57	1.50	1.45	1.42	1.39	1.36	1.35
10	1.80	1.90	1.68	1.57	1.50	1.46	1.42	1.39	1.37	1.35

P = número de laboratorio a un nivel dado.

n = número de réplicas en cada uno de los laboratorios a ese nivel.

Tabla 4.5**VALORES CRÍTICOS PARA LA PRUEBA DE COCHRAN**

P	n = 2		n = 3		n = 4		n = 5		n = 6	
	1%	5%	1%	5%	1%	5%	1%	5%	1%	5%
2	-	-	0,995	0,975	0,979	0,939	0,959	0,906	0,937	0,877
3	0,993	0,967	0,942	0,871	0,883	0,798	0,834	0,746	0,793	0,707
4	0,968	0,906	0,864	0,768	0,781	0,684	0,721	0,629	0,676	0,590
5	0,928	0,841	0,788	0,684	0,696	0,598	0,633	0,544	0,588	0,506
6	0,883	0,781	0,722	0,616	0,626	0,532	0,564	0,480	0,520	0,445
7	0,838	0,727	0,664	0,561	0,568	0,480	0,508	0,431	0,466	0,397
8	0,794	0,680	0,615	0,516	0,521	0,438	0,463	0,391	0,423	0,360
9	0,754	0,638	0,573	0,478	0,481	0,403	0,425	0,358	0,387	0,329
10	0,718	0,602	0,536	0,445	0,447	0,373	0,393	0,331	0,357	0,303
11	0,684	0,570	0,504	0,417	0,418	0,348	0,366	0,308	0,332	0,281
12	0,653	0,541	0,475	0,392	0,392	0,326	0,343	0,288	0,310	0,262
13	0,624	0,515	0,450	0,371	0,369	0,307	0,322	0,271	0,291	0,243
14	0,599	0,492	0,427	0,352	0,349	0,291	0,304	0,255	0,274	0,232
15	0,575	0,471	0,407	0,335	0,332	0,276	0,288	0,242	0,259	0,220
16	0,553	0,452	0,388	0,319	0,316	0,262	0,274	0,230	0,246	0,208
17	0,532	0,434	0,372	0,305	0,301	0,250	0,261	0,219	0,234	0,198
18	0,514	0,418	0,356	0,293	0,288	0,240	0,249	0,209	0,223	0,189
19	0,496	0,403	0,343	0,281	0,276	0,230	0,238	0,200	0,214	0,181
20	0,480	0,389	0,330	0,270	0,265	0,220	0,229	0,192	0,205	0,174
21	0,465	0,377	0,318	0,261	0,255	0,212	0,220	0,185	0,197	0,167
22	0,450	0,365	0,307	0,252	0,246	0,204	0,212	0,178	0,189	0,160
23	0,437	0,354	0,297	0,243	0,238	0,197	0,204	0,172	0,182	0,155

24	0,425	0,343	0,287	0,235	0,230	0,191	0,197	0,166	0,176	0,149
25	0,413	0,334	0,278	0,228	0,222	0,185	0,190	0,160	0,170	0,144
26	0,402	0,325	0,270	0,221	0,215	0,179	0,184	0,155	0,164	0,140
27	0,391	0,316	0,262	0,215	0,209	0,173	0,179	0,150	0,159	0,135
28	0,382	0,308	0,255	0,209	0,202	0,168	0,173	0,146	0,154	0,131
29	0,372	0,300	0,248	0,203	0,192	0,164	0,168	0,142	0,150	0,127
30	0,363	0,293	0,241	0,198	0,191	0,159	0,164	0,138	0,145	0,124
31	0,355	0,286	0,235	0,193	0,182	0,155	0,159	0,134	0,141	0,120
32	0,347	0,280	0,229	0,188	0,181	0,151	0,155	0,131	0,138	0,117
33	0,339	0,273	0,224	0,184	0,177	0,147	0,151	0,127	0,134	0,114
34	0,332	0,267	0,218	0,179	0,172	0,144	0,147	0,124	0,131	0,111
35	0,325	0,262	0,213	0,175	0,168	0,140	0,144	0,121	0,127	0,108
36	0,318	0,256	0,208	0,172	0,165	0,137	0,140	0,118	0,124	0,106
37	0,312	0,251	0,204	0,168	0,161	0,134	0,137	0,116	0,121	0,103
38	0,306	0,246	0,200	0,164	0,157	0,131	0,134	0,113	0,119	0,101
39	0,300	0,242	0,196	0,161	0,154	0,129	0,131	0,111	0,116	0,099
40	0,294	0,237	0,192	0,158	0,151	0,126	0,128	0,108	0,114	0,097

Número de laboratorio en un determinado nivel

Número de resultados de ensayo por celdas

Tabla 4.6**VALORES CRÍTICOS PARA LA PRUEBA DE GRUBBS**

P	Uno más grande o uno más pequeño		Dos más grande o dos más pequeño	
	Superior 1%	Superior 5%	Inferior 1 %	Inferior 5 %
3	1.155	1.155	-	-
4	1.496	1.481	0.0000	0.0002
5	1.764	1.715	0.0018	0.0090
6	1.973	1.887	0.0116	0.0349
7	2.139	2.020	0.0308	0.0708
8	2.274	2.126	0.0563	0.1101
9	2.387	2.215	0.0851	0.1492
10	2.482	2.290	0.1150	0.1864
11	2.564	2.355	0.1448	0.2213
12	2.636	2.412	0.1738	0.2537
13	2.699	2.462	0.2016	0.2836
14	2.755	2.507	0.2280	0.3112
15	2.806	2.549	0.2530	0.3367
16	2.852	2.585	0.2767	0.3603
17	2.894	2.620	0.2990	0.3822
18	2.932	2.651	0.3200	0,4025
19	2.968	2.681	0.3398	0.4214
20	3.001	2.709	0.3585	0.4391
21	3.031	2.733	0.3761	0.4556
22	3.060	2.758	0.3927	0.4711
23	3.087	2.781	0,4085	0.4857
24	3.112	2.802	0.4234	0.4994

25	3.135	2.822	0.4376	0.5123
26	3.157	2.841	0.4510	0.5245
27	3.178	2.859	0.4638	0.5360
28	3.199	2.876	0.4759	0.5470
29	3.218	2.893	0.4875	0.5574
30	3.236	2.908	0.4985	0.5672
31	3.253	2.924	0.5091	0.5766
32	3.270	2.938	0.5192	0.5856
33	3.286	2.952	0.5288	0.5941
34	3.301	2.965	0.5381	0.6023
35	3.316	2.979	0.5469	0.6101
36	3.330	2.991	0.5564	0.6175
37	3.343	3.003	0.5636	0.6247
38	3.356	3.014	0.5714	0.6316
39	3.369	3.025	0.5789	0.6382
40	3.381	3.036	0.5862	0.6445

Tomada de la referencia (4) del anexo C, con el permiso de la American Statistical Association.

