

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN CRISTÓBAL
DE HUAMANGA**

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y METALURGIA

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



TESIS:

**Puesta en marcha, estandarización y validación del
espectrofotómetro de absorción atómica en analitos de
cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia - UNSCH**

Para optar el título profesional de:

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTADO POR:

Bach. Ronald CASA CARRASCO

Bach. Elder ESCALANTE YUPANQUI

ASESOR:

Mg. Luis Alberto COSSIO HERRERA

AYACUCHO - PERÚ

2026

DEDICATORIA

A nuestras madres, hermanos, familiares y amigos, quienes nos motivaron a seguir adelante y nunca rendirnos. Y, sobre todo, a quienes creyeron en nosotros desde el inicio, siendo fuente de inspiración y fortaleza en cada etapa de este proyecto.

AGRADECIMIENTO

Agradecemos a la Universidad Nacional San Cristóbal de Huamanga por brindarnos la formación académica y las herramientas necesarias para el desarrollo de esta tesis. Asimismo, expresamos nuestro sincero reconocimiento a la empresa Fritzmin por su valiosa colaboración, apoyo técnico y disposición durante el proceso de investigación, los cuales fueron fundamentales para la culminación de este trabajo.

Y a todas las personas que de una u otra manera contribuyeron con el desarrollo de este trabajo.

RESUMEN

La presente investigación tuvo como objetivo principal poner en marcha, estandarizar y validar el espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110, para la determinación cuantitativa de los analitos cobre (Cu) y plata (Ag) en el Laboratorio de Metalurgia de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga (UNSCH).

El trabajo se desarrolló en tres etapas: instalación y acondicionamiento del equipo, estandarización instrumental y validación del método analítico. En la primera etapa se verificaron las condiciones ambientales, eléctricas y de seguridad necesarias para el funcionamiento del espectrofotómetro. En la segunda, se establecieron los parámetros de operación como longitud de onda, corriente de lámpara, flujo de gases, alineación del haz y aspiración del nebulizador. Finalmente, en la validación se evaluaron los criterios de aceptación establecidos por las normas ISO 17025:2017 e ICH Q2(R2), considerando los parámetros de linealidad, exactitud, precisión, límites de detección y cuantificación, sensibilidad y robustez.

Los resultados obtenidos demostraron que el método cumple con los requisitos de desempeño analítico, alcanzando coeficientes de correlación mayores a 0,999, desviaciones estándar relativas inferiores al 5%, y límites de detección adecuados para ambos analitos. Se concluye que el espectrofotómetro Perkin Elmer 3110 opera correctamente bajo las condiciones establecidas y que el método validado es confiable, preciso y reproducible, garantizando la calidad de los análisis de metales en el laboratorio.

Palabras clave: absorción atómica, validación analítica, Perkin Elmer 3110, cobre, plata, linealidad, precisión.

ABSTRACT

The main objective of this research was to implement, standardize, and validate the Perkin Elmer 3110 atomic absorption spectrophotometer for the quantitative determination of copper (Cu) and silver (Ag) in the Metallurgy Laboratory of the National University of San Cristóbal de Huamanga (UNSCH).

The study was carried out in three stages: equipment installation and setup, instrumental standardization, and analytical method validation. During the first stage, environmental, electrical, and safety conditions required for proper instrument operation were verified. In the second stage, key operational parameters were established, including wavelength, lamp current, gas flow rates, beam alignment, and nebulizer aspiration. In the validation stage, acceptance criteria based on ISO 17025:2017 and ICH Q2(R2) standards were assessed, covering linearity, accuracy, precision, detection and quantification limits, sensitivity, and robustness.

The results demonstrated that the validated method meets analytical performance requirements, achieving correlation coefficients above 0,999, relative standard deviations below 5%, and adequate detection limits for both analytes. It is concluded that the Perkin Elmer 3110 spectrophotometer operates properly under the established conditions and that the validated method is reliable, precise, and reproducible, ensuring the quality of metal analysis in the laboratory.

Keywords: atomic absorption, analytical validation, Perkin Elmer 3110, copper, silver, linearity, precision.

ÍNDICE

DEDICATORIA	2
AGRADECIMIENTO	3
ÍNDICE 6	
LISTA DE TABLAS	7
LISTA DE FIGURAS	8
CAPÍTULO I.....	10
INTRODUCCIÓN	10
CAPÍTULO II.....	17
MARCO TEÓRICO	17
CAPÍTULO III.....	45
MATERIALES Y MÉTODOS.....	45
CAPÍTULO IV	54
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	54
CONCLUSIONES	91
RECOMENDACIONES	92
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	93
LISTA DE ABREVIATURAS	97
GLOSARIO.....	99
ANEXOS.....	101

LISTA DE TABLAS

Tabla 1 Condiciones ambientales registradas durante la puesta en marcha del equipo AAS	57
Tabla 2 Parámetros del sistema durante la estandarización del equipo.....	58
Tabla 3 <i>Parámetros operacionales de las lámparas de cátodo hueco</i>	58
Tabla 4 Condiciones óptimas de operación determinadas durante la estandarización	59
Tabla 5 Datos para el intervalo lineal de Plata total.	63
Tabla 6 Datos para el intervalo lineal de Cobre total.....	65
Tabla 7 Datos límite de detección para Plata.....	66
Tabla 8 Resultados de t-student para Plata.....	67
Tabla 9 Datos límite de detección para cobre.....	68
Tabla 10 Resultados de t-student para cobre	69
Tabla 11 Repetibilidad para plata	71
Tabla 12 Reproducibilidad para plata	72
Tabla 13 Test ANOVA para reproducibilidad de Plata	73
Tabla 14 Repetibilidad para cobre	74
Tabla 15 Reproducibilidad para cobre	74
Tabla 16 Test ANOVA para reproducibilidad de cobre	75
Tabla 17 Porcentaje de recuperación para plata	76
Tabla 18 Porcentaje de error para plata	76
Tabla 19 Porcentaje de recuperación para cobre	77
Tabla 20 Porcentaje de error para cobre	77
Tabla 21 Resultados comparativos Inter laboratorios para plata.....	78
Tabla 22 Resultados comparativos Inter laboratorios para cobre	79
Tabla 23 Datos obtenidos de las lecturas de los estándares de cobre	110
Tabla 24 Datos obtenidos de las lecturas de los estándares de plata.....	111

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Diagrama de componente de un espectrómetro de AA	27
Figura 2	Proceso de absorción atómica	27
Figura 3	Componentes de un equipo de AA.....	28
Figura 4	Cámara de nebulización.....	30
Figura 5	Zonas de la llama.....	31
Figura 6	Lámpara de cátodo hueco.....	32
Figura 7	Representación esquemática de la Ley de Lambert Beer	36
Figura 8	Determinación de la linealidad	38
Figura 9	Referencia de exactitud en términos de veracidad y precisión	41
Figura 10	Linealidad del método para la determinación de plata total por AAS (absorbancia vs concentración).....	63
Figura 11	Linealidad del método para la determinación de cobre total por AAS (absorbancia vs concentración).....	65
Figura 12	Valores atípicos de Ag (ppm) Vs Laboratorios.....	79
Figura 13	Prueba de normalidad de Ag (ppm).....	80
Figura 14	Prueba e IC para dos varianzas Lab UNSCH; Lab ALS	81
Figura 15	Histograma de Lab UNSCH; Lab ALS.....	82
Figura 16	Gráfica de valores individuales de Lab UNSCH; Lab ALS.....	82
Figura 17	Valores atípicos de Cu (ppm) Vs Laboratorios	85
Figura 18	Prueba de normalidad de Cu (ppm)	86
Figura 19	Prueba e IC para dos varianzas Lab UNSCH; Lab ALS	87
Figura 20	Histograma de Lab UNSCH; Lab ALS.....	88
Figura 21	Gráfica de valores individuales de Lab UNSCH; Lab ALS.....	88
Figura 22	Equipo de absorción atómica Perkin Elmer modelo 3110.....	101
Figura 23	Compresora JAM TOOLS GERMANY	101
Figura 24	Datos de la compresora	102
Figura 25	Extractor de gases	102
Figura 26	Datos del extractor de gases.....	103
Figura 27	Balón de gas acetileno	103
Figura 28	Pipetas usadas para la preparación de curvas	104
Figura 29	Preparación de curva de plata.....	105
Figura 30	Preparación de curva de cobre	105
Figura 31	Estándar de Cobre 1000 ppm	106
Figura 32	Estándar de Plata 1000 ppm.....	106

Figura 33 Preparación de muestras para validación.....	107
Figura 34 Lectura de soluciones estándares en el equipo de absorción atómica Perkin Elmer	108
Figura 35 Medición de condiciones ambientales con termohigrómetro.....	109

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

La espectrofotometría de absorción atómica (AAS) constituye una de las técnicas más empleadas para la determinación cuantitativa de metales en matrices ambientales, industriales y minerales, debido a su sensibilidad, selectividad y confiabilidad. En el ámbito minero-metalúrgico, el análisis de metales como el cobre y la plata resulta fundamental para el control de calidad de procesos, la valorización de minerales y la investigación académica.

En el laboratorio de metalurgia de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga (UNSCH), la implementación de un equipo de absorción atómica Perkin Elmer 3110 representó una oportunidad para fortalecer las capacidades analíticas y de investigación. Sin embargo, antes de su utilización rutinaria fue indispensable realizar la puesta en marcha, la cual implicó verificar las condiciones ambientales, instalar el software especializado, y garantizar la seguridad mediante la incorporación de sistemas de ventilación y suministro de gases adecuados.

Una vez en funcionamiento, se procedió a la estandarización y validación del equipo, considerando las recomendaciones de la norma ISO/IEC 17025:2017, del Instituto Nacional de Calidad (INACAL) y las guías internacionales de validación analítica. El proceso de validación incluyó parámetros críticos como linealidad, exactitud, precisión, sensibilidad, límites de detección y cuantificación, los cuales aseguran que los resultados generados sean confiables y comparables con los de laboratorios certificados.

El presente trabajo, por tanto, no solo describe el proceso de instalación y validación del espectrofotómetro de absorción atómica en la UNSCH, sino que también constituye una referencia metodológica para el análisis de cobre y plata en muestras minerales bajo criterios de calidad internacional, aportando al desarrollo científico y tecnológico de la región.

1.1. Formulación del problema

1.2. Problema General

¿Cómo poner en marcha, estandarizar y validar el espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 para la determinación de analitos de cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia de la UNSCH, garantizando resultados precisos, exactos y trazables?

1.2.1. Problemas Específicos

- ¿Cuáles son las condiciones ambientales, de instalación y de operación adecuadas para asegurar el correcto funcionamiento del espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 en el Laboratorio de Metalurgia de la UNSCH?
- ¿Qué parámetros instrumentales y analíticos deben establecerse para estandarizar el método de determinación de cobre y plata mediante espectrofotometría de absorción atómica, garantizando la estabilidad y repetibilidad del sistema?
- ¿Cuáles son los valores de los parámetros de validación del método —linealidad, precisión, exactitud, sensibilidad, límite de detección (LOD) y límite de cuantificación (LOQ) obtenidos para los analitos cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia de la UNSCH?
- ¿Cumple el espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110, una vez validado, con los criterios de aceptación establecidos por las guías internacionales de validación analítica (Eurachem, AOAC, ICH Q2(R1)) para los analitos cobre y plata?
- ¿Son comparables los resultados obtenidos con el espectrofotómetro Perkin Elmer 3110 validado con los de un laboratorio certificado, demostrando la validez externa y la trazabilidad metrológica del equipo?

1.3. Objetivos

1.3.1. General

Realizar la puesta en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 en la determinación de analitos de cobre y plata, garantizando su correcto funcionamiento, confiabilidad analítica y comparabilidad de resultados con un laboratorio certificado, en el Laboratorio de Metalurgia de la UNSCH.

1.3.2. Específicos

- Determinar las condiciones ambientales, de instalación y de operación óptimas que aseguren el adecuado desempeño del espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 en el Laboratorio de Metalurgia – UNSCH.
- Establecer los parámetros instrumentales y analíticos necesarios para la estandarización del método de determinación de cobre y plata, a fin de obtener mediciones estables y reproducibles.
- Evaluar los parámetros de validación analítica —linealidad, precisión, exactitud, sensibilidad, límite de detección (LOD) y límite de cuantificación (LOQ) para los analitos cobre y plata, conforme a las guías internacionales de validación.
- Verificar el cumplimiento de los criterios de aceptación internacional establecidos por la Eurachem, AOAC e ICH Q2(R1) en el proceso de validación del equipo y del método.
- Comparar los resultados analíticos obtenidos con los de un laboratorio certificado bajo norma ISO/IEC 17025, con el fin de confirmar la validez externa y trazabilidad metrológica del espectrofotómetro Perkin Elmer 3110.

1.4. Justificación

1.4.1. Justificación técnica

La puesta en marcha y validación del espectrofotómetro de absorción atómica (AAS) en el laboratorio de Metalurgia de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga (UNSCH) constituye un paso fundamental para asegurar la confiabilidad y exactitud de los resultados analíticos en la determinación de metales como cobre y plata.

La validación garantiza que el equipo y el método implementado cumplan con los requisitos de desempeño establecidos por normas internacionales como la ISO/IEC 17025:2017, asegurando la trazabilidad metrológica, la precisión y la exactitud de las mediciones. Desde el punto de vista técnico, esta investigación permite optimizar las condiciones instrumentales (longitud de onda, corriente de lámpara, flujo de gases, tiempos de lectura) y establecer los parámetros de validación analítica (linealidad, límites de detección y cuantificación, precisión y exactitud), contribuyendo a la estandarización de los procedimientos internos del laboratorio.

Además, esta puesta en marcha permitirá al laboratorio operar de manera autónoma, reduciendo la dependencia de servicios externos y fortaleciendo su capacidad para ofrecer análisis confiables a nivel académico y de investigación aplicada.

1.4.2. Justificación económica

Al tener operativo el equipo de AAS en el laboratorio Metalurgia FIQM se tiene un beneficio de menor costo operativo, especialmente en términos de consumo de gases, reactivos y mantenimiento. Esta ventaja se traduce en un ahorro económico considerable durante la vida útil del equipo. Además, el AAS es una técnica analítica rápida y eficiente, para procesar un mayor número de muestras en menos tiempo. Esto se traduce en un aumento de la productividad del laboratorio, aprovechando mejor los recursos y atendiendo una mayor demanda de análisis.

1.4.3. Justificación ambiental

El análisis cuantitativo de cobre y plata en muestras minerales mediante espectrofotometría de absorción atómica tiene una relevancia directa en el monitoreo ambiental, ya que ambos metales son indicadores de contaminación derivada de la actividad minera.

La disponibilidad de un método validado y confiable en el laboratorio de Metalurgia de la UNSCH permitirá evaluar la presencia de estos metales en aguas, suelos y efluentes mineros, contribuyendo al control ambiental regional y al cumplimiento de los límites máximos permisibles (LMP) establecidos por la normativa peruana (D.S. N° 004-2017-MINAM).

De esta forma, la investigación tiene un impacto ambiental positivo al proporcionar una herramienta analítica sólida para la vigilancia de la calidad ambiental y el manejo sostenible de los recursos naturales.

1.4.4. Relevancia académica

El método de AAS es uno de los procedimientos más utilizados en a lo largo de muchos años en la ingeniería química y en la industria en los diferentes rubros como: en la minería, en alimentos, medicamentos, entre otros. Este equipo de AAS nos permite determinar más de 70 elementos en trazas los analitos más comunes que se analizan son de alto valor tales como: Cu, Pb, Zn, As, Hg, Zr, Ag, Au, Pt y otros elementos, para la determinación de analitos en solución, dando resultados en valores de trazas en concentraciones pequeñas (ppm y ppb).

Esto es mucha relevancia académica la puesta en marcha y calibración de un espectrómetro de absorción atómica radica en su contribución a la enseñanza en química analítica, el desarrollo de competencias en instrumentación, el apoyo a la investigación científica, a la colaboración y transferencia de conocimientos, a la modernización de la infraestructura analítica en laboratorio de metalurgia y al desarrollo de programas de capacitación.

1.5. Planteamiento de la hipótesis

1.5.1. Hipótesis General

La puesta en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 bajo condiciones ambientales y operativas controladas, permite obtener resultados precisos, exactos y trazables en la determinación de cobre y plata, comparables con los de un laboratorio certificado, demostrando la confiabilidad analítica del equipo.

1.5.2. Hipótesis Secundarias

- Las condiciones ambientales, de instalación y operación adecuadas (temperatura, humedad, ventilación, estabilidad eléctrica, disposición y nivelación del equipo, y control de gases), son adecuadas para que el espectrofotómetro Perkin Elmer 3110 funcione de forma estable y segura en el Laboratorio de Metalurgia–UNSCH.
- La optimización de parámetros instrumentales y analíticos (longitud de onda, flujo de aire y acetileno, tiempo de lectura, ancho de rendija y procedimiento de calibración) por lo consiguiente es posible estandarizar un método de determinación de cobre y plata que genere curvas de calibración lineales y reproducibles.
- Los valores de los parámetros de validación (linealidad, precisión, exactitud, sensibilidad, LOD y LOQ), son adecuados para la determinación de los analitos de cobre y plata con el espectrofotómetro Perkin Elmer 3110.
- El espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 validado cumple con los criterios de aceptación de Eurachem, AOAC e ICH Q2(R1), internacionales de desempeño analítico para Cu y Ag.
- Los resultados con el espectrofotómetro Perkin Elmer 3110 validado son comparables con los de un laboratorio certificado (ISO/IEC 17025) mediante análisis interlaboratorio de las mismas muestras, en consecuencia las diferencias

porcentuales son menores al 5%, demostrando comparabilidad, trazabilidad y validez externa del equipo.

1.6. Identificación de la variable

1.6.1. Variable dependiente

Resultados analíticos de determinación de cobre y plata mediante espectrofotometría de absorción atómica.

Indicadores:

- Linealidad (R^2): coeficiente de determinación $\geq 0,995$.
- Precisión (CV %): coeficiente de variación $\leq 5 \%$.
- Exactitud (% R): recuperación entre 95 – 105 %.
- Límite de detección (LD): concentración mínima detectable (calculada como $3 \times \sigma$).
- Límite de cuantificación (LC): concentración mínima cuantificable (calculada como $10 \times \sigma$).
- Sensibilidad analítica: pendiente de la curva de calibración.

1.6.2. Variable independiente

Puesta en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110

Indicadores:

- Condiciones ambientales (temperatura, humedad)
- Correcta instalación del equipo: suministro eléctrico, conexión de la compresora y extractor de gases.
- Funcionamiento correcto de la lámpara, alineación del haz, aspiración del nebulizador, calibración inicial.
- Estandarización instrumental: ajuste de longitud de onda, corriente de lámpara, flujo de gases, tiempo de lectura.

- Validación del método: cumplimiento de los parámetros de aceptación (linealidad, exactitud, precisión, límite de detección, límite de cuantificación, sensibilidad)

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

1.7. Antecedentes

1.7.1. Internacional

Fabra (2023), en su tesis tuvo como objetivo cumplir las normas y resoluciones de los entes encargados de regular la concentración de metales pesados en aguas, quien establece los parámetros y valores límites máximos permisibles en los vertimientos puntuales a cuerpos de aguas superficiales y a los sistemas de alcantarillado público, por ende, es necesario la implementación de metodologías analíticas validadas que generen resultados confiables. En este trabajo se desarrolló la validación de un método analítico normalizado para la determinación de cromo total en aguas naturales y residuales por espectrometría de absorción atómica SM 3111 B. método llama directa de aire – acetileno y SM 3030 E.1 (Digestión ácido nítrico), descritos en el Standard Methods edición 24, para dar cumplimiento a lo establecido en la norma NTC: ISO/IEC 17025: 2017. Las curvas de calibración obtenidas fueron sometidas a pruebas estadísticas como test de contraste de Grubbs para rechazo de datos anómalos, test de linealidad, prueba de homogeneidad de varianza, una prueba de normalidad, un ANOVA, entre otros, con los cuales se pudo comprobar que el modelo de regresión se ajusta al método, las muestras provienen de una distribución normal y de que no hay diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las variables. Se estableció los parámetros de la validación, como exactitud y precisión del método, de los cuales se obtuvieron resultados satisfactorios, de igual forma se estableció el LDI en 0,019mg/L y un LDM en 0,30 mg/L.

Hermanto (2022), en su trabajo de investigación comprobó la eficacia de un método para medir la cantidad de mercurio presente en una muestra de agua del río utilizando un analizador específico, cumpliendo con los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025. El autor realizó evaluaciones del desempeño analítico, abarcando aspectos como el rango lineal, límite de detección, precisión y exactitud. En Dusun Rambut Petung, un área en Lombok, Nusa Tenggara Occidental con la mayor cantidad de minería de oro artesanal en pequeña escala (ASGM), se realizó una investigación para obtener el perfil de especiación del mercurio del río Pelangan. Posteriormente, se evaluó la concentración en cada especie mediante extracción secuencial. En el rango de concentración de 0,1 - 5,0 µg/L el autor observó una excelente linealidad en la curva. Además, logró detectar niveles tan bajos como 0,014 µg/L. El método desarrollado en la investigación muestra una precisión y exactitud satisfactoria, con un RSD (desviación estándar relativa) inferior al 10%, así como una recuperación que oscila entre el 94,16 % y el 101,91 %. En el río Pelangan se encontró una fracción de mercurio que incluye organomercurio, mercurio elemental y especies ligadas a sulfuro con concentraciones aproximadas de $0,732 \pm 0,032$ µg/L para el organomercurio, $0,550 \pm 0,027$ µg/L para el mercurio elemental y los resultados de la medición demostraron estar en concordancia con el método de referencia utilizado por CV-AAS. Finalmente concluye que se puede utilizar este resultados para determinar los niveles de mercurio en el agua y así supervisar la calidad del medio ambiente.

1.7.2. Nacional

Aponte y Calderón (2014), en su tesis desarrollaron la validación del método de análisis por espectroscopia de absorción atómica para el análisis de analito de Pb en el laboratorio del grupo Glencore unidad minera Santander-Trevali. A causa de la necesidad de contar con resultados de confianza considerando que la operación de un procedimiento analítico supone introducir errores aleatorios y también sistemáticos; debido a los defectos en el manejo instrumental, defectos en la operación y defectos en el método de análisis. Solo utilizaron un método validado y sujeto a una norma de calidad permite que los resultados sean confiables frente al problema analítico que se planteó inicialmente. El método presentado fue validado siguiendo una metodología de trabajo elaborada mediante un protocolo de validación, donde se aplicaron diferentes tipos de parámetros como la consistencia, límite de detección, límite de cuantificación, precisión, veracidad, variabilidad, normalidad, especificidad, repetitividad, robustez y manejo de la incertidumbre. La investigación se realizó con pruebas experimentales, fueron realizados por 4 analistas que realizaron 30 análisis MRC (El Material de Referencia Certificado) según la norma estándar internacional, generando un total de 120 análisis el cual nos brinda referencia de la exactitud

al analizarlo con nuestro método. los datos experimentales fueron determinados mediante el software Minitab y Excel de los cuales facilitan el tratamiento de los datos estadísticos que permiten la evaluación con criterios de aceptabilidad de los parámetros de validación. Los resultados demostraron con los criterios de aceptabilidad cumple el límite de detección = 0,09788, límite de cuantificación = 0,2869, y tiene una incertidumbre = +/- 0,1401, concluyendo así que el método analítico desarrollado presentan resultados válidos y confiables.

Chukiwanka (2018). En su tesis se evaluó los parámetros de linealidad, precisión, exactitud, límite de detección, límite de cuantificación, robustez y adicionalmente se realizó cálculo de la incertidumbre. La metodología validada resultó ser lineal para los tres gráficas de calibración, reportando valores de R^2 superiores a 0.995; así mismo los límites de detección fueron de 3.199 ppm para cobre; 0.031 ppm para molibdeno y 5.333 ppm para hierro; por otro lado, los valores obtenidos para los límites de cuantificación fueron 3.316 ppm para cobre; 0.080 ppm para molibdeno y 8.833 para hierro. El estudio de precisión efectuado para la cuantificación de los tres elementos resultó ser menor a 2%. Los valores hallados para determinar la exactitud de la metodología se encontraron entre 85% y 115% para los tres elementos. La robustez se evaluó realizando un diseño factorial 2³, obteniendo resultados que evidencian la falta de influencia de los parámetros propuestos para el estudio. Finalmente, se realizó el cálculo de la incertidumbre para la metodología propuesta obteniendo como valores de U de 0.20 para cobre, 0.63 para molibdeno y 0.20 para hierro respectivamente; confirmando que este método puede ser utilizado por el laboratorio, para determinar contenidos de cobre, molibdeno y hierro en muestras geológicas.

Condori (2016). En su trabajo demostró la aplicabilidad del método analítico propuesto, aun introduciendo cambios significativos, para el análisis de Cu, Cr, Mn y Ni en suelos por absorción atómica de flama. Se estableció una evidencia documentada de que el método analítico es capaz de cumplir en forma consistente y repetitiva las especificaciones establecidas. Se presentan los resultados obtenidos del método analítico; donde se analizaron diferentes parámetros como son: veracidad, precisión, linealidad y rango de trabajo, límite de detección y cuantificación, sensibilidad y robustez. Definida las condiciones, se inicia los análisis para la evaluación de los parámetros estadísticos y se demuestra mediante el diseño experimental y los procedimientos estadísticos empleados, que el método analítico propuesto es veraz porque se obtiene un porcentaje de recuperación media de 100,41%; 100,32%; 100,05% y 100,03% en Cu, Cr, Mn, y Ni respectivamente es preciso ya que se obtiene un RSD de 0,38%, 1,20%, 0,80% y 1,34% en Cu, Cr, Mn, y Ni respectivamente siendo menor al valor máximo según Horwitz de 7,72%, 9,01%, 7,05% y

8,70% en Cu, Cr, Mn, y Ni respectivamente, es lineal porque presenta un coeficiente de correlación general de 0,9999 en Cu, Cr, Mn, y Ni respectivamente, es sensible con un límite de detección de 9,0, 6,0, 6,0 y 6,0 mg/kg en Cu, Cr, Mn, y Ni respectivamente, se demostró que el método es robusto a los cambios de masa de muestra, temperatura de secado de muestra y variación en la digestión con HCl. Cumpliendo los parámetros de validación establecidos, se comprobó de esta forma la validez del método analítico. Las ventajas que ofrece esta técnica son su sencillez y rapidez para obtener los resultados, así como también la alta sensibilidad para determinación de analitos traza.

1.7.3. Local

Licapa (2009), en su tesis, se centró en implementar y estandarizar método de análisis de absorción atómica para obtener curvas de calibración con adecuada linealidad ($R^2 > 0,995$), garantizando la confiabilidad en la determinación de metales. También presentó una buena precisión, con coeficientes de variación (% RSD < 5 %) en la Compañía Minera Catalina Huanca - trató minerales polimetálicos provenientes de la mina tales como zinc, plomo, cobre y plata. Estos se encuentran en gran o menor grado en la materia prima en bruto. El departamento de control de calidad, a través del área de laboratorio y preparación de muestras que prestan una gran labor para la producción de concentrados en la planta.

Martínez (2019), en su trabajo de investigación logró optimizar económicamente el proceso de análisis de cobre, plomo y zinc en muestras geoquímicas en la empresa SGS del Perú. SAC, para lo cual, se realizó el estudio de un nuevo proceso de digestión de muestra utilizando distintos volúmenes de ácidos en la dosificación lo que permitió mejorar la recuperación de los analitos alcanzando valores dentro del rango aceptable (90 % - 110 %). así como distintos pesos muestras a diferentes temperaturas en el área de digestión química de minerales. Estas condiciones óptimas de digestión (volumen de ácidos, peso de muestra y temperatura) permitieron obtener resultados con buena precisión (% RSD < 5 %).

2.1. Muestras minerales con contenido de cobre y plata

Los minerales que contienen cobre (Cu) y plata (Ag) poseen gran relevancia económica y tecnológica debido a su uso en la producción de materiales conductores, catalizadores, dispositivos electrónicos y aleaciones industriales. El cobre se encuentra en la naturaleza principalmente en forma de sulfuros como la calcopirita (CuFeS_2), calcosina (Cu_2S), covelina (CuS) y bornita (Cu_5FeS_4). También se presenta en formas oxidadas y carbonatadas, como la malaquita ($\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$) y la azurita ($\text{Cu}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2$) (Greenwood & Earnshaw, 2017).

La plata, por su parte, se presenta tanto en estado nativo como formando compuestos minerales, tales como argentita (Ag_2S), proustita (Ag_3AsS_3), pirargirita (Ag_3SbS_3) y cerargirita (AgCl). En la mayoría de yacimientos, la plata aparece asociada a minerales de plomo, zinc o cobre (Calderón, 2014).

La determinación cuantitativa de cobre y plata en minerales es fundamental para evaluar la ley del mineral, la eficiencia de procesos metalúrgicos y el valor económico del yacimiento. Dado que las concentraciones pueden variar desde niveles traza hasta porcentajes altos, es necesario aplicar métodos analíticos sensibles y selectivos, como la espectroscopía de absorción atómica (AAS), que permite determinar estos elementos con alta precisión (Skoog et al., 2018).

2.2. Cobre

El cobre es un elemento químico metálico perteneciente al grupo 11 de la tabla periódica, con número atómico 29 y masa atómica de 63,55 u. Su símbolo químico es Cu, del latín cuprum. Es un metal de transición con una notable conductividad eléctrica y térmica, sólo superada por la plata (Greenwood & Earnshaw, 2017).

2.2.1. Propiedades químicas y físicas

El cobre es de color rojizo, dúctil y maleable. Posee una densidad de $8,96 \text{ g/cm}^3$ y un punto de fusión de $1084,6 \text{ }^\circ\text{C}$. Puede encontrarse en estado nativo, aunque es más común en forma de sulfuros (como calcopirita CuFeS_2 , calcosina Cu_2S , covelina CuS) o en carbonatos básicos (malaquita $\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$, azurita $\text{Cu}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2$). (Greenwood & Earnshaw, 2017).

Químicamente, el cobre puede existir en los estados de oxidación +1 (cuproso) y +2 (cúprico). Las sales cúpricas son las más estables y las que presentan mayor interés analítico. En solución acuosa, los iones Cu^{2+} tienden a formar complejos estables con amoníaco, cianuros o tiourea (Harris, 2020).

2.2.2. Determinación analítica por AAS

En la espectroscopía de absorción atómica, el cobre presenta una longitud de onda característica de $324,8 \text{ nm}$, correspondiente a la transición electrónica del nivel fundamental $4s^23d^9 \rightarrow 4s^13d^{10}$. La atomización del cobre se realiza comúnmente mediante una llama aire-acetileno, alcanzando una temperatura suficiente para disociar sus compuestos sin producir ionización significativa (Skoog et al., 2018).

El límite de detección para el cobre por AAS suele encontrarse en el orden de 0,005 mg/L, dependiendo de la pureza del gas, la calidad óptica del sistema y la calibración del equipo (Agilent Technologies, 2016). La respuesta instrumental es lineal dentro de un rango de concentraciones que puede extenderse hasta 20 mg/L(ppm).

2.3. Plata

La plata es un elemento metálico de símbolo Ag (del latín argentum), número atómico 47 y masa atómica 107,87 u. Pertenece también al grupo 11 de la tabla periódica, junto con el cobre y el oro. Es un metal blanco brillante, excelente conductor del calor y la electricidad, y muy resistente a la corrosión y oxidación (Greenwood & Earnshaw, 2017).

2.3.1. Propiedades químicas y físicas

La plata se encuentra en la naturaleza tanto en estado nativo como formando parte de minerales sulfurados (argentita Ag_2S) y halogenuros (cerargirita AgCl). Posee una densidad de 10,49 g/cm³ y un punto de fusión de 961,8 °C.

Químicamente, su estado de oxidación más estable es el +1, formando sales como el nitrato de plata (AgNO_3), el cloruro de plata (AgCl) y el bromuro de plata (AgBr). En soluciones acuosas, el ion Ag^+ puede formar complejos solubles con amoníaco (ion diaminoplatina $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$), lo que se aprovecha en análisis instrumental y gravimétrico (Harris, 2020).

2.3.2. Determinación analítica por AAS

En AAS, la plata se determina a una longitud de onda característica de 328,1 nm, con alta sensibilidad y baja interferencia espectral. El proceso de atomización se realiza en una llama aire-acetileno o mediante horno de grafito, dependiendo del nivel de concentración y del tipo de muestra.

Los límites de detección para plata son típicamente de 0,001 mg/L, permitiendo su cuantificación incluso en muestras traza (Skoog et al., 2018). La linealidad del método se conserva hasta concentraciones de aproximadamente 5 mg/L(ppm).

2.4. Análisis de minerales

Según Gary (2009), señala que: la composición química es la propiedad más importante para identificar y cuantificar los minerales y para distinguirlos entre sí. Por ello el análisis de

minerales mediante diferentes métodos es la llave que permite resolver problemas relativos a la composición y naturaleza química de la materia. Los métodos de análisis de minerales se pueden clasificar en varios grupos, basados en la medida final del análisis, dependiendo del tipo, concentración entre otros factores dependiendo de la naturaleza de la muestra, estos métodos son: Gary (2009)

- a) Métodos Gravimétricos
- b) Métodos Volumétricos
- c) Métodos Instrumentales o Físicoquímicos

Los métodos físicoquímicos se basan en propiedades de interacción (absorción o emisión) de la materia con energía radiante o electromagnética, entre ellas se clasifican:

- a) Métodos Calorimétricos
- b) Métodos Espectroscópicos
- c) Métodos Cromatográficos

2.5. Técnicas espectroscópicas

El concepto de espectroscopía se refiere al análisis y observación del espectro emitido por una molécula, ion o átomo tras haber sido excitado mediante una fuente de energía. Esta disciplina, junto con sus técnicas asociadas, constituye una herramienta fundamental en los laboratorios científicos a nivel global. En las siguientes secciones se presenta una revisión histórica del desarrollo de la espectroscopía, así como una descripción de sus principales técnicas y aplicaciones.

2.5.1. Antecedentes históricos

Se tiene registro de que Leonardo da Vinci, allá por 1497, fue el primero en dejar constancia de cómo unos rayos de luz multicolores se proyectaban en el piso cuando la luz del sol pasaba a través de un recipiente con agua cerca de una ventana. (García, 2018).

No obstante, fue Isaac Newton quien profundizó en este fenómeno en 1666, notando que la luz solar se dividía en varios colores al atravesar un prisma. Inspirado por esto, creó el primer espectroscopio, un instrumento con una ranura para dejar entrar la luz, una lente, un prisma y una pantalla para mostrar el espectro. Más adelante, en 1760, el científico y matemático alemán Johann Heinrich Lambert presentó su famosa "Ley de la absorción". (Cantellano y Montaña, 2015).

En 1831, J.F. Herschel evidenció que las sales metálicas generan distintas tonalidades en la llama cuando se introducen directamente o en solución. Por ejemplo, las sales de calcio tiñen la llama de color naranja, las de sodio de amarillo, las de potasio de violeta, y las de cobre de un tono verde azulado, entre otras. Estas observaciones fueron posteriormente confirmadas por diversos investigadores, quienes propusieron que estas características podían emplearse para identificar el metal presente en una sal específica dentro de un compuesto químico. (Peñaloza et al., 2023).