El número de laboratorio en un determinado nivel

Tabla 4.7**PERCENTILES OF THE *t*-DISTRIBUTION**

	t.60	t.70	t.80	t.90	t.96	t.976	t.99	t.996
1	.325	.727	1.376	3.078	6.314	12.706	31.827	63.657
2	.289	.617	1.061	1.886	2.920	4.303	6.965	9.925
3	.277	.584	.978	1.638	2.353	3.182	4.541	5.841
4	.271	.569	.941	1.533	2.132	2.776	3.747	4.604
5	.267	.559	.920	1.476	2.015	2.571	3.365	4.032
6	.265	.553	.906	1.440	1.943	2.447	3.143	3.707
7	.263	.549	.896	1.415	1.895	2.365	2.998	3.499
8	.262	.546	.889	1.397	1.860	2.306	2.896	3.355
9	.261	.543	.883	1.383	1.833	2.262	2.821	3.250
10	.260	.542	.879	1.372	1.812	2.228	2.764	3.169
11	.260	.540	.876	1.363	1.796	2.201	2.718	3.106
12	.259	.539	.873	1.356	1.782	2.179	2.681	3.055
13	.259	.538	.870	1.350	1.771	2.160	2.650	3.012
14	.258	.537	.868	1.345	1.761	2.145	2.624	3.977
15	.258	.536	.866	1.341	1.753	2.131	2.602	2.947
16	.258	.535	.865	1.337	1.746	2.120	2.583	2.921
17	.257	.534	.863	1.333	1.740	2.110	2.567	2.898
18	.257	.534	.862	1.330	1.734	2.101	2.552	2.878
19	.257	.533	.861	1.328	1.729	2.093	2.539	2.861
20	.257	.533	.860	1.325	1.725	2.086	2.528	2.845

21	.257	.532	.859	1.323	1.721	2.080	2.518	2.831
22	.256	.532	.858	1.321	1.717	2.074	2.508	2.819
23	.256	.532	.858	1.319	1.714	2.069	2.500	2.807
24	.256	.531	.857	1.318	1.711	2.064	2.492	2.797
25	.256	.531	.856	1.316	1.708	2.060	2.485	2.787
26	.256	.531	.856	1.315	1.706	2.056	2.479	2.779
27	.256	.531	.855	1.314	1.703	2.052	2.473	2.771
28	.256	.530	.855	1.313	1.701	2.048	2.467	2.763
29	.256	.530	.854	1.311	1.699	2.045	2.462	2.756
30	.256	.530	.854	1.310	1.697	2.042	2.457	2.750
40	.255	.529	.851	1.303	1.684	2.021	2.423	2.703
60	.254	.527	.848	1.296	1.671	2.000	2.390	2.660
120	.254	.526	.845	1.289	1.658	1.980	2.358	2.617

Data originated from Table III of Fisher & Yates: Statistical Tables for Biological, Agricultural and Medical Research, published by Longman Group Ltd, London (previously published by Oliver and Boyd Ltd, Edinburgh)

Tabla 4.8

CRITERIOS DE EVALUACION DE RESULTADOS PARA METALES DE: PLOMO, ZINC, COBRE, HIERRO

RSD(%)=(DESVEST/PROMEDIO) X 100: VARIABILIDAD							
PRODUCTO	RANGO DE LEY	VALOR MEDIO (%)	DATOS MUY HOMOGÉNEO	DATOS REGULARMENTE HOMOGÉNEOS	DATOS REGULARMENTE VARIABLES	DATOS VARIABLES	DATOS MUY VARIABLES
CONCENTRADO	MAYOR 30%	50.00	<0.42	0.42-<0.70	0.70-<0.98	0.98-<1.26	1.26-<1.40
IMPUREZA DE CONCENTRADO	10% - 30%	10.00	<2.09	0.42-<0.70	3.45-<4.78	4.78-<6.73	6.73-<9.87
ALIMENTACION DE IMPUREZA DE CONCENTRADOS	4% - 10%	7.00	<1.50	0.42-<0.70	2.97-<4.40	4.40-<5.81	5.81-<7.19
ALIMENTACION Y RELAVE EN IMPUREZA DE CONCENTRADOS	1% - 4%	2.00	<1.75	0.42-<0.70	3.45-<5.11	5.11-<6.73	6.73-<8.32
RELAVE EN IMPUREZAS DE CONCENTRADOS	0.20% - 1.00%	0.50	<2.77	0.42-<0.70	6.73-<12.86	12.86-<18.45	18.45-<23.57
MUESTRAS DE EXPLORACION GEOQUIMICOAS	0.01% - <0.20%	0.05	<12.86	0.42-<0.70	23.57-<40.41	36.64-<40.41	40.41-<47.14
CLASIFICACION			MUY BUENO	BUENO	ACEPTABLE	POBRE	MUY POBRE

Recuperado de NORMA ISO-5725 desviación estándar relativa.

ANEXO N° 05

MANEJO Y OPERACIÓN DEL SOFTWARE DE ABSORCIÓN ATÓMICA SPECTRA



Figura 5.1 Ventana inicial del software.



Figura 5.2 Ventana de selección de plantilla de trabajo.

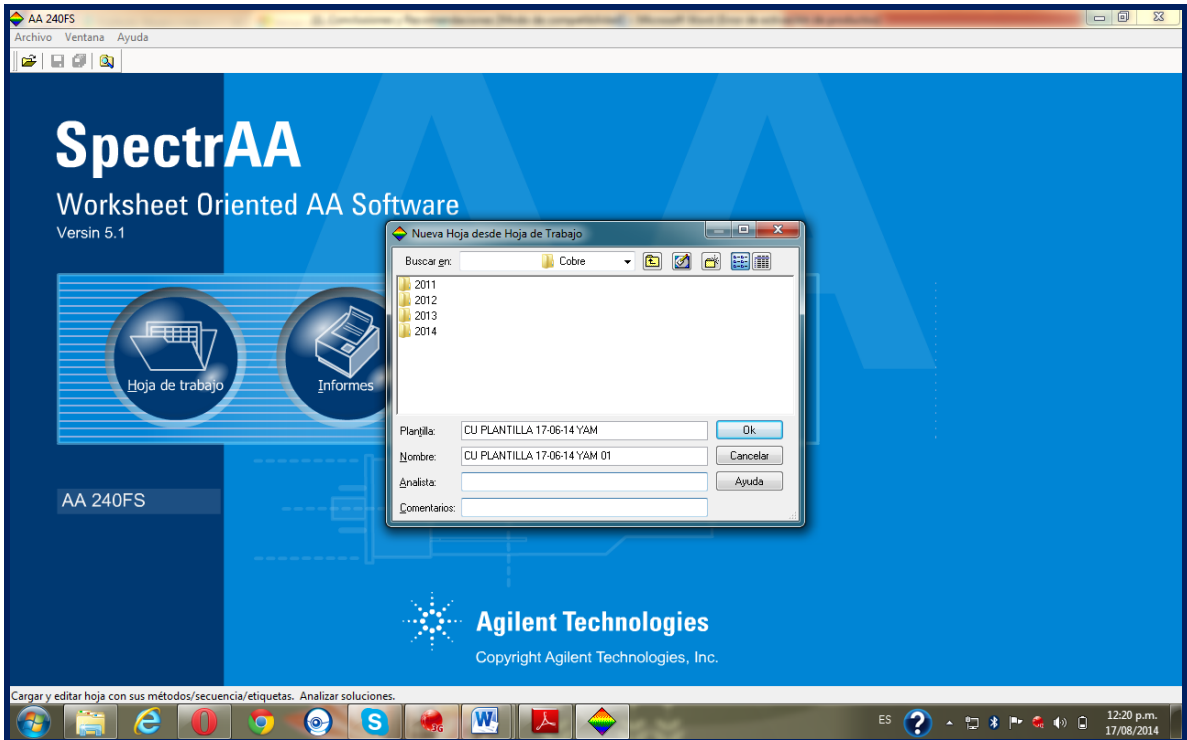


Figura 5.3 Ventana de elección del elemento a leer.