En 1859, Kirschhoff y Bunsen profundizaron en la comprensión de este fenómeno al hacer incidir la luz coloreada, emitida por los metales al ser expuestos a la llama, sobre un dispositivo óptico capaz de separar dicha radiación de la luz solar. Este instrumento, denominado espectroscopio, permitió observar que cada metal exhibe un patrón característico de líneas en distintas posiciones dentro del campo visual del aparato, independiente de las condiciones experimentales o de la composición química de la sal. Además, se identificó una correlación directa entre la intensidad de las líneas espectrales y la concentración del elemento en la solución. (Peñaloza et al., 2023)

Aunque el potencial de la espectroscopía para el análisis cuantitativo fue reconocido desde finales del siglo XIX, su aplicación sistemática y su desarrollo tecnológico en el ámbito del análisis químico no se consolidaron sino hasta 1952. En ese año, en la División de Química Física de la Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization (CSIRO) en Melbourne, Australia, se diseñó el primer equipo comercial de espectroscopía de absorción atómica orientado a la cuantificación de metales. (Peñaloza et al., 2023)

2.5.2. Clasificación de técnicas

Hoy en día, existe una gran diversidad de métodos espectroscópicos, los cuales se organizan según su uso particular o la forma en que se libera o se registra la radiación que llega a la muestra. Algunas de las técnicas más destacadas son:

- Espectroscopía Infrarroja (IR): Esta técnica se fundamenta en que los enlaces químicos de las sustancias presentan frecuencias específicas de vibración y rotación. A través de la medición de la energía característica emitida por dichos enlaces, es posible identificar los elementos presentes en una muestra (Schrader, 1995).
- Espectroscopía Raman: Descubierta por el físico indio C. V. Raman en 1928, se basa en la observación de que parte de la radiación dispersada por ciertas moléculas posee una longitud de onda diferente a la de la radiación incidente. Estos

desplazamientos están directamente relacionados con la estructura química de las moléculas, lo cual permite estudiar la energía dispersada por un material al incidir sobre él un haz de luz monocromática (Mazzei, 2014).

- Espectroscopía de Rayos X: Esta técnica tiene su origen en el descubrimiento de los rayos X por el físico alemán Wilhelm Conrad Röntgen en 1895. Se utiliza para analizar las estructuras electrónicas y cristalinas de distintos materiales mediante la excitación inducida por rayos X (Bermúdez, 1967).
- Espectroscopía Ultravioleta-Visible (UV-Vis): Se fundamenta en la capacidad de una muestra para absorber o transmitir energía en función de la cantidad de sustancia presente. La absorción de radiación provoca transiciones energéticas en las moléculas, que, al retornar a su estado basal, emiten radiación de longitud de onda menor. Esta técnica es ampliamente empleada debido a su simplicidad instrumental y a su versatilidad en diversas áreas del conocimiento (Dennay y Sinclair, 1987).
- Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear (RMN): Esta técnica analiza las propiedades magnéticas de los núcleos atómicos, los cuales, al ser excitados mediante radiofrecuencias en presencia de un campo magnético, modifican su orientación. El análisis de los cambios en estos campos permite identificar los compuestos presentes en una muestra (López, 2010).
- Espectroscopía de Fluorescencia: Consiste en irradiar una muestra, generalmente con luz ultravioleta, lo que excita los electrones de ciertos compuestos, provocando que emitan luz de menor energía, usualmente en el espectro visible (Sharma y Schulman, 1999).
- Espectroscopía de Masas: En esta técnica, los componentes de una muestra son convertidos en iones gaseosos, los cuales se separan en función de su relación masa/carga bajo la influencia de un campo magnético. La ionización se logra mediante distintos métodos, como el impacto electrónico, el bombardeo con átomos rápidos (FAB) o la producción de iones enlazados (Hoffmann y Strooban, 2007).
- Espectroscopía Atómica: Esta técnica permite cuantificar la concentración de elementos dentro de una mezcla y detectar más de 70 elementos, tanto en soluciones como en muestras sólidas. Se clasifica en tres modalidades: Espectroscopía de Emisión Atómica (AES), Espectroscopía de Absorción Atómica (AAS) y Espectroscopía de Fluorescencia Atómica (AFS). Es ampliamente utilizada en el

análisis de muestras sólidas o líquidas procedentes de suelos, aguas, sedimentos, materiales biológicos y desechos industriales, siendo de gran relevancia en áreas como la Bioquímica, Toxicología, Medicina, y en los sectores farmacéutico, alimentario y petroquímico (Skoog, 2001).

2.6. Espectroscopía de absorción atómica

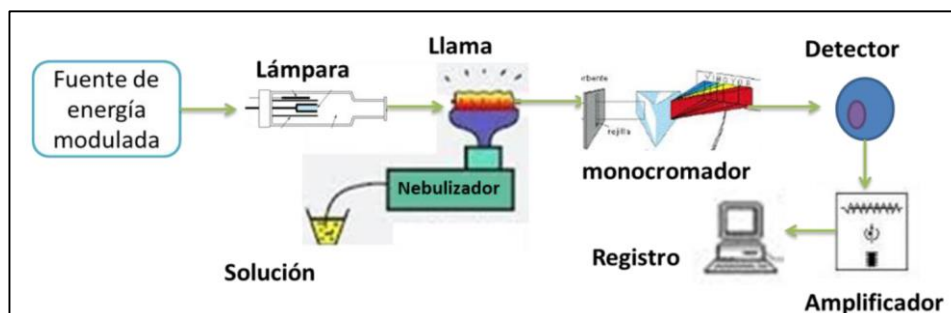
La espectroscopía de absorción atómica (AAS, por sus siglas en inglés Atomic Absorption Spectroscopy) se caracteriza por ser una técnica altamente sensible y específica, lo cual se debe a la estrechez de sus líneas de absorción atómica —que varían entre 0,002 y 0,005 nanómetros—, así como a que las energías asociadas a las transiciones electrónicas son particulares y exclusivas para cada elemento químico (Skoog et al., 2001).

2.6.1. Fundamento

Agilent Technologies (2016) explica que las técnicas de espectroscopía de absorción atómica (AAS) se fundamentan en la propiedad que tienen los átomos de absorber radiación electromagnética en una longitud de onda específica, lo que provoca su transición desde un estado fundamental hacia un estado excitado. La magnitud de esta absorción es directamente proporcional a la cantidad de átomos del analito presentes en la trayectoria del haz de luz. Para llevar a cabo la calibración del método, se emplean soluciones con concentraciones conocidas del elemento de interés, generando una curva que relaciona la absorción medida con la concentración correspondiente.

En los equipos de absorción atómica (AA), la muestra es introducida en el sistema mediante su aspiración hacia el nebulizador (ver figura 1), donde posteriormente es atomizada utilizando una llama. La combinación de aire y acetileno permite alcanzar temperaturas cercanas a los 2300 °C, lo que posibilita la atomización de aproximadamente 35 elementos. Para aquellos casos en los que se requiere una mayor temperatura, se emplea una mezcla de óxido nítrico y acetileno, la cual alcanza alrededor de 2900 °C. Una vez generados los átomos libres, estos son irradiados por una lámpara de cátodo hueco, la cual está compuesta por un cilindro de vidrio sellado que contiene gas inerte, como neón o argón, y cuya estructura está fabricada, total o parcialmente, con el metal que se desea analizar. La radiación emitida es absorbida por la muestra y, posteriormente, la energía restante es captada por un detector. (Peñaloza & Barúa, 2023)

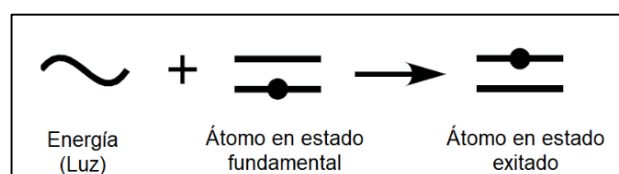
Figura 1
Diagrama de componente de un espectrómetro de AA



Nota. Tomado de Técnica espectroscópica de absorción atómica para determinaciones en química ambiental (Peñaloza & Barúa, 2023)

La figura 2 muestra la descripción del fundamento teórico de la técnica de espectroscopía de absorción atómica.

Figura 2
Proceso de absorción atómica



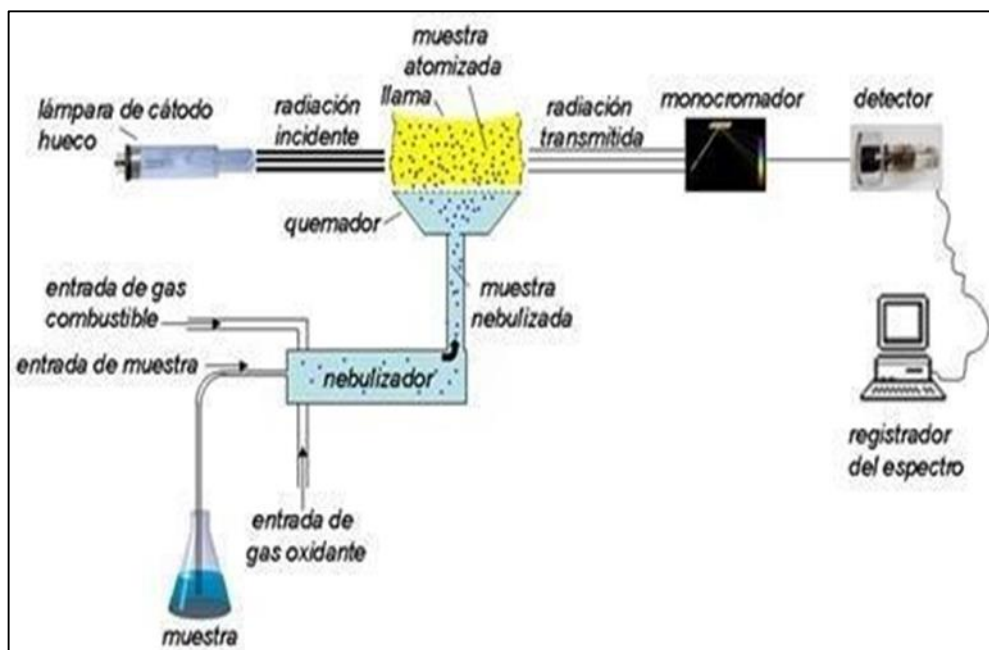
Nota. Tomado de Técnica espectroscópica de absorción atómica para determinaciones en química ambiental (Peñaloza & Barúa, 2023)

Los electrones presentes en los átomos absorben una cantidad específica de energía, correspondiente a una longitud de onda determinada, que les permite pasar temporalmente a niveles energéticos superiores, es decir, al estado excitado. Dado que tanto la energía suministrada por la llama como la que alcanza el detector son valores previamente conocidos, es posible calcular la cantidad de transiciones electrónicas que ocurren, utilizando la ley de Lambert-Beer. En consecuencia, la señal obtenida en el análisis es directamente proporcional a la concentración del elemento presente en la muestra.

2.6.2. Componentes

Un espectrofotómetro de absorción atómica está conformado por varios componentes fundamentales: una fuente de radiación, un sistema de atomización, un selector de longitud de onda y un detector. En la figura 3 se presenta un diagrama que permite visualizar de manera detallada cada una de las partes que constituyen un equipo de absorción atómica (Remache, 2013).

Figura 3
Componentes de un equipo de AA



Nota. Tomado de Validación del método analítico espectrometría de absorción atómica de llama por aire-acetileno para la determinación de cromo total en aguas naturales y residuales. (Gonzáles, 2023)

Agraz (2022), sostiene que, si bien existen distintos tipos de espectrofotómetros de absorción atómica, todos tienen en común cuatro componentes estructurales:

- Fuente de radiación: Habitualmente se emplea una lámpara de cátodo hueco, la cual consiste en un cilindro que contiene un gas inerte. Al aplicarse un voltaje, se genera un haz de luz con una longitud de onda específica, característica del elemento a analizar.
- Sistema de atomización: Está conformado por un nebulizador y un quemador. En este conjunto, la muestra líquida es transformada en un aerosol fino, que posteriormente es introducido en una llama. Allí, el solvente se evapora y se generan átomos libres en su estado fundamental, condición indispensable para la medición espectroscópica.
- Monocromador y detector: El monocromador se encarga de seleccionar y aislar la longitud de onda específica correspondiente al elemento de interés. Posteriormente, un fotomultiplicador capta la radiación transmitida y la convierte en una señal eléctrica proporcional a la cantidad de luz absorbida por los átomos presentes en la muestra.

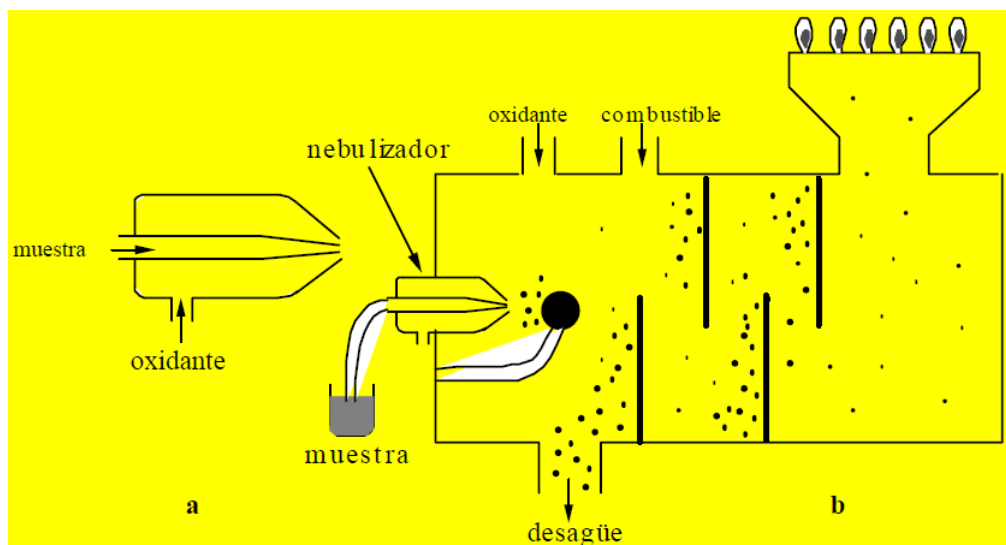
- Sistema informático con software especializado: Este componente procesa e interpreta los datos generados por el detector. A través de una curva de calibración obtenida a partir de muestras estándar, el software compara y cuantifica los resultados, facilitando su presentación en un formato comprensible y útil para el análisis químico.

2.6.3. Etapas del proceso de atomización

Las etapas que deben seguir los átomos del analito desde la disolución inicial hasta llegar a transformarse en vapor atómico son comunes para todos los métodos que utilizan llama. (Martínez, 2019).

- a) Transporte de la muestra. El transporte de la muestra, que debe estar en disolución, hasta la cámara de nebulización suele hacerse a través de un pequeño tubo de plástico. El movimiento de la disolución se produce generalmente por aspiración debido al efecto Venturi. La reproducibilidad se consigue controlando rigurosamente el flujo de oxidante. Asimismo, las características físicas de las muestras y de los patrones, tales como viscosidad, tensión superficial, etc. deben ser idénticas, por lo cual en ambos hay que utilizar el mismo disolvente. Las partículas de polvo y disoluciones turbias dificultan el buen trabajo del equipo y la reproducibilidad en el transporte. (Martínez, 2019).
- b) Nebulización. Consiste en la conversión de la disolución en una niebla muy fina o aerosol. Un tipo muy común de nebulizador, donde la muestra se aspira a través de un tubo capilar por efecto Venturi. Debido a la gran velocidad del gas en el extremo del capilar, el líquido se dispersa en gotitas muy finas. Casi siempre, el gas que se utiliza para este proceso es el oxidante, y a continuación el aerosol formado se mezcla con el combustible. Así como se muestra en la Fig. 4. (Martínez, 2019).

Figura 4
Cámara de nebulización



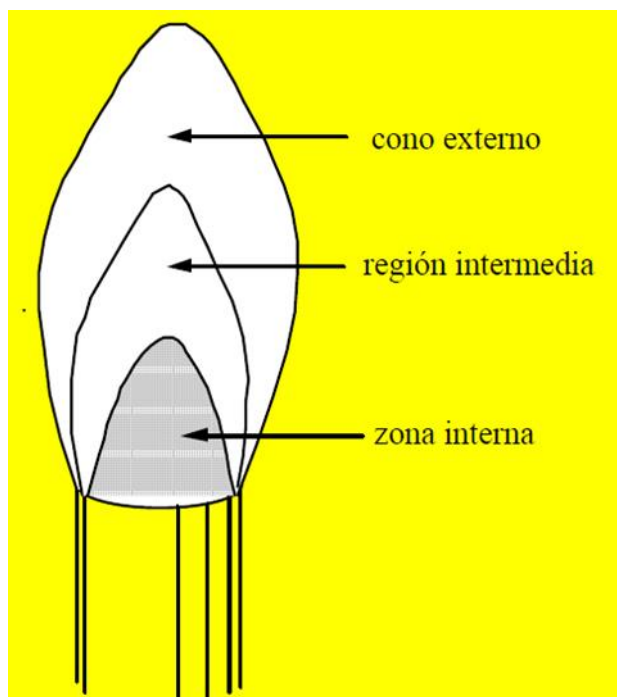
Nota. Espectroscopia de absorción atómica (ATSH, 2009).

- c) Transporte del aerosol. Esta etapa 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., con los que se pretende eliminar las gotitas de mayor tamaño producidas en la nebulización. Antes de pasar a describir los procesos que tienen lugar en el interior de la llama, es necesario considerar algunas de sus propiedades más importantes. (Martínez, 2019).

2.6.4. Características de la llama

Una llama es el resultado de una reacción exotérmica entre un gas combustible y un agente oxidante gaseoso, en la figura 5, se puede distinguir una llama típica, donde pueden distinguirse tres partes: una zona interna, una región intermedia y un cono externo.