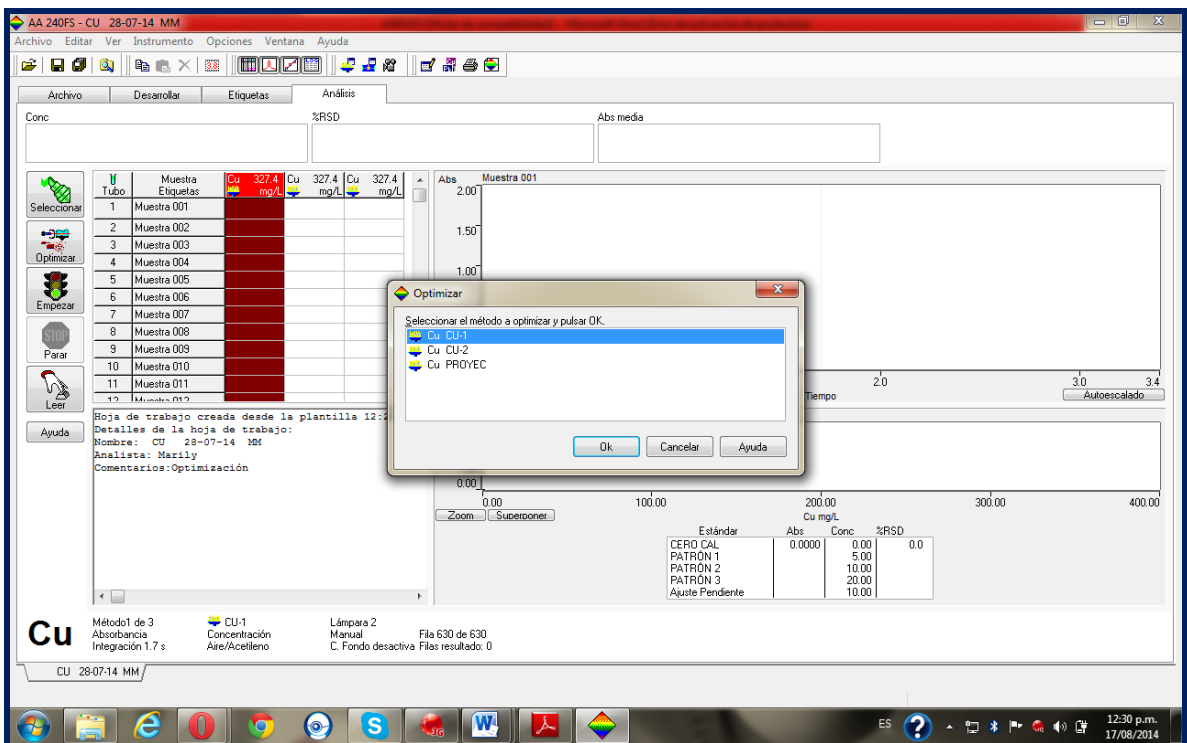


Figura 5.4 Ventana de elección de la curva a trabajar

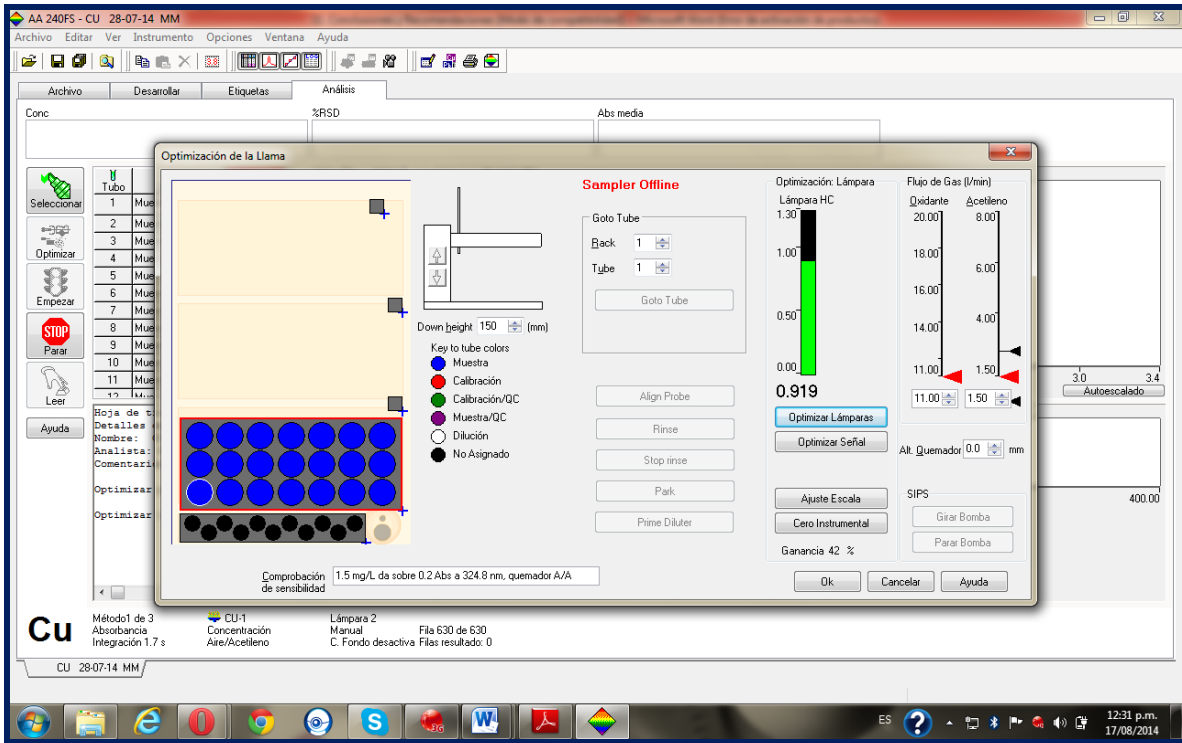


Figura 5.5 Ventana de optimización de la lámpara de cobre curva a trabajar

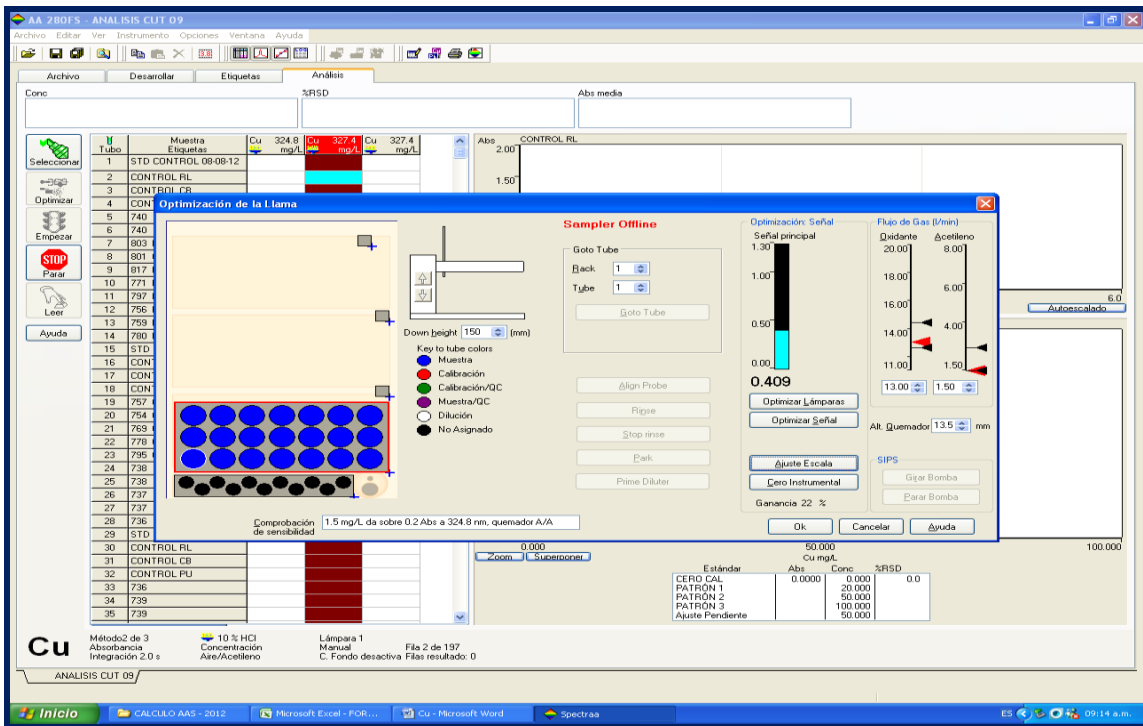


Figura 5.6 Ventana de optimización de la lámpara de cobre.