Figura 5
Zonas de la llama



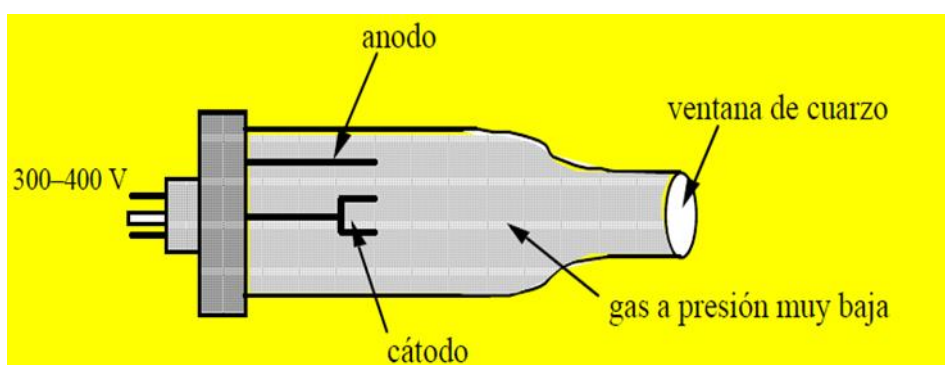
Nota. Espectroscopia de absorción atómica (ATSH, 2009).

- a) Zona interna, Corresponde a la parte más cercana al mechero, donde la combustión es incompleta debido a la insuficiente mezcla de gas comburente (aire o óxido nitroso) y gas combustible (acetileno). Suele presentar un color azul intenso, producto de la emisión de radicales como C_2 , CH y otros fragmentos carbonosos. Esta zona no se utiliza en trabajos analíticos, ya que la temperatura es relativamente baja y existe una gran cantidad de partículas y compuestos intermedios que pueden generar interferencias espectrales y químicas
- b) La 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. Es la parte de la llama más utilizada en espectroscopia analítica.
- c) Cono externo, es una zona en la que productos parcialmente oxidados en las regiones más internas pueden completar su combustión. Esta zona se enfría por el aire circundante y no se utiliza demasiado. (Martínez, 2019).

2.6.5. Instrumentación

- a) Lámparas de cátodo hueco. Consisten en un tubo de vidrio conteniendo argón o neón a baja presión (1–5 torr.) y dos electrodos. El ánodo suele ser de wolframio, y el cátodo, de forma cilíndrica, está construido con el metal que se desea determinar. Como se muestra en la figura 6. (Martínez, 2019).
- b) Fuente de radiación, es la parte más crítica del instrumento de absorción atómica es aquel emite la línea espectral del elemento de interés, ya que es muy difícil medir con buena exactitud líneas de absorción tan estrechas como las que presentan los átomos. El problema se ha resuelto aplicando el principio de que "cada especie química es capaz, en condiciones adecuadas, de absorber sus propias radiaciones". Bajo esta premisa se han desarrollado las lámparas de cátodo hueco y las lámparas de descarga sin electrodos.

Figura 6
Lámpara de cátodo hueco



Nota. Espectroscopia de absorción atómica (Agilent Technologies, 2009).

- c) Lámparas de descarga sin electrodos. Consisten en un tubo de cuarzo herméticamente cerrado conteniendo unos pocos miligramos del elemento de interés y un gas inerte a baja presión. La activación se lleva a cabo mediante un campo intenso de radiofrecuencias (100 kHz – 100 MHz) o radiación de microondas (>100 MHz). Cuando opera, el gas noble se ioniza, y los iones producidos son acelerados por el campo de radiofrecuencia hasta que adquieren la energía suficiente para excitar a los átomos del metal.
- d) Monocromador La única finalidad del monocromador es aislar la línea de resonancia del elemento de interés. El cual determina con cierta precisión para la mayor parte

de los elementos a diferencia a otros métodos, ello hace que no sea necesario un monocromador de muy alta resolución, consecuencia, no demasiado costoso, siendo este uno de los factores que han contribuido a que la técnica sea muy utilizada en la práctica ordinaria del análisis.

- e) Detector acoplado. El detector universalmente usado en absorción atómica es el tubo fotomultiplicador, es el único método que ofrece una excelente sensibilidad en el margen de longitudes de onda utilizado en esta técnica, también es aquel que registra los datos obtenidos. (Martínez, 2019).

2.6.6. Interferencias

Las interferencias en AAS son efectos no deseados que alteran la señal del analito, generando errores sistemáticos si no se identifican y corrigen adecuadamente. Estas pueden clasificarse en cuatro grandes grupos: espectrales, químicas, físicas y por ionización (Harris, 2020).

- **Interferencias espectrales**

Estas interferencias se producen cuando otras especies químicas presentes en la muestra absorben o emiten radiación a la misma longitud de onda del analito, interfiriendo directamente en la señal. La absorción de fondo, que puede provenir de especies moleculares o incluso del propio sistema de atomización, es un caso típico de este tipo de interferencia.

Para minimizar este efecto, se emplean diversos métodos de corrección. Entre los más utilizados se encuentran la corrección con lámpara de deuterio, que proporciona una fuente de radiación continua para distinguir entre la señal del analito y la del fondo, y la modulación Zeeman, que aplica un campo magnético para separar la absorción verdadera de las interferencias espectrales (Welz & Sperling, 2008).

- **Interferencias químicas**

Las interferencias químicas ocurren cuando el analito reacciona con otras sustancias presentes en la muestra, formando compuestos estables que no se atomizan fácilmente. Por ejemplo, la formación de óxidos, fosfatos o sulfuros metálicos puede reducir la eficiencia de atomización.

Para superar estas interferencias se utilizan agentes liberadores, como el lantano o el estroncio, que se combinan preferentemente con los interferentes, liberando el analito. En sistemas con horno de grafito, también es habitual el uso de modificadores químicos como el nitrato de paladio o el ácido ascórbico, que estabilizan al analito y mejoran la reproducibilidad del análisis (Skoog et al., 2018).

- Interferencias físicas

Este tipo de interferencia está relacionado con propiedades físicas de la muestra o de los estándares, tales como la viscosidad, densidad, tensión superficial o contenido de sólidos disueltos. Estas propiedades pueden alterar la tasa de nebulización, la eficiencia del transporte del aerosol o el comportamiento del analito dentro de la llama o el horno.

Para contrarrestar estos efectos, se recomienda utilizar el método de adición estándar, en el cual se añade una cantidad conocida del analito directamente a la muestra. Este método permite corregir las variaciones producidas por la matriz, ya que tanto el estándar como la muestra tienen condiciones físicas idénticas (Harris, 2020).

- Interferencias por ionización

A temperaturas elevadas, especialmente en llamas oxidantes, algunos elementos como los metales alcalinos tienden a ionizarse. Esta ionización reduce la cantidad de átomos neutros disponibles para absorber radiación, disminuyendo la señal analítica.

Para evitar este fenómeno, se recurre al uso de agentes supresores de ionización, que son generalmente elementos fácilmente ionizables, como el potasio o el cesio. Estos compiten por los electrones y estabilizan el equilibrio, favoreciendo la permanencia del analito en su forma neutra (Welz & Sperling, 2008).

El reconocimiento y manejo de las interferencias en AAS es fundamental para la calidad del análisis. Una correcta selección de los parámetros instrumentales, junto con el empleo de técnicas de corrección adecuadas, permite reducir significativamente su impacto. Además, la validación del método mediante pruebas de recuperación, precisión, linealidad y límites de detección contribuye a garantizar la fiabilidad de los resultados obtenidos.

2.6.7. Ecuación de Lambert-Beer

La espectroscopía de absorción atómica (AAS) es una técnica analítica que se basa en la capacidad que tienen los átomos en estado fundamental para absorber radiación electromagnética a una longitud de onda específica. Este fenómeno ocurre cuando los electrones de los átomos absorben energía y se excitan, es decir, pasan de su estado basal a un nivel energético superior.

Este proceso de absorción está regido por la Ley de Beer-Lambert, la cual establece que la absorbancia es directamente proporcional a la concentración de la sustancia absorbente y a la longitud del trayecto que recorre la luz a través de la muestra. Esta relación se expresa mediante la siguiente fórmula:

$$A = \log(P_0/P) = a \cdot b \cdot c$$

Donde:

- A es la absorbancia,
- P_0 y P son las intensidades del haz incidente y del haz emergente, respectivamente,
- a es la absortividad,
- b es el espesor del medio (o longitud del trayecto óptico),
- c es la concentración del analito.

Cuando se utilizan unidades de concentración molar, la constante de proporcionalidad a se denomina absortividad molar (ϵ), y la fórmula se simplifica como:

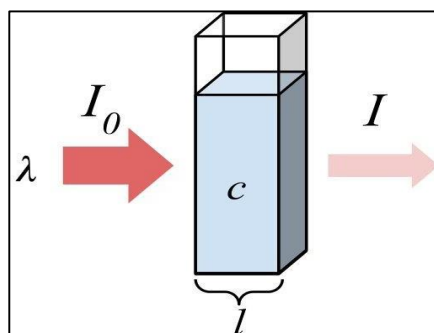
$$A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Este principio es esencial para la cuantificación de elementos en una muestra, ya que permite relacionar de forma precisa la cantidad de luz absorbida con la concentración del elemento en estudio (Skoog, 2015).

La figura 7 muestra la representación esquemática de la Ley de Lambert Beer

Figura 7

Representación esquemática de la Ley de Lambert Beer



Nota. Tomado de Conceptos, instrumentación y técnicas de espectrofotometría por absorción atómica. (Beatty, 1979).

2.6.8. Equipo de absorción Perkin Elmer 3110

En el mercado existen varios fabricantes de equipos de absorción atómica, siendo entre los más destacados: Perkin Elmer, Tecnologías Agilent, Thermo Fisher Scientific, Shimadzu, entre otros.

Cabe destacar que, independientemente del fabricante del equipo, el principio físico que rige el proceso de absorción en los espectrofotómetros de Absorción Atómica sigue siendo el mismo.

El Perkin Elmer AAnalyst 3110 es un espectrofotómetro de absorción atómica de llama, diseñado para análisis de rutina con alta sensibilidad y precisión. Es un instrumento confiable que ha sido utilizado en laboratorios ambientales, farmacéuticos, alimentarios, mineros y académicos.

2.7. Validación

2.7.1. Concepto

Cuando se realiza un análisis químico, no basta con tener un método funcional: es esencial asegurarse de que ese método realmente cumple con su propósito de forma confiable. Aquí es donde entra la validación, un proceso que permite confirmar que el método utilizado proporciona resultados exactos, precisos y reproducibles bajo condiciones específicas.

La validación es especialmente importante en laboratorios donde los resultados pueden tener implicaciones legales, sanitarias o ambientales. De hecho, se considera una etapa obligatoria en cualquier procedimiento analítico serio, ya que permite garantizar la calidad y credibilidad de los datos obtenidos (Harris, 2020).

2.7.2. Importancia

Cada muestra es diferente, y lo que funciona para una matriz puede no funcionar para otra. Por eso, antes de aplicar un método de análisis, es necesario verificar que se adapta a las características reales del trabajo que se va a hacer. Validar es, en resumen, comprobar que el método "responde bien" y que los resultados que entrega son realmente confiables.

Además, instituciones como la ICH (International Conference on Harmonisation), la USP (United States Pharmacopeia) o la ISO, han establecido criterios técnicos muy claros que los métodos deben cumplir para ser aceptados en contextos normativos o regulatorios (ICH, 2005; USP, 2020).

2.7.3. Aspectos evaluados

Existen varios parámetros clave que se consideran al validar un método. A continuación, se explican los más importantes de forma sencilla:

- Exactitud: nos dice qué tan cerca está el resultado que obtuvimos del valor real. Es como preguntar: ¿qué tan bien estamos midiendo?
- Precisión: se refiere a la consistencia del método. Si medimos la misma muestra varias veces, ¿obtenemos resultados parecidos?
- Linealidad: busca comprobar si los resultados del método aumentan de forma proporcional a la concentración del analito. Esto se suele evaluar mediante una curva de calibración.
- Límite de detección (LOD) y límite de cuantificación (LOQ): el LOD es la mínima cantidad que podemos detectar, mientras que el LOQ es la menor cantidad que podemos medir con seguridad.
- Especificidad: verifica si el método realmente mide el analito deseado, sin confundirlo con otras sustancias que puedan estar presentes.

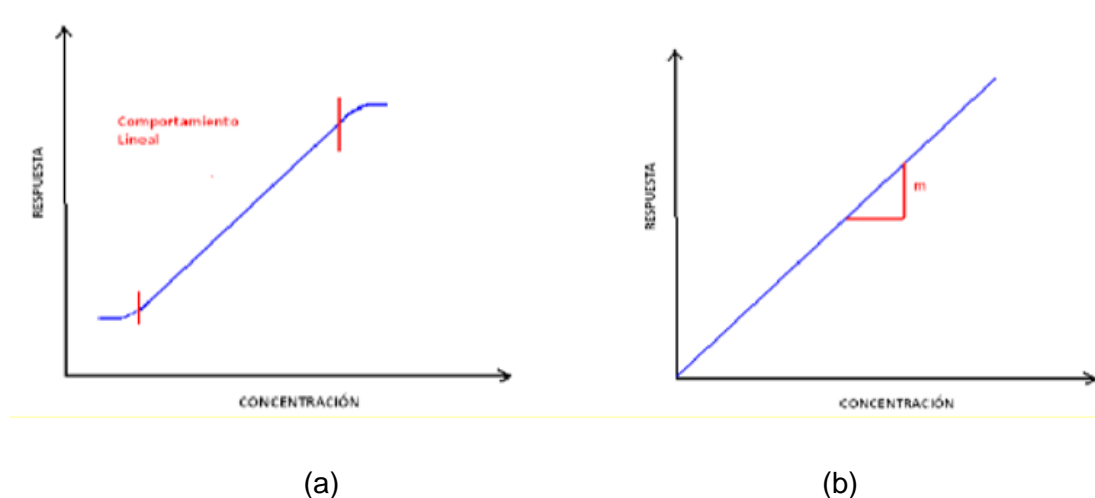
- Robustez: analiza qué tan "tolerante" es el método a pequeños cambios en las condiciones de trabajo, como temperatura, tipo de reactivo o pH. Un método robusto es estable incluso si hay pequeñas variaciones.

Estos parámetros no solo sirven para conocer las capacidades del método, sino también para definir sus límites de uso. Así, se puede aplicar con confianza y dentro de un marco controlado.

2.7.3.1. Linealidad

La linealidad es la capacidad de un método de análisis, dentro de un determinado intervalo, de dar una respuesta o resultados instrumentales que sean proporcionales a la cantidad del analito que se habrá de determinar en la muestra de laboratorio. Con el fin de determinar el rango lineal se puede realizar mediante un gráfico de concentración versus respuesta, que se conoce como Función Respuesta. Esta se establece cada día con una cierta cantidad de valores formados por un blanco y los patrones de trabajos limpios de valor teórico conocido, que cubran el intervalo de trabajo. En este sentido se recomienda abarcar valores desde cercano al cero y valores superiores al LMP o al valor de interés. El número de puntos a analizar deberá ser establecido por el analista (en general, se utiliza un mínimo de 3 valores). Luego de realizar el grafico se puede observar el comportamiento de la curva y establecer cualitativamente el rango lineal como se muestra en la figura 8 (a). Después de establecer el comportamiento lineal del método se deberá realizar la Curva de trabajo o curva de calibración figura 8 (b). Graficar los datos de concentración de los estándares de calibración estimados (X) v/s la lectura observada (Y). (Ahumada et al., 2023).

Figura 8
Determinación de la linealidad



Nota. Guía técnica de validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición (Duffau, 2010)

Evaluar los estimadores de regresión lineal del gráfico: la pendiente m , el coeficiente de correlación (R) y el punto de corte intercepto con el eje Y (L_0) (Ahumada et al., 2023).

$$Y = X \cdot m + L_0$$

2.7.3.2. Límites

Se debe tener en consideración los siguientes parámetros: Valor crítico, límite de detección (LOD) y límite de cuantificación (LOQ).

- Valor crítico (LC): El valor de la concentración o cantidad neta que en caso de superarse da lugar, para una probabilidad de error dada α , a la decisión de que la concentración o cantidad del analito presente en el material analizado es superior a la contenida en el material testigo. Se recomienda para su cálculo a lo menos seis mediciones de blanco matriz o testigo reactivo.

$$LC = t(1 - \alpha; v) \times S_0$$

$$\text{Si: } t(0,05, \infty) \rightarrow 1,645$$

$$LC = 1,645 \times S_0$$

Donde:

- ✓ t : t-Student
- ✓ $1-\alpha$: probabilidad b
- ✓ v : grados de libertad
- ✓ S_0 : desviación estándar de las lecturas del blanco matriz o testigo reactivo (Duffau, 2010).

Un resultado inferior al LC que determine la decisión no detectada no deberá interpretarse como demostración de que al analito está ausente. No se recomienda notificar tal como cero o como $< LOD$, en todo el caso el valor estimado y su incertidumbre.

- Límite de detección (LOD): la concentración o cantidad real del analito presente en el material objetivo de análisis que llevara, con una probabilidad (1-β), la conclusión de que la concentración o la cantidad del analito es mayor en el material analizado que en el material de testigo. En este caso se recomienda para el cálculo por lo menos seis mediciones de blanco de matriz, testigo o concentración estimada cercana al blanco.

$$LOC = 2t(1-\alpha;v) \times S_0$$

$$Si: t(0,05, \infty) \rightarrow 1,645$$

$$LOC = 3,39 \times S_0$$

Donde:

- ✓ t: t-Student
- ✓ 1-α: probabilidad b
- ✓ v: grados de libertad
- ✓ S₀: desviación estándar de las lecturas del blanco matriz o testigo reactivo (Duffau, 2010).

Un criterio de aceptación adecuado es $LC < LOD < LMP$. Por lo general se sugiere, para un $LMP > 0,1$ ppm, un $LOD < 0,1$ LMP y para un $LMP < 0,1$ ppm un $LOD < 1/5$ LMP. Cuando $LOD=3,29S_0$ la incertidumbre del valor medio (esperado) del material testigo es insignificante, $\alpha = \beta = 0,05$ y el valor estimado tiene una distribución normal con una varianza constante conocida.

- Límite de cuantificación (LOQ): es una característica del funcionamiento del método que suele expresarse como señal del valor (verdadero) de la medición que producirá estimaciones con una desviación estándar relativa (RSD) generalmente de 10 % o 6 %. El LOQ se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$LOQ = 10S_0$$

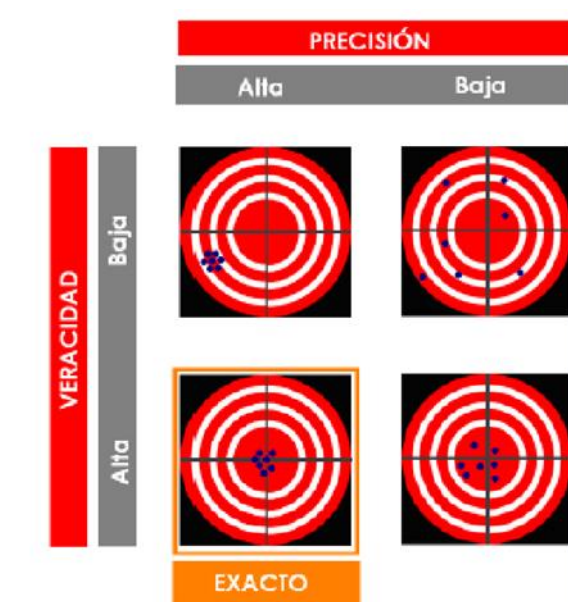
Es recomendado para su cálculo a lo menos seis mediciones del blanco matriz, testigo reactivo o concentración estimada cercana al blanco. (Ahumada et al., 2023).

2.7.3.3. Exactitud

El término “exactitud”, esta aplicado a un conjunto de resultados de un ensayo, y supone una combinación de componentes aleatorios y un componente común de error sistemático o sesgo. Cuando se aplica a un método de ensayo, el término “exactitud” se refiere a una combinación de veracidad y precisión. En el siguiente esquema de “Tiro al Blanco” con se muestra en figura 9, ampliamente utilizado para ejemplificar esto, los punto u orificios equivaldrían a los resultados analíticos y el círculo rojo al centro el rango en el cual se espera esté el valor de referencia (o verdadero) (Ahumada et al., 2023).

Figura 9

Referencia de exactitud en términos de veracidad y precisión



Nota. Guía técnica de validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición (Duffau, 2010).

2.7.3.4. Precisión

La precisión podrá establecerse en términos de repetibilidad y reproducibilidad. El grado de precisión se expresa habitualmente en términos de imprecisión y se calcula como desviación estándar de los resultados. (Ahumada et al., 2023).

2.7.3.5. Repetibilidad

Es la precisión bajo las condiciones de repetibilidad, se da condiciones donde los resultados de análisis independientes se obtienen con el mismo método en ítems de análisis idénticos

en el mismo laboratorio por el mismo operador utilizando el mismo equipamiento dentro de intervalos cortos de tiempo. Se puede determinar registrando a lo menos 6 mediciones bajo las mismas condiciones (mismo operador, mismo aparato, mismo laboratorio y en corto intervalo de tiempo) de un analito en un material de referencia. Se calcula la Desviación Estándar (Sr) y el porcentaje de coeficiente de variación (RSD%) (Ahumada et al., 2023).

2.7.3.6. Reproducibilidad

Es la precisión bajo las condiciones de reproducibilidad, se da condiciones donde los resultados de los análisis se obtienen con el mismo método en ítem idénticos de análisis en condiciones diferentes ya sea de laboratorio, diferentes operadores, usando distintos equipos, entre otros. Para determinar la precisión de la reproducibilidad Inter laboratorio (es decir, la precisión dentro de un laboratorio), se sugiere realizar 5 mediciones de un material de referencia (MRC o material control) una vez por día. También, se puede determinar registrando a lo menos 10 mediciones en días distintos, o en un mismo día cambiando a lo menos una condición analítica (ejemplo: operador, aparato, reactivos y largo intervalo de tiempo). Entonces se calcula la desviación estándar (SR) y el porcentaje de coeficiente de variación (RSD %) (Ahumada et al., 2023).

2.7.3.7. Robustez

La robustez es una medida de la capacidad de un procedimiento analítico de no ser afectado por variaciones pequeñas pero deliberadas de los parámetros del método; proporciona una indicación de la fiabilidad del procedimiento en un uso normal. En este sentido el objetivo de la prueba de robustez es optimizar el método analítico desarrollado o implementado por el laboratorio, y describir en qué condiciones analíticas (incluidas sus tolerancias), se pueden obtener a través de estos resultados confiables. Un método de ensayo es más robusto entre menos se vean afectados sus resultados frente a una modificación de las condiciones analíticas. Entre las condiciones analíticas que podrían afectar a un método se encuentran:

- Analistas
- Equipos
- Reactivos
- pH
- Temperatura

- Tiempo de reacción
- Estabilidad de la muestra
- Humedad relativa
- Otros.

Para proceder a realizar el estudio de robustez se deben identificar aquellos factores del método que posiblemente afectarían los resultados finales obtenidos a través de este. (Ahumada et al., 2023).

2.7.3.8. Incertidumbre

El resultado de la medición de una magnitud no corresponde a un solo valor, sino a un grupo de valores alrededor del resultado. La incertidumbre de una medición equivale a cuantificar la variabilidad de esa medida, de manera que sea posible apreciar la confiabilidad de los resultados. La incertidumbre se expresa como una desviación Estándar (incertidumbre estándar) o por un intervalo de confianza (incertidumbre expandida), en el cual estos valores pueden ser atribuidos a la magnitud que se mide. La incertidumbre en una medición es el parámetro asociado al resultado, esto quiere decir que caracteriza la dispersión de los valores que razonablemente pueden ser atribuidos al mesurando. En este sentido, es importante que, para un método validado o estandarizado por el laboratorio, se realice la determinación de las diferentes fuentes o componentes de la incertidumbre de la medición presentes:

- Muestreo
- Efectos de la muestra: tipo de matriz, almacenamiento, etc.
- Sesgos Instrumentales: Debido a las características de los equipos utilizados para realizar las medidas tales como: deriva, resolución, magnitudes de influencia. Ejemplo: temperatura Pureza de Reactivos: materiales de referencia, preparación de estándares.
- Analista: Debido a la serie de mediciones: variaciones en observaciones repetidas bajo condiciones aparentemente iguales.
- Condiciones de medición: Debido al certificado de calibración: en él se establecen las correcciones y las incertidumbres asociadas a ellas, para un valor de k determinado, en las condiciones de calibración. Ejemplo: material volumétrico, etc.

- Condiciones de medición: temperatura, humedad, etc.
- Otras: Método (por ejemplo, al interpolar en una recta), tablas (por ejemplo, las constantes), pesada, alícuota, efectos computacionales, etc.

Generalmente para el análisis de las fuentes de incertidumbre se utiliza análisis causa de raíz como diagrama de Ishikawa (espina de pescado) u otro tipo de diseño esquemático que permita con facilidad identificar las fuentes de incertidumbre presentes durante el proceso analítico. (Ahumada et al., 2023).

CAPÍTULO III

MATERIALES Y MÉTODOS

3.1. Tipo de investigación

Aplicada, orientada a la validación de un método analítico en el laboratorio.

3.2. Nivel de investigación

Explicativo

3.3. Diseño de la investigación

El diseño de investigación es de tipo experimental puro con enfoque cuantitativo, en el cual se evalúan las condiciones ambientales y operativas del laboratorio para realizar las mediciones instrumentales y analizar los resultados mediante procedimientos estadísticos.

El diseño puede representarse de la siguiente forma:

$$X \rightarrow O$$

Donde:

X: Aplicación del tratamiento (puesta en marcha, estandarización y validación del método).

O: Observación o medición de los resultados (datos analíticos de cobre y plata).

El estudio busca comprobar si las acciones de estandarización y validación generan resultados analíticos precisos, exactos y confiables.

3.4. Población y muestra

La población de estudio estuvo conformada por las soluciones patrón madre de cobre (Cu) y plata (Ag) de concentración 1000 ppm certificadas para su uso analítico. Estas soluciones representan la fuente de referencia principal utilizada en la calibración y validación del método de espectrofotometría de absorción atómica (AAS) mediante el equipo Perkin Elmer 3110.

La muestra se trabajó con soluciones de calibración preparadas en el rango de 0,5 a 2,0 mg/L para plata y 5,0 a 20,0 mg/L para cobre; además se consideraron 5 MRC, y 10 muestras provenientes del Laboratorio ALS PERU SA – Sede Las Bambas.

El muestreo es no probabilístico intencional, ya que se seleccionaron las soluciones y condiciones experimentales de acuerdo con los objetivos del estudio.

3.5. Técnicas e instrumentos de recolección de datos

Técnicas:

- Observación directa del comportamiento del instrumento.
- Medición instrumental mediante el espectrofotómetro de absorción atómica.
- Registro sistemático de lecturas y parámetros de validación.

Instrumentos:

- Espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110.
- Compresora de aire, extractor de gases, termohigrómetro
- Balanzas analíticas y micropipetas calibradas.
- Hojas plantillas de Excel para el tratamiento estadístico.

3.6. Técnicas de procesamiento y análisis de datos

Los datos obtenidos fueron procesados mediante herramientas estadísticas básicas aplicadas a la validación analítica:

Linealidad: Análisis de regresión lineal (coeficiente de correlación y determinación).

Precisión: Cálculo del coeficiente de variación (CV %) y análisis de varianza (ANOVA) cuando correspondió.

Exactitud: Cálculo del porcentaje de recuperación (% R).

Sensibilidad: Determinada por la pendiente de la curva de calibración.

Límites de detección y cuantificación: Calculados mediante las ecuaciones:

$$\text{LOD} = 3\sigma / m$$

$$\text{LOQ} = 10\sigma / m$$

donde σ es la desviación estándar del blanco y m la pendiente de la curva de calibración.

El procesamiento se realizó con los programas Microsoft Excel siguiendo los criterios de aceptación establecidos en las normas ISO/IEC 17025:2017 e ICH Q2(R2).

3.7. Equipos, reactivos y materiales

3.7.1. Equipos

- Espectrofotómetro de absorción atómica PERKIN ELMER 3110
- Campana extractora, MARCA ULIX, 17 m³/min
- Compresora de aire, MARCA JAM TOOLS 25L
- Termohigrómetro digital Digital HTC 2 Con Cable 1M (GIARDINO)

3.7.2. Reactivos y Soluciones

- Solución patrón madre de Plata (Ag), marca MERCK, 1000 ppm
- Solución patrón madre de Cobre (Cu), marca MERCK, 1000 ppm
- Soluciones intermedias de 5 ppm, 10 ppm y 20 ppm para cobre; 0,5 ppm, 1 ppm y 2 ppm para plata preparadas mediante dilución con agua desionizada.
- Agua desionizada H₂O
- Ácido Clorhídrico HCl 37 %, JT BAKER

3.7.3. Muestras

Se analizaron 10 muestras minerales disueltas previamente en solución acuosa, procedentes del laboratorio ALS PERU SA – Sede Las Bambas. Estas muestras se recibieron ya en solución, por lo que el presente trabajo no incluyó procesos de digestión ni disolución ácida, enfocándose exclusivamente en la validación del desempeño del equipo.

Asimismo, se emplearon dos materiales de referencia certificados (MRC) con valores conocidos de concentración de Cu y Ag, con el propósito de evaluar la exactitud y trazabilidad de las mediciones.

3.7.4. Materiales

- Fiola 250 mL, LMS, Ex 20 °C +/- 0,004 mL
- Fiola 1000 mL, LMS, Ex 20 °C +/- 0,004 mL
- Pipeta graduada 1 mL, Brand, Ex 20 °C +/- 0,05 mL
- Pipeta graduada 2 mL, Brand, Ex 20 °C +/- 0,05 mL
- Pipeta graduada 4 mL, Brand, Ex 20 °C +/- 0,05 mL
- Pipeta graduada 5 mL, Brand, Ex 20 °C +/- 0,05 mL
- Pipeta graduada 10 mL, Brand, Ex 20 °C +/- 0,05 mL
- Pipeta graduada 20 mL, Brand, Ex 20 °C +/- 0,020 mL
- Pipeta graduada 25 mL, Brand, Ex 20 °C +/- 0,05 mL
- Vaso de precipitado 200 mL, Duran, In 20°C +/- 0,05 mL
- Vaso de precipitado 400 mL, Duran, In 20°C +/- 0,05 mL
- Propipeta
- Piseta 500 mL

3.8. Parámetros de validación

3.8.1. Evaluación de la linealidad de la curva de calibración

Para la evaluación de la linealidad, se prepararon soluciones patrón de plata y cobre a partir de sus soluciones intermedia 25 mg/L y solución estándar madre de 1000 mg/L respectivamente. En el caso de la plata, los patrones abarcaron concentraciones de 0,5; 1,0 y 2,0 mg/L, mientras que para el cobre se trabajó con niveles de 5,0; 10,0 y 20,0 mg/L. Cada concentración se analizó por triplicado bajo condiciones instrumentales controladas. Con los promedios de absorbancia registrados se construyeron las curvas de calibración correspondientes (absorbancia vs. concentración en mg/L), lo que permitió establecer el intervalo lineal de respuesta para cada analito. Asimismo, se determinaron la pendiente y el intercepto de la regresión lineal, el coeficiente de correlación (r), el coeficiente de determinación (R^2) y la varianza de la pendiente; finalmente, se aplicó una prueba de significancia estadística sobre la desviación estándar de la pendiente, con el fin de confirmar la validez del modelo lineal para plata y cobre.

3.8.2. Evaluación de la precisión del método

La precisión expresa el grado de concordancia entre una serie de mediciones repetidas obtenidas bajo condiciones determinadas y refleja la dispersión de los resultados respecto al valor medio. Este parámetro se evaluó de acuerdo con los lineamientos de la Guía EURACHEM (2014) y la norma ISO/IEC 17025:2017, considerando dos niveles de verificación: repetibilidad y reproducibilidad interdiaria.

a) Repetibilidad

La repetibilidad se determinó mediante el análisis consecutivo de una solución intermedia representativa (15 mg/L para Cu y 1,5 mg/L para Ag) bajo las mismas condiciones operativas del instrumento, durante una misma jornada de trabajo, utilizando la misma calibración, analista y ambiente.

Se realizaron diez mediciones independientes por cada elemento (Cu y Ag), y se calculó la media aritmética (\bar{x}), la desviación estándar (δ) y el coeficiente de variación (%RSD), de acuerdo con la siguiente expresión:

$$\% RSD = \left(\frac{\delta}{\bar{x}} \right) \times 100$$

donde:

δ : desviación estándar de las mediciones

\bar{x} : promedio de las mediciones

Un valor de % RSD ≤ 2 % se consideró indicativo de una adecuada precisión instrumental y consistencia de las lecturas.

b) Reproducibilidad

Para evaluar la reproducibilidad, se analizó una muestra intermedia, independiente para cobre y plata (15 mg/L para Cu y 1,5 mg/L para Ag) en tres días diferentes, manteniendo las mismas condiciones de calibración y parámetros de lectura. Los resultados obtenidos permitieron verificar la estabilidad del sistema y la ausencia de variaciones en la respuesta analítica del equipo.

El coeficiente de variación interdiaria se comparó con los límites de aceptación establecidos en la literatura técnica (< 5 %), confirmando la estabilidad del método y la confiabilidad de los resultados a lo largo del tiempo.

c) Interpretación de resultados

La comparación entre los valores de % RSD obtenidos en las condiciones de repetibilidad y reproducibilidad interdiaria permitió evaluar la robustez del procedimiento analítico.

3.8.3. Evaluación de la exactitud del método

Este parámetro se evaluó conforme a las recomendaciones de la Guía EURACHEM (2014) y la norma ISO/IEC 17025:2017, mediante la determinación del porcentaje de recuperación (% R) utilizando materiales de referencia certificados (MRC).

Se emplearon 5 MRC con concentraciones certificadas de cobre (Cu) y plata (Ag), analizados en idénticas condiciones instrumentales que las muestras de estudio. Los valores medidos se compararon con los valores certificados, calculándose el porcentaje de recuperación (% R) según la ecuación:

$$\% R = \left(\frac{C_{\text{encontrada}}}{C_{\text{teórica}}} \right) \times 100$$

donde:

C_{encontrada}: concentración obtenida experimentalmente

C_{teórica}: concentración teórica adicionada

Un intervalo de recuperación comprendido entre 95 % y 105 % se consideró indicativo de buena exactitud analítica, de acuerdo con los criterios de aceptación establecidos para métodos cuantitativos por absorción atómica.

3.8.4. Evaluación límite de detección y cuantificación

3.8.4.1. Límite de detección del método

El límite de detección del método (LDM) se define como la concentración más baja de un analito que puede ser detectada de manera confiable, aunque no necesariamente cuantificada con exactitud, bajo las condiciones experimentales establecidas. Para su determinación, se analizaron diez (10) muestras blancas independientes, fortificadas a la menor concentración aceptable según la normativa ambiental vigente, asegurando que dicho valor fuese superior al límite de detección instrumental.

Con los resultados obtenidos se calculó la desviación estándar muestral (δ) y, empleando la distribución t de Student para $n - 1$ grados de libertad y un nivel de confianza del 99 %, se obtuvo el valor crítico de t.