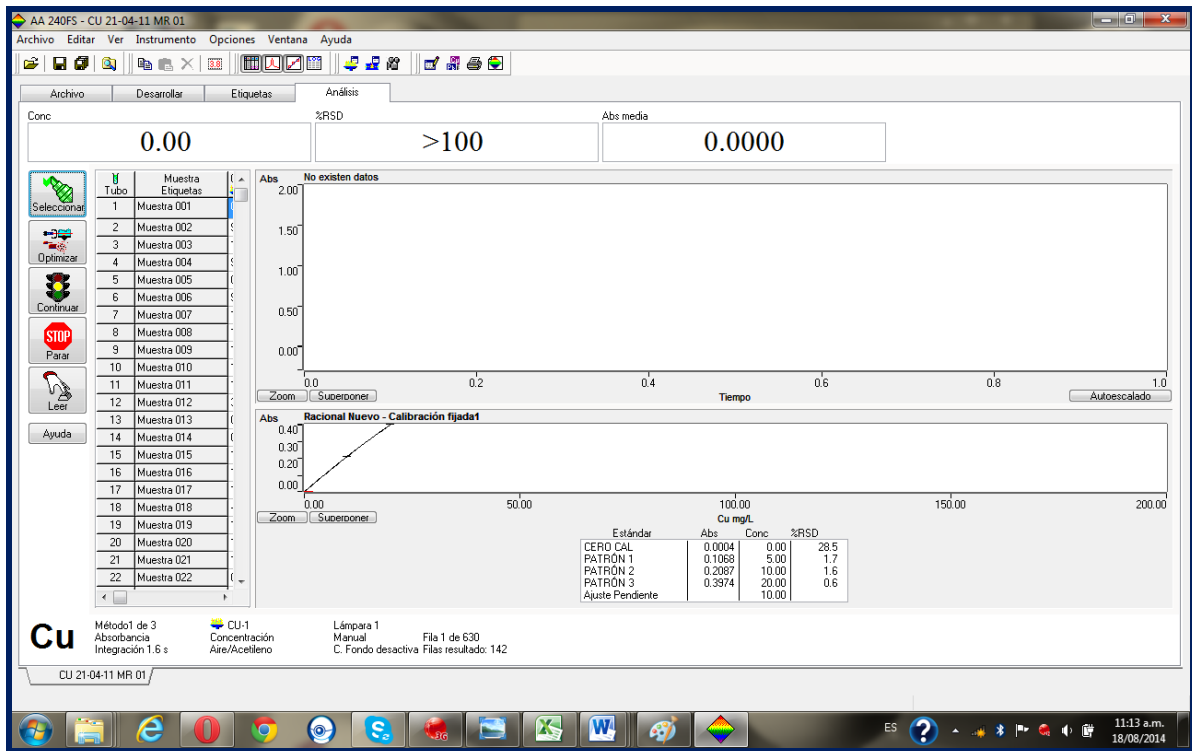


Figura 5.7 Ventana de lectura de estándares de calibración del cobre.

ANEXO N° 06

**FOTOGRAFÍAS DEL PROCESO DE ANÁLISIS
DE MUESTRAS MINERALES**



Figura 6.1 Pesado de muestras en teflones de 250 mL.



Figura 6.2 Digestión de muestras en teflones de 250 mL.



Figura 6.3 Gradilla de teflón usado en el ataque químico.



Figura 6.4 Digestión de muestras minerales.



Figura 6.5 Aforo de muestras digestadas.

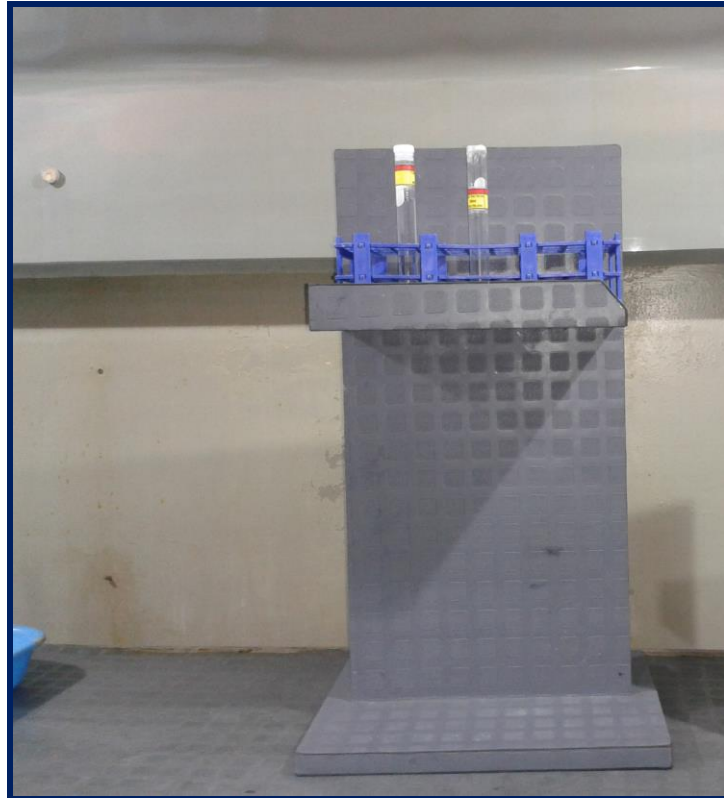


Figura 6.6. Patrón de aforo para tubos que no tienen marca de enrase.



Figura 6.7 Equipo de espectroscopía de absorción atómica modelo VARIAN AA240.

ANEXO N° 07

**PARÁMETROS DE ROBUSTEZ PARA LOS
MATERIALES DE REFERENCIA
CERTIFICADO**

PARAMETRO DE ROBUSTEZ

Se agrega este parámetro básicamente en el proceso de digestión de la muestra. Se demuestra que el procedimiento analítico no será afectado por variaciones pequeñas pero deliberadas en los parámetros del método proveyendo una indicación de su fiabilidad durante su uso habitual.

MATERIAL DE REFERENCIA GBM 398-4 (%)

COBRE:

Robustez	Variables		A	a	B	b	C	c	D	d		
		Peso	0.2500	0.3000								
		Temperatura			150	200						
		Volumen					25 mL	100 mL				
		Dosificación de Acido HF							10 mL	0 mL		
	Efecto de cambios	Material de referencia certificado:										
		Valor de variables	Ensayos									
			1	2	3	4	5	6	7	8		
		A,a	A	A	A	A	a	a	a	a		
		B,b	B	B	b	b	B	B	b	b		
		C,c	C	c	C	c	C	c	C	c		
		D,d	D	D	d	d	d	d	D	D		
		Resultados	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8		
			0.3889	0.3893	0.3875	0.3880	0.3898	0.3895	0.3869	0.3894		
		Determinación de Diferencias:					Promedio Var X	Promedio Var x	D _i ²			
Condición de Método Robusto:		D _{A-a}	(R1+R2+R3+R4)/4 - (R5+R6+R7+R8)/4		0.3884	0.3889	2.2562E-07	S _{Dl}	S _R			
$S_{Dl} < S_{R\text{Intralab}}$		D _{B-b}	(R1+R2+R5+R6)/4 - (R3+R4+R7+R8)/4		0.3894	0.3880	2.0306E-06	0.00090	0.06364			
$S_{Dl} = \sqrt{2^2 \sum (D_i^2/n)}$; n= número de variables		D _{C-c}	(R1+R3+R5+R7)/4 - (R2+R4+R6+R8)/4		0.3883	0.3891	6.0063E-07					
		D _{D-d}	(R1+R2+R7+R8)/4 - (R3+R4+R5+R6)/4		0.3886	0.3887	5.625E-09					
					Suma		2.8625E-06					
		CONCLUSION		Método Robusto								