Finalmente, el LDM se determinó mediante la siguiente expresión:

$$LDM = t_{(0,99, n-1)} \times \delta$$

donde:

n: número de replicados (10)

δ : desviación estándar de las lecturas de blanco

$t_{(0,99, n-1)}$: valor de la distribución t de Student: 99 % de confianza y 9 grados de libertad

Este procedimiento permite establecer un límite de detección estadísticamente fundamentado, garantizando la confiabilidad en la detección de bajas concentraciones de plata y cobre en las condiciones experimentales utilizadas en el equipo de absorción atómica.

3.8.4.2. Límite de detección instrumental

El límite de detección instrumental (LDI) corresponde a la menor señal analítica que un equipo puede distinguir de la señal de fondo o ruido, bajo condiciones optimizadas de operación y en ausencia de interferencias de la matriz. A diferencia del límite de detección del método (LDM), que incluye todas las etapas del procedimiento analítico, el LDI se centra exclusivamente en la respuesta del instrumento.

Para su determinación en el espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110, se midieron múltiples réplicas ($n \geq 10$) de una solución patrón diluida en la zona más cercana al blanco. Posteriormente, se calculó la desviación estándar de las lecturas de absorbancia (s) y el LDI se estimó aplicando la siguiente expresión:

$$LDI = 3 \times \delta$$

donde:

δ : *desviación estándar de las lecturas del blanco*

El factor 3 corresponde al criterio estadístico ampliamente aceptado para diferenciar la señal analítica del ruido instrumental.

Este valor permite establecer el nivel mínimo detectable por el equipo en condiciones óptimas, y constituye un parámetro fundamental para evaluar la sensibilidad intrínseca del instrumento en la determinación de plata y cobre.

3.8.4.3. Límite de cuantificación

El límite de cuantificación (LOQ) se define como la concentración más baja de un analito que puede ser determinada de forma cuantitativa con adecuada precisión y exactitud, bajo las condiciones experimentales del método. A diferencia del límite de detección, que solo establece la presencia del analito, el LOQ garantiza que la señal obtenida sea suficientemente robusta para ser medida con confiabilidad.

En este trabajo, el LOQ se determinó a partir de las desviaciones estándar obtenidas en las mediciones repetidas de blancos fortificados y estándares cercanos al límite de detección. El cálculo se realizó aplicando el siguiente criterio estadístico:

$$LOQ = 10 \times \delta$$

donde:

δ : desviación estándar de las lecturas del blanco

El factor 10 corresponde al nivel de confianza generalmente aceptado para asegurar cuantificación precisa.

De esta manera, el LOQ representa la concentración mínima de plata y cobre que puede cuantificarse con garantía de reproducibilidad y veracidad en el equipo de absorción atómica Perkin Elmer 3110. Este parámetro resulta esencial para validar la idoneidad del método en el análisis de muestras, asegurando que los resultados reportados estén respaldados por criterios estadísticos sólidos.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1. Puesta en marcha del equipo de Absorción Atómica Perkin Elmer 3110

La puesta en marcha del equipo de absorción atómica Perkin Elmer 3110 comprende un conjunto de actividades técnicas planificadas que aseguran su instalación adecuada, el cumplimiento de condiciones de seguridad y su operación bajo parámetros óptimos. Este procedimiento contempla la preparación del entorno del laboratorio, la instalación de sistemas auxiliares como la compresora de aire y el extractor de gases, la conexión y configuración del equipo, y la verificación de su funcionamiento mediante calibración y prueba analítica.

5.1.1. Preparación del entorno de laboratorio

Se evalúan las condiciones del laboratorio de metalurgia, lugar donde se instalará el equipo. Esta evaluación incluye:

- Superficie nivelada y estable para el equipo.
- Conexión eléctrica con toma a tierra.
- Espacio ventilado, libre de humedad y alejado de fuentes de calor.
- Se verifica las condiciones ambientales
- Instalación previa de campana extractora de gases, para garantizar un entorno seguro al operar con llama.

5.1.2. Adquisición e instalación del balón de gas acetileno

El gas acetileno es el combustible principal para generar la llama en el sistema de absorción atómica con llama. El procedimiento para su adquisición e instalación incluye:

- Adquisición del cilindro: Se gestiona la compra del balón de acetileno de alta pureza (99,6 % o superior), a través de un proveedor certificado. Se verifica que el cilindro esté dentro de su periodo de validez, con válvula de seguridad y con el etiquetado reglamentario según normativa local.
- Regulador de presión: Se instala un regulador doble manómetro específico para acetileno, que permite visualizar la presión del cilindro y la presión de salida hacia el equipo.
- Ubicación segura: El balón se fija verticalmente mediante una cadena o soporte, lejos de fuentes de calor, chispas o contacto directo con la llama.
- Conexión al equipo: Se conecta el cilindro al espectrofotómetro mediante mangueras especiales para gas combustible, resistentes y con acoples metálicos herméticos.
- Prueba de fugas: Se aplica una solución espumante en las conexiones para verificar que no haya fugas antes de abrir el paso del gas.

5.1.3. Instalación de la compresora de aire

La compresora de aire se utiliza como fuente de gas oxidante (aire comprimido), indispensable para mantener una llama estable. Su instalación implica:

- Ubicación en un área ventilada, seca y con acceso fácil para mantenimiento.
- Conexión a una toma eléctrica con protección térmica.
- Instalación de filtro de aire y trampa de humedad, para evitar contaminación del flujo de gas.
- Regulación de la presión de salida entre 60–80 psi.
- Pruebas de presión y flujo antes de la conexión definitiva al equipo.

5.1.4. Verificación y prueba del sistema extractor de gases

Se inspecciona el sistema de ventilación, específicamente la campana extractora de gases ubicada sobre el área del quemador. Se verifican:

- Encendido funcional del ventilador.
- Flujo de aire adecuado (caudal $\geq 300 \text{ m}^3/\text{h}$) para la evacuación segura de gases calientes, vapores y productos de combustión.
- Canalización segura hacia el exterior del laboratorio.

5.1.5. Inspección física y conexión del equipo

Se realiza una inspección física del espectrofotómetro:

- Revisión de lámpara de cátodo hueco, quemador, nebulizador, cámara de atomización.
- Limpieza preventiva de componentes.
- Conexión de líneas de gas: aire desde la compresora y acetileno desde el cilindro.
- Instalación y alineación de la lámpara correspondiente al elemento a analizar.

5.1.6. Encendido y configuración inicial

Con todos los sistemas conectados y funcionando, se procede a:

- Encender el equipo en orden secuencial.
- Configurar la longitud de onda, la corriente de la lámpara y el ancho de banda.
- Abrir el paso de gases y encender la llama controladamente.
- Observar la estabilidad y color de la llama, haciendo ajustes si es necesario.

5.1.7. Calibración y prueba funcional

Finalmente, se realiza la validación operativa del sistema mediante:

- Preparación de soluciones estándar.
- Generación de curva de calibración.
- Medición de muestras de prueba.
- Registro de parámetros óptimos de operación (presión de gases, flujo, absorbancia, tiempo de respuesta).

5.2. Condiciones ambientales de operación

Durante las jornadas de calibración y validación del equipo, se controlaron las variables ambientales de temperatura y humedad relativa, factores determinantes para la estabilidad de la llama y la respuesta del detector como se muestra en la tabla 1.

Tabla 1*Condiciones ambientales registradas durante la puesta en marcha del equipo AAS*

Día	Temperatura (°C)	Humedad relativa (%)	Observaciones
1	22,1	30	Condiciones óptimas
2	21,7	32	Condiciones óptimas
3	23,0	30	Condiciones óptimas
4	22,4	31	Condiciones óptimas
5	21,9	34	Condiciones óptimas

La temperatura se mantuvo dentro del rango recomendado (10 – 30 °C), mientras que la humedad relativa osciló entre 30 % - 80 %, lo cual favoreció una adecuada estabilidad del arco de llama.

Estas condiciones ambientales cumplieron con los criterios técnicos establecidos para equipos de espectroscopía de absorción atómica, evitando la formación de condensación o turbulencias que podrían afectar la trayectoria del haz de luz.

5.3. Instalación del sistema de gases y control de flujo

Se comprobó la correcta conexión del sistema de gases, empleando un balón de acetileno de 9 m³ y aire comprimido proveniente de una compresora de aire de 25 Litros, ambos regulados mediante manómetros calibrados. El extractor de gases se mantuvo operativo durante las pruebas, asegurando la eliminación de vapores metálicos y evitando interferencias ópticas, en la tabla 2 se muestran el flujo presión de los gases.

Tabla 2*Parámetros del sistema durante la estandarización del equipo*

Gas	Flujo (L/min)	Presión (psi)	Observaciones
Acetileno (C ₂ H ₂)	1,8	11	Llama estable
Aire comprimido	15	50	Flujo continuo
Extractor	-	-	Operativo

El flujo de acetileno y aire permitió obtener una llama oxidante estable, condición fundamental para evitar el depósito de residuos metálicos en el quemador. El funcionamiento continuo del extractor de gases contribuyó a mantener un ambiente seguro y libre de interferencias ópticas.

5.4. Verificación del funcionamiento instrumental

Durante la calibración inicial se realizaron pruebas de alineación óptica, centrado del haz y aspiración del nebulizador. La tabla 3 describe las características de las lámparas de cátodo hueco utilizadas.

Tabla 3*Parámetros operacionales de las lámparas de cátodo hueco*

Analito	Longitud de onda (nm)	Corriente de lámpara (mA)	Ancho de rendija (nm)
Cobre	324,8	15	0,7
Plata	328,1	10	0,7

El centrado del haz y la aspiración homogénea del nebulizador permitieron obtener señales estables, garantizando la confiabilidad de las lecturas posteriores.

5.5. Estandarización instrumental

Se establecieron las condiciones de operación más estables para el equipo, con base en pruebas de reproducibilidad de la señal y estabilidad de la llama. En la tabla 4 contiene los parámetros recomendados para estandarizar el equipo de absorción atómica.

Tabla 4

Condiciones óptimas de operación determinadas durante la estandarización

Parámetro	Valor óptimo	Unidad
Flujo de acetileno	1,8	L/min
Flujo de aire	15	L/min
Tiempo de lectura	3	s
Modo de lectura	Promedio de tres lecturas	-
Tipo de llama	Oxidante	-

Los valores obtenidos garantizan una señal estable y minimizan la desviación estándar de las lecturas. La selección del tiempo de lectura de 3 s por replicado permitió reducir el ruido de fondo sin prolongar innecesariamente el análisis.

5.6. Aplicación del procedimiento de validación

Con el equipo calibrado y estandarizado, se procedió a la validación de los métodos para cobre y plata, siguiendo los lineamientos de las normas ISO/IEC 17025:2017 y ICH Q2(R2). La validación incluyó los parámetros de linealidad, precisión, exactitud, límites de detección y cuantificación, y sensibilidad analítica, cuyos resultados se detallan en las secciones posteriores.

5.7. Preparación de reactivos

Las soluciones de trabajo se obtuvieron a partir de una solución estándar madre, mediante diluciones seriadas en agua desionizada. Con este procedimiento se prepararon los patrones de calibración con concentraciones de 0,5, 1,0 y 2,0 mg/L, que posteriormente fueron utilizados para la construcción de la curva de calibración correspondiente a plata (Ag). Y con

concentraciones de 5, 10 y 20 mg/L, que posteriormente fueron utilizados para la construcción de la curva de calibración correspondiente a cobre (Cu).

Las curvas de calibración se elaboraron utilizando los tres patrones de concentración previamente preparados, además de un blanco de referencia. Cada punto de la curva fue analizado por triplicado, con el fin de asegurar la confiabilidad de los datos obtenidos. Posteriormente, se representó gráficamente la concentración en función de la señal analítica registrada, lo que permitió establecer visualmente el intervalo de linealidad de ambos métodos.

5.7.1. Preparación de curvas de calibración

5.7.1.1. Estrategia de dilución

Para minimizar el error volumétrico en niveles bajos, como es el caso de la plata, se preparó primero una solución intermedia de 25 mg/L a partir de la madre 1000 mg/L, y desde ella los estándares finales.

5.7.1.2. Preparación de solución intermedia de plata Ag (25 mg/L)

$$C1 \times V1 = C2 \times V2$$

C1: Concentración 1000 ppm, solución madre Ag

V1: Volumen que se tomaron de la solución madre

C2: Concentración 25 ppm

V1: Volumen donde se preparon la solución de 25 ppm (1000 mL)

$$\frac{C2 \times V2}{C1} = V1$$

$$\frac{25 \text{ ppm} \times 1000 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = V1$$

$$25 \text{ mL} = V1$$

Por tanto, se tomará con una pipeta 25 mL de la solución madre de 1000 ppm de plata (Ag), se colocará en una fiola de 1000 mL y se aforará con agua desionizada.

5.7.1.3. Preparación de solución final de plata Ag (0,5 mg/L)

$$C1 \times V1 = C2 \times V2$$

C1: Concentración 25 ppm

V1: Volumen que se tomará de la solución intermedia Ag

C2: Concentración 0,5 ppm

V2: Volumen donde se preparará la solución de 0,5 ppm (500 mL)

$$\frac{C2 \times V2}{C1} = V1$$

$$\frac{0,5 \text{ ppm} \times 500 \text{ mL}}{25 \text{ ppm}} = V1$$

$$10 \text{ mL} = V1$$

Por tanto, se tomará con una pipeta 10 mL de la solución intermedia de 25 ppm de plata (Ag), se transferirá a una fiola de 500 mL con medio ácido de HCl al 20%, y se llevará a volumen con agua desionizada.”

5.7.1.4. Preparación de solución final de plata Ag (1 mg/L)

Se tomará con una pipeta 20 mL de la solución intermedia de 25 ppm de plata (Ag).

5.7.1.5. Preparación de solución final de plata Ag (2 mg/L)

Se tomará con una pipeta 40 mL de la solución intermedia de 25 ppm de plata (Ag).

5.7.1.6. Preparación de solución final de plata Ag (1,5 mg/L)

Se tomará con una pipeta 30 mL de la solución intermedia de 25 ppm de plata (Ag).

5.7.1.7. Preparación de patrón final cobre Cu (5,0 mg/L)

$$C1 \times V1 = C2 \times V2$$

C1: Concentración 1000 ppm, solución madre Cu

V1: Volumen que se tomará de la solución madre

C2: Concentración 5,0 ppm

V1: Volumen donde se preparará la solución de 5,0 ppm (1000 mL)

$$\frac{C2 \times V2}{C1} = V1$$

$$\frac{5,0 \text{ ppm} \times 1000 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = V1$$

$$5 \text{ mL} = V1$$

Por tanto, se tomará con una pipeta 5 mL de la solución madre de 1000 ppm de cobre (Cu), se transferirá a una fiola de 1000 mL con medio ácido de HCl al 20%, y se llevaron a volumen con agua desionizada.”

5.7.1.8. Preparación de patrón final de cobre Cu (10,0 mg/L)

Se tomará con una pipeta 10 mL de la solución madre de 1000 ppm de cobre (Cu).

5.7.1.9. Preparación de patrón final cobre Cu (20,0 mg/L)

Se tomará con una pipeta 20 mL de la solución madre de 1000 ppm de cobre (Cu).

5.7.1.10. Preparación de patrón final cobre Cu (15,0 mg/L)

Se tomará con una pipeta 15 mL de la solución madre de 1000 ppm de cobre (Cu).

5.8. Linealidad de plata

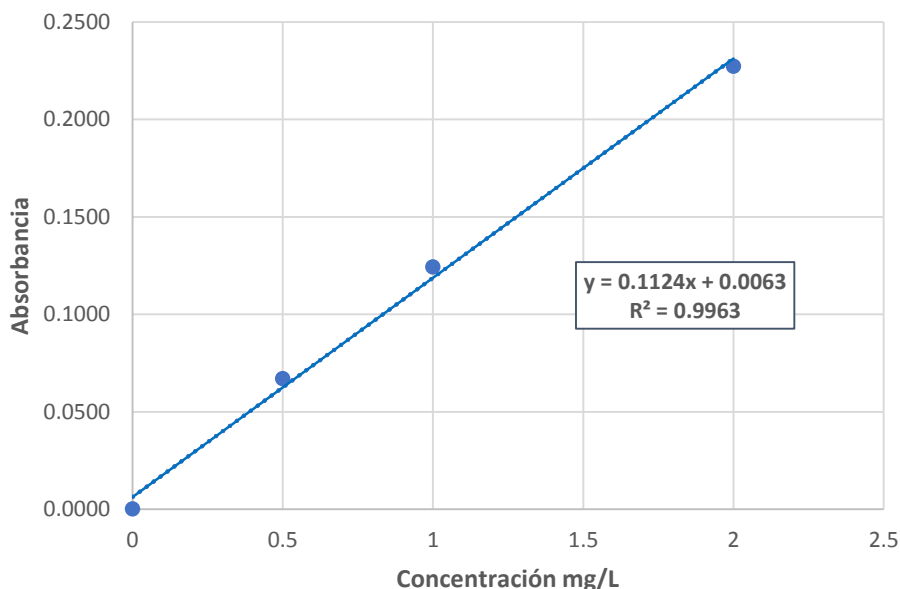
Para evaluar la linealidad, se construyeron curvas de calibración para plata en el rango de 0,5; 1,0 y 2,0 mg/L. Se obtuvo una alta correlación lineal ($R^2 > 0,995$), indicando que la señal de absorbancia es proporcional a la concentración en el rango estudiado.

La tabla 5 muestra las concentraciones del intervalo lineal y las absorbancias de la curva, para el análisis de plata, cada nivel de concentración fue preparado por dilución a partir de una solución estándar intermedia de plata de 25mg/L.

Tabla 5
Datos para el intervalo lineal de Plata total.

Concentración teórica (mg/L)	Absorbancia			Media	Desviación estándar
	1	2	3		
0	0,0001	0,0002	0,0001	0,0001	0,0001
0,5	0,067	0,0668	0,0671	0,0670	0,0002
1	0,1244	0,1240	0,1243	0,1242	0,0002
2	0,2256	0,2286	0,2275	0,2272	0,0015

Figura 10
Linealidad del método para la determinación de plata total por AAS (absorbancia vs concentración)



La figura 10 muestra la linealidad del método para la determinación de plata (Ag) evaluada a partir de la construcción de la curva de calibración, utilizando las soluciones patrones en concentraciones de 0,5; 1,0 y 2,0 mg/L.

Del análisis estadístico se obtuvo la siguiente ecuación de regresión lineal:

$$y = 0.1124x + 0.0063$$

donde la pendiente (0,1124 u.a·L/mg) corresponde al factor de sensibilidad instrumental, mientras que el intercepto (0,0063) refleja la contribución sistemática mínima del método en ausencia de analito.

El coeficiente de correlación obtenido fue $r = 0,9981$, cumpliendo con el criterio de aceptación establecido ($r \geq 0,995$), lo que demuestra que la relación entre concentración y absorbancia es altamente lineal.

El coeficiente de determinación ($R^2 = 0,9963$) indica que más del 99% de la variabilidad de la señal analítica puede ser explicada por la concentración del analito, lo cual asegura la confiabilidad del modelo en el rango evaluado.

Finalmente, se calculó el coeficiente de variación y el error relativo en cada punto de la curva de calibración, encontrándose valores inferiores al 10 %. Estos resultados confirman que el método presenta adecuada sensibilidad y linealidad para la determinación de plata en el rango de trabajo considerado.

5.9. Linealidad de cobre

La evaluación de la linealidad para la determinación de cobre (Cu) se realizó empleando soluciones patrón de 5, 10 y 20 mg/L, preparadas a partir de la solución estándar de 1000 mg/L. Los valores de absorbancia obtenidos permitieron construir la curva de calibración, cuya ecuación de regresión lineal fue:

$$y = 0.0355 x + 0.0161$$

En esta ecuación la pendiente (0,0355 u.a·L/mg) corresponde a la sensibilidad del método, indicando el incremento en absorbancia por cada aumento de 1 mg/L en la concentración de cobre. El intercepto (0,0161) refleja la señal de base asociada a factores instrumentales y ambientales en ausencia de analito.

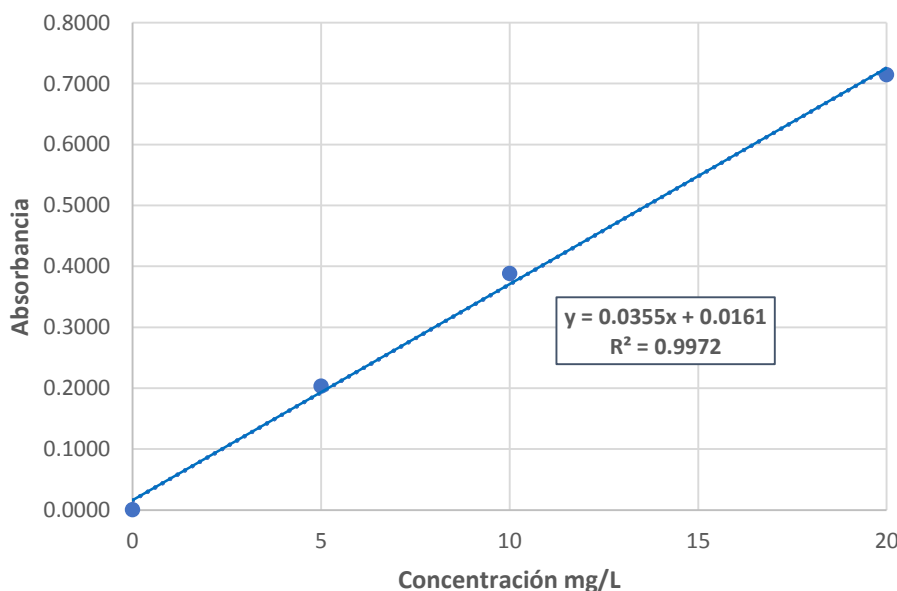
El análisis estadístico arrojó un coeficiente de correlación $r = 0,9986$, lo que evidencia una relación lineal positiva y muy fuerte entre concentración y absorbancia. Asimismo, se obtuvo un coeficiente de determinación $R^2 = 0,9972$, lo que significa que el 99,72 % de la variación en la señal analítica está explicada por la concentración de cobre en el rango de trabajo.

Estos resultados cumplen con los criterios de aceptación establecidos para la validación de métodos analíticos ($r \geq 0,995$; $R^2 \geq 0,995$), donde el coeficiente de correlación (r) evidencia una relación lineal fuerte entre la concentración y la señal analítica, mientras que el coeficiente de determinación (R^2) indica que más del 99,5 % de la variabilidad de la señal es explicada por el modelo lineal, confirmando que el método presenta alta linealidad y sensibilidad para la determinación de cobre en las condiciones de trabajo lo que muestra la tabla 6 y representado en la figura 11.

Tabla 6
Datos para el intervalo lineal de Cobre total.

Concentración teórica (mg/L)	Absorbancia			Media	Desviación estándar
	1	2	3		
0	0,0004	-0,0002	0,0005	0,0002	0,0004
5	0,2018	0,2020	0,2051	0,2030	0,0019
10	0,3894	0,3872	0,3878	0,3881	0,0011
20	0,7126	0,7160	0,7144	0,7143	0,0017

Figura 11
Linealidad del método para la determinación de cobre total por AAS (absorbancia vs concentración).



5.10. Límite de detección del método para plata

El límite de detección del método (LDM) se estimó a partir del análisis de diez blancos fortificados con una concentración cercana al valor mínimo esperado de detección. Para este caso, se trabajó con un nivel de 0,5 mg/L de Plata, siguiendo los lineamientos de validación analítica.

Para la determinación del límite de detección del método en el análisis de Plata, se procedió al estudio de 10 blancos fortificados. Los resultados obtenidos fueron organizados y se presentan en la tabla 7.

Tabla 7
Datos límite de detección para plata

Réplica	Concentración (mg/L)
Blanco 1	0,492
Blanco 2	0,498
Blanco 3	0,493
Blanco 4	0,301
Blanco 5	0,306
Blanco 6	0,301
Blanco 7	0,31
Blanco 8	0,498
Blanco 9	0,499
Blanco 10	0,497

Los resultados obtenidos presentaron una desviación estándar de

$$\delta = 0,005442$$

Aplicando la fórmula:

$$LDM = t_{(0,99, n-1)} \times \delta$$

donde t corresponde al valor de la distribución de Student para 9 grados de libertad y 99 % de confianza ($t = 2,821$), se calculó un límite de detección del método de:

$$LDM = 2,821 \times 0,005442$$

$$LDM = 2,821 \times 0,005442$$

$$LDM = 0,0154 \text{ mg/L}$$

Los resultados concuerdan con lo reportado en la literatura para metodologías basadas en espectroscopía de absorción atómica, donde los LDM para Plata se encuentran en el rango

de 0,01 – 0,02 mg/L, dependiendo de la matriz y las condiciones de operación del equipo. La tabla 8 muestra los resultados del t – student para la plata.

Tabla 8
Resultados de t-student para plata

Parámetro estadístico	Valor
Concentración promedio (mg/L)	0,300
Desv. Estándar	0,005442
Número de datos	10
Valor mínimo	0,31
Valor máximo	0,492
T. de rechazo al 95%	2,18
Valor crítico 99% n-1	2,821
Límite de detección instrumental (LDI)	0,0163
Límite de detección del método (LDM)	0,0154
Límite de cuantificación del método (LOQ)	0,0544

5.11. Límite de detección del método para cobre

El límite de detección del método (LDM) se estimó a partir del análisis de diez blancos fortificados con una concentración cercana al valor mínimo esperado de detección. Para este caso, se trabajó con un nivel de 5 mg/L de cobre, siguiendo los lineamientos de validación analítica.

Para la determinación del límite de detección del método en el análisis de cobre, se procedió al estudio de 10 blancos fortificados. Los resultados obtenidos fueron organizados en la tabla 9.

Tabla 9
Datos límite de detección para cobre

Réplica	Concentración (mg/L)
Blanco 1	5,05
Blanco 2	5,03
Blanco 3	5,01
Blanco 4	4,97
Blanco 5	4,90
Blanco 6	5,05
Blanco 7	4,99
Blanco 8	4,97
Blanco 9	5,04
Blanco 10	4,97

Los resultados obtenidos presentaron una desviación estándar de

$$\delta = 0,04756$$

Aplicando la fórmula:

$$LDM = t_{(0,99, n-1)} \times \delta$$

donde t corresponde al valor de la distribución de Student para 9 grados de libertad y 99 % de confianza ($t = 2,821$), se calculó un límite de detección del método de:

$$LDM = 2,821 \times 0,04756$$

$$LDM = 0,1342 \text{ mg/L}$$

Este valor representa la mínima concentración de cobre que puede ser detectada de manera confiable por el método bajo las condiciones de trabajo establecidas.

Tabla 10
Resultados de t-student para cobre

Parámetro estadístico	Valor
Concentración promedio (mg/L)	4,998
Desv. Estándar	0,04756
Número de datos	10
Valor mínimo	4,9
Valor máximo	5,05
T. de rechazo al 95%	2,18
Valor crítico 99% n-1	2,821
Límite de detección instrumental (LDI)	0,1427
Límite de detección del método (LDM)	0,1342
Límite de cuantificación del método (LOQ)	0,4756

La tabla 10 muestra los valores del t – studnet donde el LDM estimado para cobre, con los datos presentados y el procedimiento descrito, es 0,1342 mg/L.

Esto indica que, bajo las condiciones experimentales simuladas y el nivel de fortificación empleado, la concentración mínima detectable (con 99 % de confianza en estadística) es aproximadamente 0, 1342 mg/L.

En la práctica, como el nivel de fortificación usado fue 5,0 mg/L (primer punto de la curva), el LDM es sustancialmente menor que ese punto de calibración, lo cual es razonable: el LDM refleja la capacidad de detección en la zona baja, no el valor del spike.

5.12. Límite de cuantificación para plata

En concordancia con las prácticas de validación empleadas en este estudio, el LOQ fue estimado a partir de la desviación estándar de las determinaciones de los 10 blancos fortificados (nivel de fortificación = 0,50 mg/L), aplicando el criterio estadístico clásico:

$$LOQ = 10 \times \delta$$

$$LOQ = 10 \times 0,005442$$

$$LOQ = 0,05442$$

Por tanto, el límite de cuantificación del método para plata bajo las condiciones de operación empleadas en el espectrofotómetro Perkin Elmer AAnalyst 3110 es 0,054 mg/L.

El LOQ obtenido (0,054 mg/L) es superior al LDM estimado a partir de los mismos blancos fortificados (LDM = 0,0154 mg/L), lo cual es esperable pues el LOQ exige un criterio más estricto para garantizar cuantificación con precisión.

Este LOQ indica que, por debajo de 0,054 mg/L, las mediciones de Plata pueden detectarse (según el LDM) pero no necesariamente cuantificarse con la certeza requerida para reportes confiables.

Para asegurar resultados apropiados en muestras reales, se recomienda: reportar concentraciones por debajo del LOQ como "< LOQ (0,054 mg/L)" o similar.

5.13. Límite de cuantificación para cobre

En esta validación se estimó el LOQ a partir de la desviación estándar muestral obtenida de diez (10) blancos fortificados analizados al primer punto de la curva de calibración (5,0 mg/L) y aplicando el criterio estadístico clásico:

$$LOQ = 10 \times \delta$$

$$LOQ = 10 \times 0,04756$$

$$LOQ = 0,4756$$

El LOQ calculado (0,4756 mg/L) indica la concentración mínima por encima de la cual las mediciones de cobre pueden reportarse con la precisión y exactitud requeridas por el método validado.

En relación con el LDM (límite de detección del método) determinado previamente, LDM = 0,1342 mg/L, el LOQ resulta mayor, como es habitual, ya que exige un criterio más estricto para la cuantificación.

Dado que el primer punto de la curva de calibración empleado en la validación fue 5,0 mg/L, el LOQ estimado (0,4756 mg/L) está por debajo de ese punto; esto indica que, teóricamente, el método podría cuantificar concentraciones entre ~0,5 y 5,0 mg/L si se disponen estándares y controles adecuados en esa zona (se recomienda, sin embargo, incluir estándares adicionales por debajo de 5 mg/L si se desea informar cuantitativamente en ese rango con mayor confianza).

Para reportes y decisiones analíticas: concentraciones < LOQ deben expresarse como “< LOQ (0,4756 mg/L)” o similar; valores entre LDM y LOQ pueden comunicarse como detectados, pero no cuantificables con plena certeza (por ejemplo: “detectado, < LOQ”).

5.14. Precisión para plata

5.14.1. Repetibilidad del método para plata

La repetibilidad del método se evaluó a partir de 10 determinaciones consecutivas de muestra en solución de 1,5 mg/L para Ag, en un mismo día, empleando el mismo analista, equipo e idénticas condiciones experimentales, con el fin de garantizar que la variabilidad observada refleje únicamente el error aleatorio del procedimiento.

En la Tabla 11 se presentan los valores individuales obtenidos en las réplicas, así como el coeficiente de variación (% RSD) correspondientes.

Tabla 11
Repetibilidad de resultados plata

Concentración (mg/L)	Resultados	% RSD
1,5	1,501	0,305
	1,498	
	1,489	
	1,496	
	1,500	
	1,493	
	1,496	
	1,499	
	1,497	
	1,507	

Los resultados muestran que el coeficiente de variación calculado se encuentra por debajo del límite de aceptación ($\leq 2\%$ para concentraciones en el rango de ppm), lo que indica una adecuada repetibilidad del método. Esto demuestra que, bajo condiciones constantes, las mediciones de concentración de plata presentan una alta consistencia y permiten confiar en la estabilidad del procedimiento en el corto plazo.

5.14.2. Reproducibilidad del método para plata

En la tabla 12 se muestra los datos obtenidos para la evaluación de reproducibilidad considerando una solución de 1,5 ppm de Ag. Ambos tesisas realizaron determinaciones en cada día diferente, durante cinco días bajo las mismas condiciones instrumentales. Los resultados obtenidos permitieron calcular la media (\bar{x}), la desviación estándar (δ) y el coeficiente de variación (RSD %), los cuales se muestran a continuación:

Tabla 12

Reproducibilidad para plata

Concentración (mg/L)	Día	Resultados		%RSD
		Tesista 1	Tesista 2	
1,5	1	1,502	1,497	0,251
	2	1,499	1,501	
	3	1,505	1,500	
	4	1,491	1,499	
	5	1,504	1,502	

Los valores de % RSD fueron inferiores al 5 %, lo que indica que el método presenta una alta concordancia entre réplicas y, por tanto, una excelente reproducibilidad. Esto cumple con los criterios de aceptación establecidos en la guía internacional de validación analítica ICH Q2(R2): Validation of Analytical Procedures (vigente desde junio de 2024), que define los criterios de linealidad, exactitud, precisión, límites de detección y cuantificación aplicables a técnicas instrumentales como la absorción atómica.

El análisis de varianza (ANOVA) realizado sobre los datos experimentales mostró que, aunque existen diferencias significativas entre las medias de los distintos niveles de concentración (lo cual es esperable, dado que se trata de puntos diferentes de calibración),

la variabilidad interna de cada grupo de réplicas se mantiene baja, como se muestra a continuación:

Tabla 13
Test ANOVA para reproducibilidad de Plata

Estándar	Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	p-valor	Valor crítico para F
	Entre grupos	4E-07	1	4E-07	0,023	0,884	5,318
1,5 ppm	Dentro de los grupos	0,0001416	8	1,77E-05			
	Total	0,000142	9				

En la tabla 13 se muestran los datos de suma y promedio de cuadrados donde el p – valor fue obtenido a partir del estadístico F calculado mediante el análisis de varianza (ANOVA), considerando los grados de libertad correspondientes, siendo el $p = 0,884 > 0,05$ lo que indica que no hay diferencia significativa y el método es reproducible.

5.15. Precisión para cobre

La precisión del método fue evaluada en dos niveles: repetibilidad y reproducibilidad, siguiendo las recomendaciones establecidas en la guía ICH Q2(R2) y en normativas internacionales de validación analítica.

5.15.1. Repetibilidad para cobre

Se evaluó a partir de 10 determinaciones consecutivas de muestra en solución de 15 mg/L para Cu, obtenidos por un mismo analista bajo condiciones constantes de trabajo (mismo día, mismo equipo, mismo lote de reactivos y soluciones patrón), los resultados se muestran a continuación en la tabla 14.

Tabla 14
Repetibilidad para cobre

Concentración (mg/L)	Resultados	% RSD
15	14,92	0,326
	14,98	
	15,05	
	14,96	
	15,00	
	15,08	
	14,96	
	14,99	
	14,93	
	15,03	

Los valores de concentración obtenidos permitieron calcular la media, la desviación estándar (SD) y el coeficiente de variación (% RSD) de cada nivel. Los resultados mostraron que el % RSD se mantuvo en todos los casos por debajo del 2 %, criterio aceptado en guías de validación para este rango de concentración. Esto indica que el método presenta una excelente repetibilidad, garantizando que las mediciones sucesivas bajo las mismas condiciones son consistentes y confiables.

5.15.2. Reproducibilidad para cobre

La reproducibilidad se evaluó considerando los resultados obtenidos por dos diferentes analistas, en cinco días distintos y bajo condiciones normales de trabajo. Se compararon los promedios, desviaciones estándar y % RSD globales obtenidos para cada nivel de concentración, los resultados se detallan a continuación en la tabla 15.