PLOMO:

Robustez	Variables		A	a	B	b	C	c	D	d		
		Peso	0.2500	0.3000								
		Temperatura			150	200						
		Volumen					25 mL	100 mL				
		Dosificación de Acido HF							10 mL	0 mL		
	Efecto de cambios	Material de referencia certificado:										
		Valor de variables	Ensayos									
				1	2	3	4	5	6	7	8	
		A,a	A	A	A	A	a	a	a	a		
		B,b	B	B	b	b	B	B	b	b		
		C,c	C	c	C	c	C	c	C	c		
		D,d	D	D	d	d	d	d	D	D		
		Resultados	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8		
			1.1743	1.1620	1.172	1.1698	1.1835	1.1803	1.1642	1.1578		
		Determinación de Diferencias:					Promedio Var X	Promedio Var x	D_i^2			
	D_{A-a}	$(R1+R2+R3+R4)/4 - (R5+R6+R7+R8)/4$		1.1695	1.1715	3.7056E-06	S_{D_i}	S_R				
	D_{B-b}	$(R1+R2+R5+R6)/4 - (R3+R4+R7+R8)/4$		1.1750	1.1660	8.2356E-05	0.00866	0.06364				
	D_{C-c}	$(R1+R3+R5+R7)/4 - (R2+R4+R6+R8)/4$		1.1735	1.1675	3.6301E-05						
	D_{D-d}	$(R1+R2+R7+R8)/4 - (R3+R4+R5+R6)/4$		1.1646	1.1764	0.00013983						
Condición de Método Robusto:						Suma	0.00026219					
	$S_{D_i} < S_{R_{intra}}lab$											
	$S_{D_i} = \sqrt{2 \cdot \sum(D_i^2/n)}$; n= número de variables											
		CONCLUSION		Método Robusto								

ZINC:

Robustez	Variables		A	a	B	b	C	c	D	d		
		Peso	0.2500	0.3000								
		Temperatura			150	200						
		Volumen					25 mL	100 mL				
	Dosificación de Acido HF								10 mL	0 mL		
	Efecto de cambios	Material de referencia certificado:										
		Valor de variables	Ensayos									
			1	2	3	4	5	6	7	8		
		A,a	A	A	A	A	a	a	a	a		
		B,b	B	B	b	b	B	B	b	b		
		C,c	C	c	C	c	C	c	C	c		
		D,d	D	D	d	d	d	d	D	D		
		Resultados	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8		
			0.5083	0.5156	0.4961	0.4875	0.5235	0.5145	0.5067	0.4971		
		Determinación de Diferencias:				Promedio Var X	Promedio Var x	D_i^2				
D_{A-a}	$(R1+R2+R3+R4)/4 - (R5+R6+R7+R8)/4$			0.5019	0.5105	7.3531E-05	S_{Di}	S_R				
D_{B-b}	$(R1+R2+R5+R6)/4 - (R3+R4+R7+R8)/4$			0.5155	0.4969	0.00034689	0.01131	Intralab	0.06364			
D_{C-c}	$(R1+R3+R5+R7)/4 - (R2+R4+R6+R8)/4$			0.5087	0.5037	2.4751E-05						
D_{D-d}	$(R1+R2+R7+R8)/4 - (R3+R4+R5+R6)/4$			0.5069	0.5054	2.3256E-06						
					Suma	0.0004475						
Condición de Método Robusto:	CONCLUSION <i>Método Robusto</i>											
	$S_{Di} < S_{R\text{intralab}}$											
	$S_{Di} = \sqrt{[2 * \sum(D_i^2/n)]}$; n= número de variables											

El método es robusto, puesto que ante cambios en el método la recuperación del material de referencia se encuentra dentro de los rangos establecidos del certificado.

MATERIAL DE REFERENCIA GBM 302-5 (%)

COBRE:

Robustez	Variables		A	a	B	b	C	c	D	d		
		Peso	0.2500	0.3000								
		Temperatura			150	200						
		Volumen					25 mL	100 mL				
		Dosificación de Acido HF							10 mL	0 mL		
	Efecto de cambios	Material de referencia certificado:										
		Valor de variables	Ensayos									
			1	2	3	4	5	6	7	8		
		A,a	A	A	A	A	a	a	a	a		
		B,b	B	B	b	b	B	B	b	b		
		C,c	C	c	C	c	C	c	C	c		
		D,d	D	D	d	d	d	d	D	D		
		Resultados	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8		
			0.1080	0.0980	0.112	0.1020	0.1030	0.1105	0.1102	0.1096		
		Determinación de Diferencias:					Promedio Var X	Promedio Var x	D ²			
	D _{A-a}	(R1+R2+R3+R4)/4 - (R5+R6+R7+R8)/4			0.1050	0.1083	1.1056E-05	S _{Di}	S _R			
	D _{B-b}	(R1+R2+R5+R6)/4 - (R3+R4+R7+R8)/4			0.1049	0.1085	1.2781E-05	0.00315	0.06364			
	D _{C-c}	(R1+R3+R5+R7)/4 - (R2+R4+R6+R8)/4			0.1083	0.1050	1.0726E-05					
	D _{D-d}	(R1+R2+R7+R8)/4 - (R3+R4+R5+R6)/4			0.1065	0.1069	1.8062E-07					
Condición de Método Robusto:												
$S_{Di} < S_{R, intralab}$												
$S_{Di} = \sqrt{[2^* \sum(D_i^2/n)]}$; n= número de variables												
					Suma		3.4743E-05					
					CONCLUSION		Método Robusto					

PLOMO:

Robustez	Variables		A	a	B	b	C	c	D	d		
		Peso	0.2500	0.3000								
		Temperatura			150	200						
		Volumen					25 mL	100 mL				
		Dosificación de Acido HF							10 mL	0 mL		
	Efecto de cambios	Material de referencia certificado:										
		Valor de variables	Ensayos									
			1	2	3	4	5	6	7	8		
		A,a	A	A	A	A	a	a	a	a		
		B,b	B	B	b	b	B	B	b	b		
		C,c	C	c	C	c	C	c	C	c		
		D,d	D	D	d	d	d	d	D	D		
		Resultados	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8		
			0.0238	0.0226	0.0245	0.0248	0.0236	0.0228	0.0250	0.0240		
		Determinación de Diferencias:					Promedio Var X	Promedio Var x	D_i^2			
	D_{A-a}	$(R1+R2+R3+R4)/4 - (R5+R6+R7+R8)/4$			0.0239	0.0239	5.625E-09	S_{Di}	S_R			
	D_{B-b}	$(R1+R2+R5+R6)/4 - (R3+R4+R7+R8)/4$			0.0232	0.0246	1.8906E-06	0.00082	0.06364			
Condición de Método Robusto:												
$S_{Di} < S_{R \text{ intralab}}$												
$S_{Di} = \sqrt{2 * \sum(D_i^2/n)}$; n= número de variables												
	D_{C-c}	$(R1+R3+R5+R7)/4 - (R2+R4+R6+R8)/4$			0.0242	0.0236	4.5563E-07					
	D_{D-d}	$(R1+R2+R7+R8)/4 - (R3+R4+R5+R6)/4$			0.0239	0.0239	5.625E-09					
					Suma		2.3575E-06					
	CONCLUSION		Método Robusto									

ZINC:

Robustez	Variables		A	a	B	b	C	c	D	d		
		Peso	0.2500	0.3000								
		Temperatura			150	200						
		Volumen					25 mL	100 mL				
	Dosificación de Acido HF								10 mL	0 mL		
	Efecto de cambios	Material de referencia certificado:										
		Valor de variables	Ensayos									
			1	2	3	4	5	6	7	8		
		Aa	A	A	A	A	a	a	a	a		
		B,b	B	B	b	b	B	B	b	b		
		C,c	C	c	C	c	C	c	C	c		
		D,d	D	D	d	d	d	d	D	D		
		Resultados	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8		
			0.0355	0.0356	0.034	0.0372	0.0348	0.0365	0.0361	0.0378		
		Determinación de Diferencias:										
		$D_{A-a} = (R1+R2+R3+R4)/4 - (R5+R6+R7+R8)/4$			Promedio Var X	Promedio Var x	D_i^2	S_{Di}	S_R			
Condición de Método Robusto:		$D_{B-b} = (R1+R2+R5+R6)/4 - (R3+R4+R7+R8)/4$			0.0356	0.0363	5.2563E-07	0.00109	Intralab			
$S_{Di} < S_{R\text{ intralab}}$		$D_{C-c} = (R1+R3+R5+R7)/4 - (R2+R4+R6+R8)/4$			0.0351	0.0368	2.8056E-06					
$S_{Di} = \sqrt{[2 \cdot \sum(D_i^2/n)]}$; n= número de variables		$D_{D-d} = (R1+R2+R7+R8)/4 - (R3+R4+R5+R6)/4$			0.0363	0.0356	3.9063E-07					
					Suma		4.1775E-06					
		CONCLUSION			Método Robusto							

El método es robusto, puesto que ante cambios en el método la recuperación del material de referencia se encuentra dentro de los rangos establecidos del certificado.

ANEXO N° 08

MANEJO DEL SOFTWARE DE TRABAJO

CCLAS EL

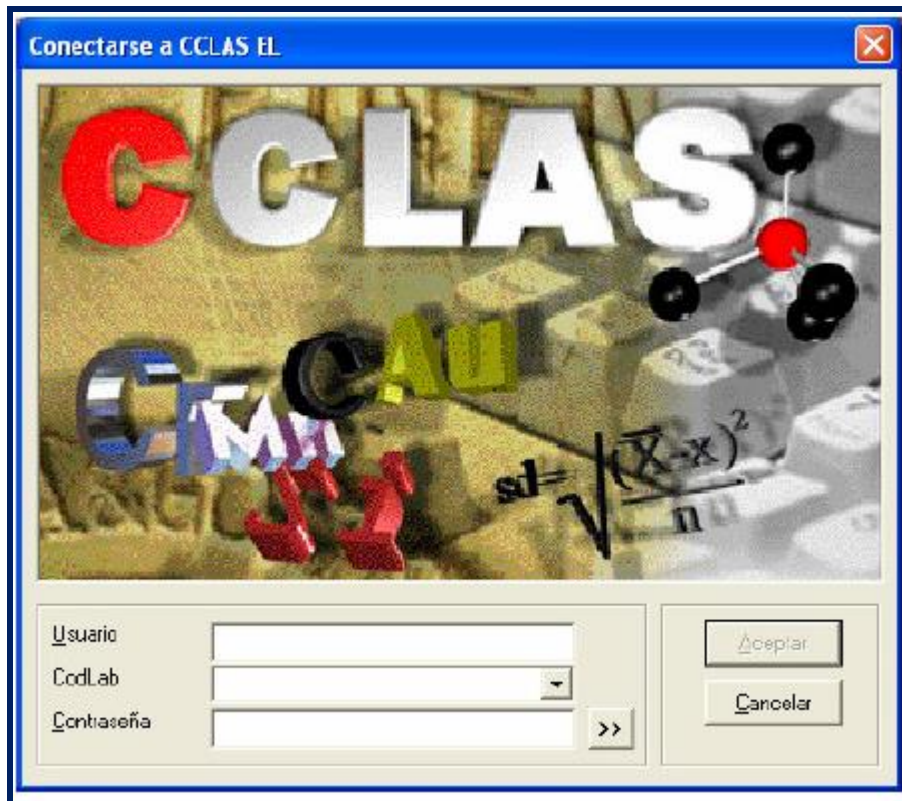


Figura 8.1 Ventana de usuario del CCLAS EL.

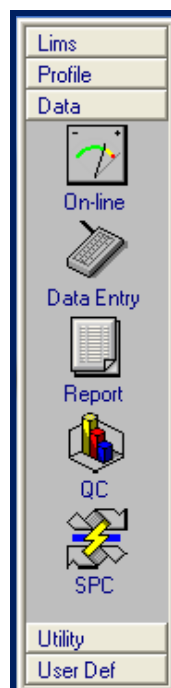


Figura 8.2 Ventana principal del CCLAS EL.

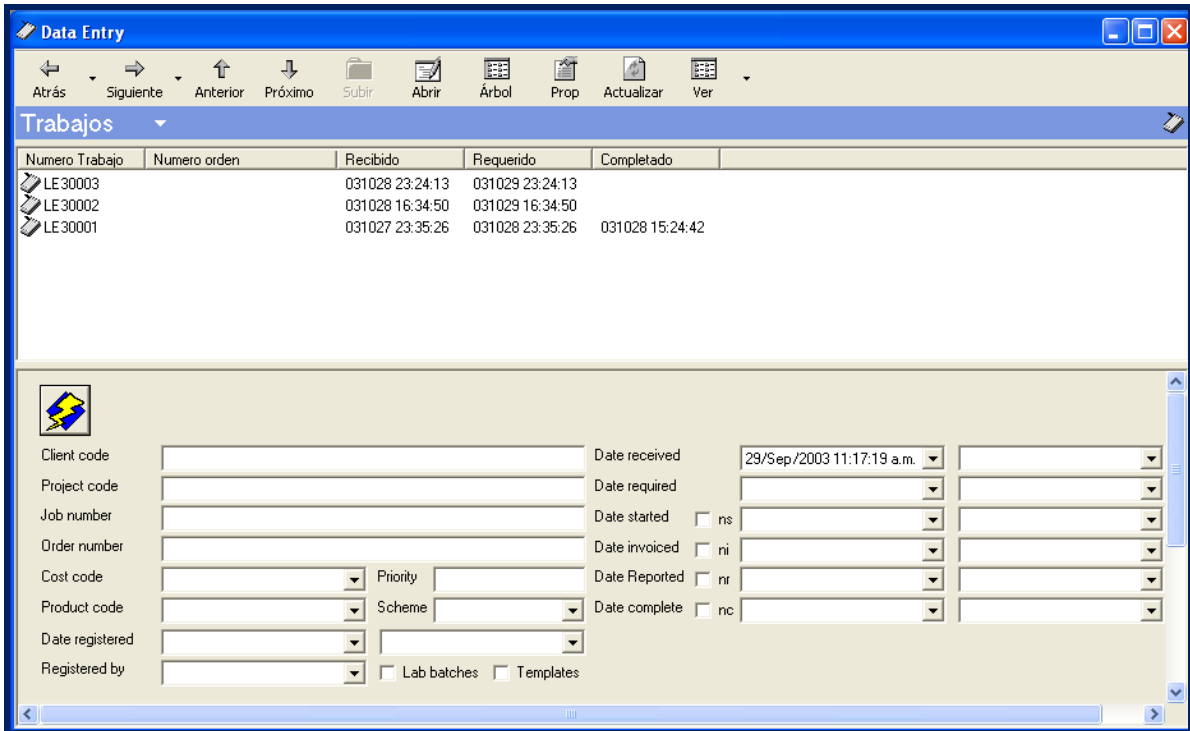


Figura 8.3 Ventana del DATA ENTRY.

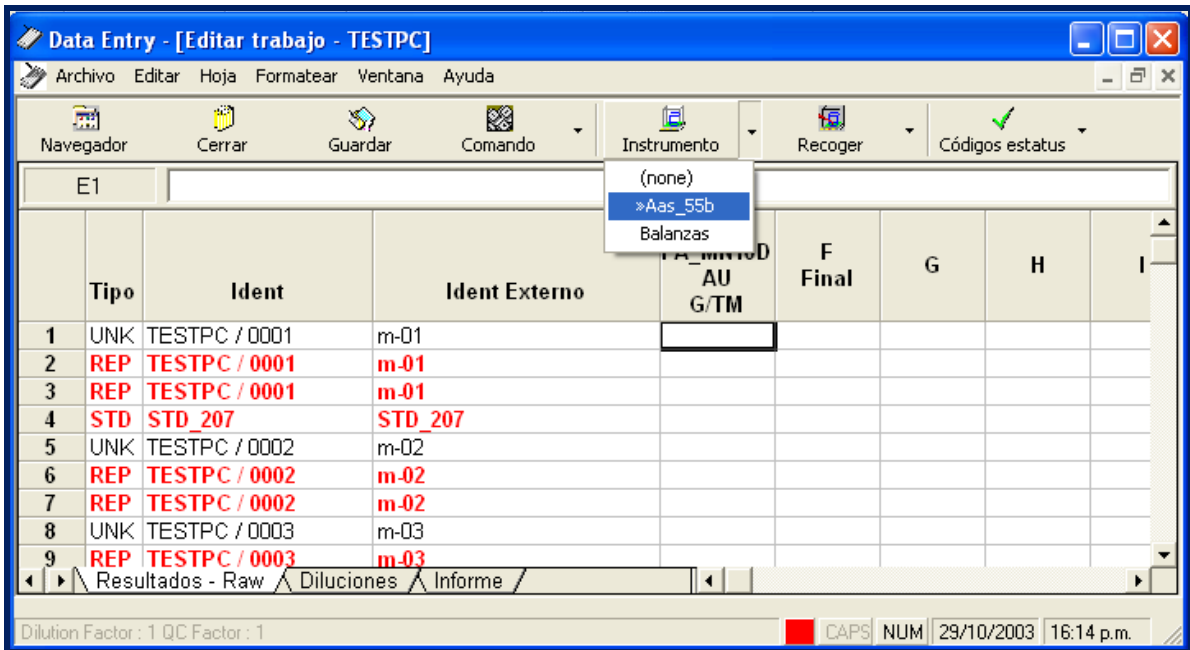


Figura 8.4 Ventana de seleccionar el instrumento de lectura, en la parte inferior de la pantalla mostrará un cuadro rojo el cual indica que el instrumento está inactivo.



Figura 8.5 ventana para seleccionar el botón recoger y seleccionar iniciar y se activara el instrumento.

Luego se iniciará las lecturas de las muestras, al finalizar se grabarán los datos, haciendo clic sobre el botón Guardar.