Tabla 15
Reproducibilidad para cobre

Concentración (mg/L)	Día	Resultados		% RSD
		Tesista 1	Tesista 2	
15	1	15,02	15,05	0,289
	2	15,05	15,01	
	3	14,97	14,93	
	4	14,96	14,97	
	5	14,99	15,07	

Los resultados evidenciaron que los coeficientes de variación globales permanecieron dentro del rango aceptable ($RSD \leq 5\%$), criterio comúnmente establecido en la literatura para evaluar la precisión intermedia de métodos instrumentales, lo que demuestra que el método es robusto frente a la variabilidad inter-analista e inter-día.

Adicionalmente, se aplicó un análisis de varianza (ANOVA) para comparar los resultados obtenidos por los diferentes analistas, confirmando que no existen diferencias estadísticamente significativas ($p > 0,05$) entre ellos. Los resultados se presentan en la tabla 16.

Tabla 16
Test ANOVA para reproducibilidad de cobre

<i>Estándar</i>	<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>p-valor</i>	<i>Valor crítico para F</i>
15 ppm	Entre grupos	0,0002	1	0,0002	0,069	0,800	5,318
	Dentro de los grupos	0,0186	8	0,0023			
	Total	0,0188	9				

Por lo tanto, el método de absorción atómica aplicado para la determinación de cobre presentó una precisión adecuada en términos de repetibilidad y reproducibilidad, cumpliendo con los criterios internacionales de aceptación y asegurando la confiabilidad de los datos generados.

5.16. Exactitud para plata

La exactitud se evaluó mediante ensayos de recuperación, se leyó y midió 5 réplicas para cada MRC de concentración conocida (valor nominal)

El valor nominal corresponde a la concentración certificada de plata indicada por el fabricante de cada material de referencia certificado (MRC), y se considera como el valor de referencia para la evaluación de la exactitud del método. A partir de este valor se calculó el porcentaje de error comparando la concentración media obtenida experimentalmente con la concentración certificada, estos resultados se muestran en la tabla 17.

Tabla 17
Porcentaje de recuperación para plata

MRC certificado	Oreas 905	Oreas 907	Oreas 502c	Oreas 922	MRGeo08
Valor Nominal	[0,3 mg/L]	[1,4 mg/L]	[0,77 mg/L]	[0,89 mg/L]	[4,4 mg/L]
	0,30	1,00	0,80	0,80	4,30
Concentración obtenida	0,60	1,30	0,70	0,30	4,30
	0,40	1,30	0,70	0,80	4,60
	0,60	1,70	0,70	0,90	4,90
	0,30	1,50	0,80	1,10	4,20
Media aritmética	0,48	1,36	0,74	0,82	4,46
%Recuperación	96,00%	97,14%	92,50%	92,13%	101,36%

Se consideró que el método muestra una exactitud adecuada cuando la recuperación media se encontraba entre 90 – 110 % cumpliendo con los criterios de aceptación de exactitud establecidos en la guía internacional de validación analítica ICH Q2(R2): Validation of Analytical Procedures.

Adicionalmente, en la tabla 18 el cálculo del error relativo porcentual (ERP) en cada nivel mostró valores inferiores al 10 %, lo cual respalda la confiabilidad del procedimiento analítico. Estos resultados permiten concluir que el método de absorción atómica optimizado para la determinación de plata es exacto y puede aplicarse con seguridad en la cuantificación de este analito en muestras de interés analítico.

Tabla 18
Porcentaje de error para plata

MRC certificado	Oreas 905	Oreas 907	Oreas 502c	Oreas 922	MRGeo08
Valor Nominal	[0,3 mg/L]	[1,4 mg/L]	[0,77 mg/L]	[0,89 mg/L]	[4,4 mg/L]
	0,3	1	0,8	0,8	4,3
Concentración obtenida	0,6	1,3	0,7	0,3	4,3
	0,4	1,3	0,7	0,8	4,46
	0,6	1,7	0,7	0,9	4,9
	0,3	1,5	0,8	1,1	4,2
Media aritmética	0,48	1,36	0,74	0,82	4,46
% Error	4,00%	2,86%	7,50%	7,87%	-1,36%

5.17. Exactitud para cobre

La exactitud del método fue evaluada mediante ensayos de recuperación, se realizaron cinco determinaciones independientes generándose así un conjunto de datos suficiente para estimar la recuperación y el error relativo.

El valor nominal corresponde a la concentración de cobre establecida y certificada para cada material de referencia utilizado, la cual es proporcionada por el productor del material y se encuentra respaldada por procedimientos metroológicos controlados. Se detalla en la tabla 19.

Tabla 19
Porcentaje de recuperación para cobre

MRC certificado	Oreas 905	Oreas 621	Oreas 74b	Oreas 922	Oreas 502-b
Valor Nominal	[0,153 %]	[0,363 %]	[0,0998 %]	[0,212 %]	[0,773 %]
	0,153	0,368	0,099	0,222	0,763
Concentración obtenida	0,154	0,360	0,100	0,221	0,791
	0,151	0,368	0,101	0,215	0,766
	0,155	0,371	0,098	0,220	0,761
	0,158	0,363	0,102	0,221	0,776
Media aritmética	0,154	0,366	0,100	0,220	0,771
% Recuperación	100,78%	100,83%	100,20%	103,68%	99,79%

Tabla 20
Porcentaje de error para cobre

MRC certificado	Oreas 905	Oreas 621	Oreas 74b	Oreas 922	Oreas 502-b
Valor Nominal	[0,153 %]	[0,363 %]	[0,0998 %]	[0,212 %]	[0,773 %]
	0,153	0,368	0,099	0,222	0,763
Concentración obtenida	0,154	0,360	0,100	0,221	0,791
	0,151	0,368	0,101	0,215	0,766
	0,155	0,371	0,098	0,22	0,761
	0,158	0,363	0,102	0,221	0,776
Media aritmética	0,154	0,366	0,100	0,220	0,771
% Error	-0,78%	-0,83%	-0,20%	-3,68%	0,21%

La tabla 20 muestra que las recuperaciones promedio para cobre se encontraron dentro del rango aceptado de 90 – 110 %, criterio establecido por la guía internacional ICH Q2(R2) para la evaluación de la exactitud de métodos analíticos, cumpliendo con las exigencias de validación para este parámetro. Asimismo, el error relativo medio en todos los niveles de concentración se mantuvo por debajo del 10 %, lo que confirma que el método no presenta un sesgo sistemático significativo.

5.18. Validación mediante comparación Inter laboratorio

Con el objetivo de verificar la validez externa del proceso de estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 instalado en el Laboratorio de Metalurgia – UNSCH, se realizó una comparación Inter laboratorio con un laboratorio externo certificado bajo norma ISO/IEC 17025, especializado en análisis químicos.

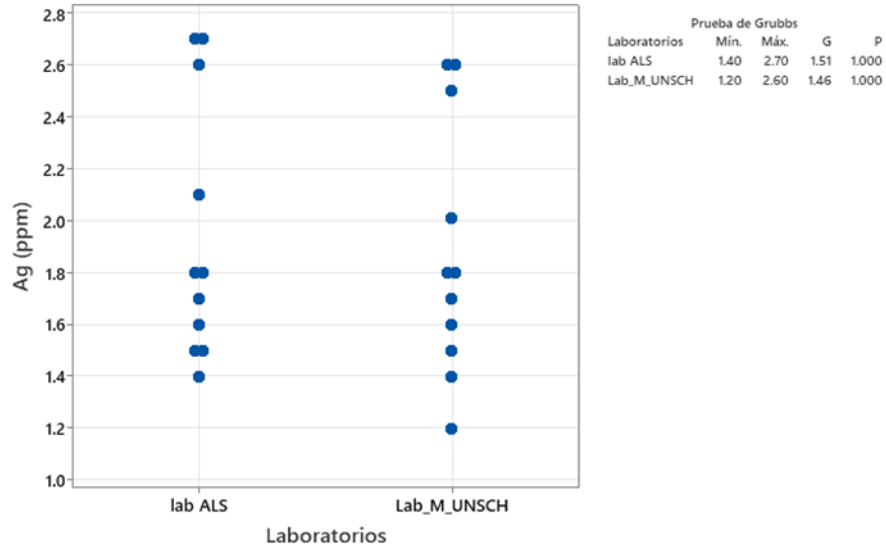
La tabla 21 muestra que para este propósito, se seleccionaron once soluciones representativas de muestras minerales (M1 – M11) y dos estándares certificados del Laboratorio ALS PERU S.A. sede Las Bambas y fueron enviadas en idénticas condiciones de conservación y concentración al laboratorio de Metalurgia de la UNSCH, en ambos laboratorios fueron analizados bajo los estándares de calidad respectivos.

Tabla 21
Resultados comparativos Inter laboratorio para plata

Muestra	UNSCH (mg/L)	ALS Peru S.A. (mg/L)
Blanco	0,20	0,20
Oreas 502C	0,80	0,80
M1	2,5	2,6
M2	2,6	2,7
M3	2,01	2,1
M4	1,6	1,6
M5	1,8	1,8
MRGeo08	4,20	4,10
M6	1,8	1,8
M7	2,6	2,7
M8	1,4	1,5
M9	1,2	1,4
M10	1,5	1,7
M11	1,7	1,5
Dup-M10	1,5	1,5

5.18.1. Prueba de valores atípicos

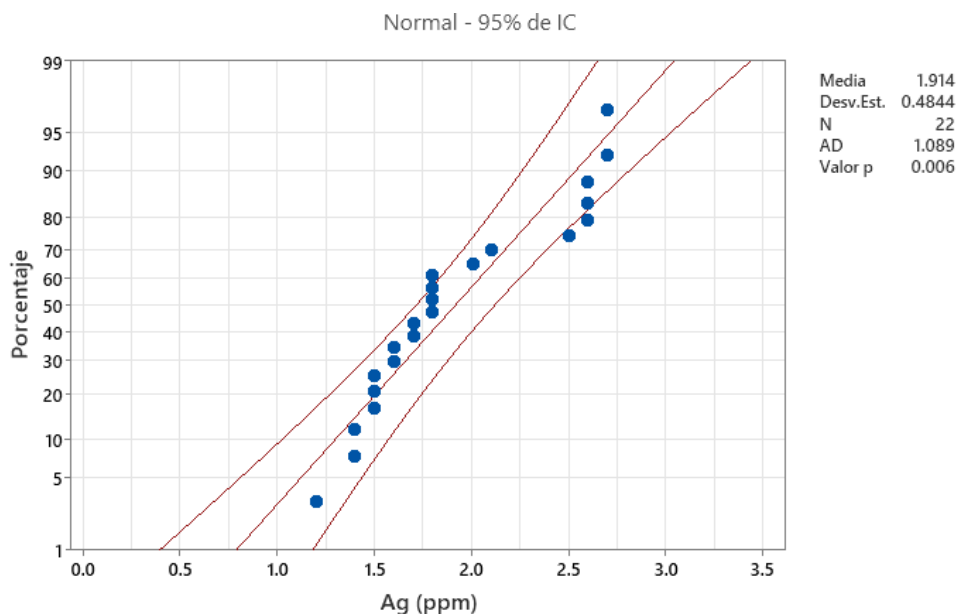
Figura 12
Valores atípicos de Ag (ppm) Vs Laboratorios



La figura 12 de valores individuales compara los datos de ambos laboratorios, visualmente no se identifican valores atípicos extremos, ya que los puntos se agrupan de manera similar alrededor de 1,2 - 2,7 ppm. Esto indica que las mediciones son consistentes y no hay valores anómalos que distorsionen la comparación. En el contexto de validación, la ausencia de valores atípicos sugiere que los resultados están sin errores sistemáticos graves, como contaminación o fallas instrumentales.

5.18.2. Gráfica de probabilidad de Ag (ppm)

Figura 13
Prueba de normalidad de Ag (ppm)



La figura 13 muestra los datos contra una distribución normal teórica, dado que $p < 0,05$; se rechaza la hipótesis nula de normalidad. Los datos no siguen una distribución normal, posiblemente debido a asimetría o variabilidad inherente en muestras minerales. Esto justifica el uso de pruebas no paramétricas en análisis posteriores, como la de Mann-Whitney, en lugar de pruebas paramétricas. En la validación del Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS), esto resalta la necesidad de métodos robustos que no asuman normalidad, común en análisis químicos donde las concentraciones pueden ser sesgadas por factores geológicos.

5.18.3. Prueba de intervalo de confianza para dos varianzas: Lab_M_UNSCH Vs. lab ALS para Ag (ppm)

Prueba

Hipótesis nula $H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$

Hipótesis alterna $H_1: \sigma_1 / \sigma_2 \neq 1$

Nivel de significancia $\alpha = 0,05$

Tabla 22*Resultados de los métodos estadísticos para plata.*

Método	Estadística de prueba	GL1	GL2	Valor p
Bonett	0,01	1		0,935
Levene	0,00	1	20	0,953

La tabla 22 muestra los dos métodos bonett y levene ambos p-valores $> 0,05$, por lo que no se rechaza H_0 . Las varianzas son estadísticamente iguales, indicando que la precisión (variabilidad) de las mediciones en el laboratorio de metalurgia de la UNSCH es comparable a la del laboratorio de referencia. Gráficos adicionales (como intervalos de confianza para la relación de varianzas, boxplots y histogramas) confirman esta homogeneidad: los boxplots muestran rangos similares, y los histogramas revelan distribuciones unimodales centradas alrededor de 1,8 ppm sin diferencias notables. En el marco de la estandarización, esto valida la reproducibilidad del AAS en el laboratorio de metalurgia de la UNSCH, esencial para certificaciones como ISO 17025 en laboratorios analíticos.

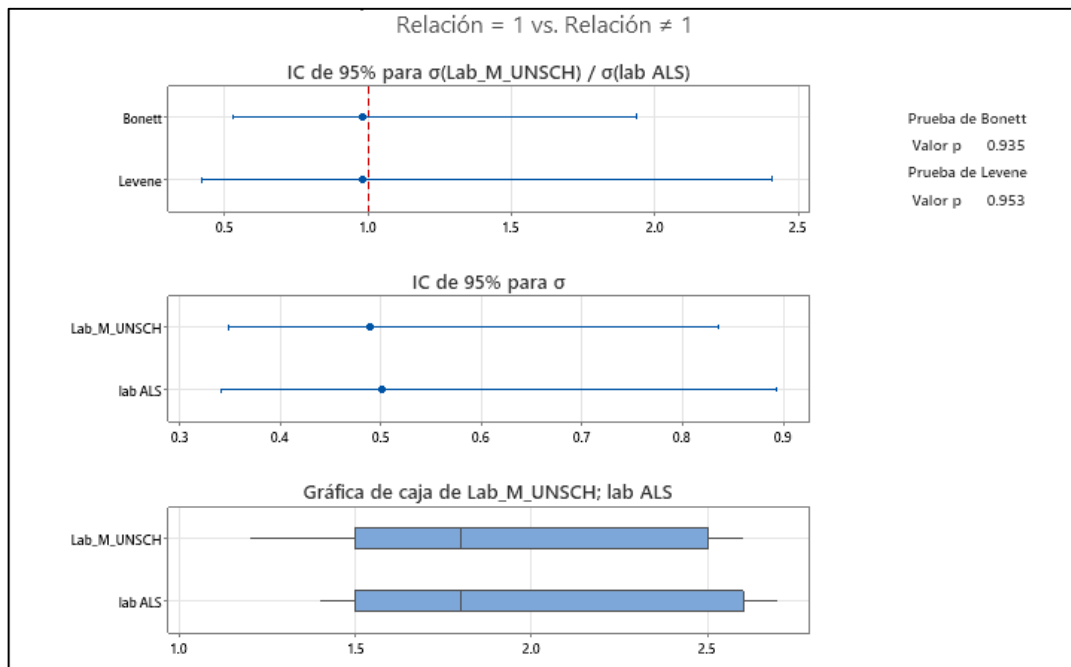
Figura 14*Prueba e IC para dos varianzas Lab UNSCH; Lab ALS*

Figura 15
Histograma de Lab UNSCH; Lab ALS

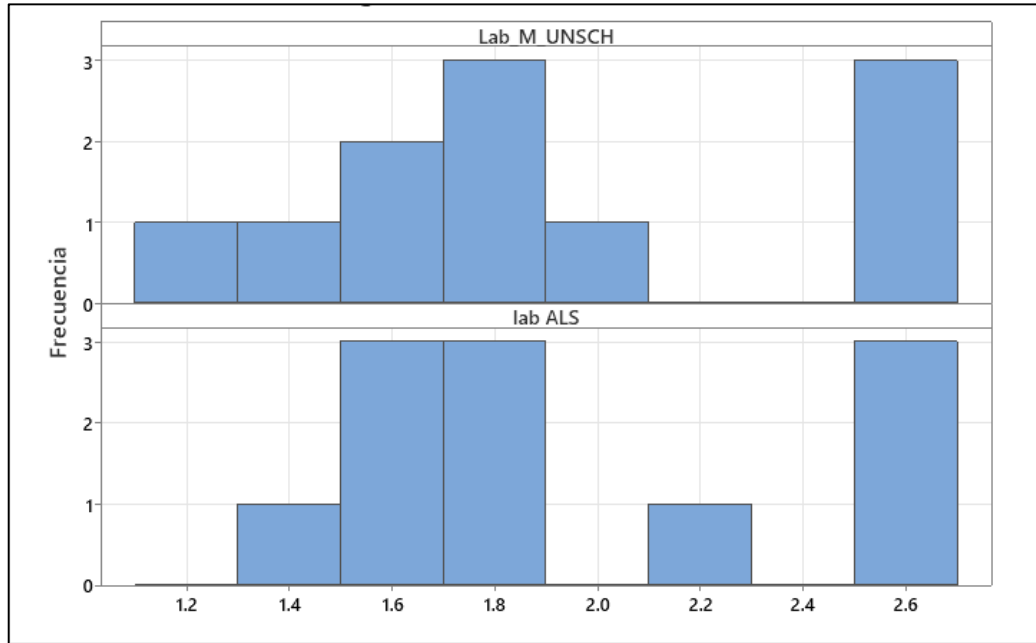
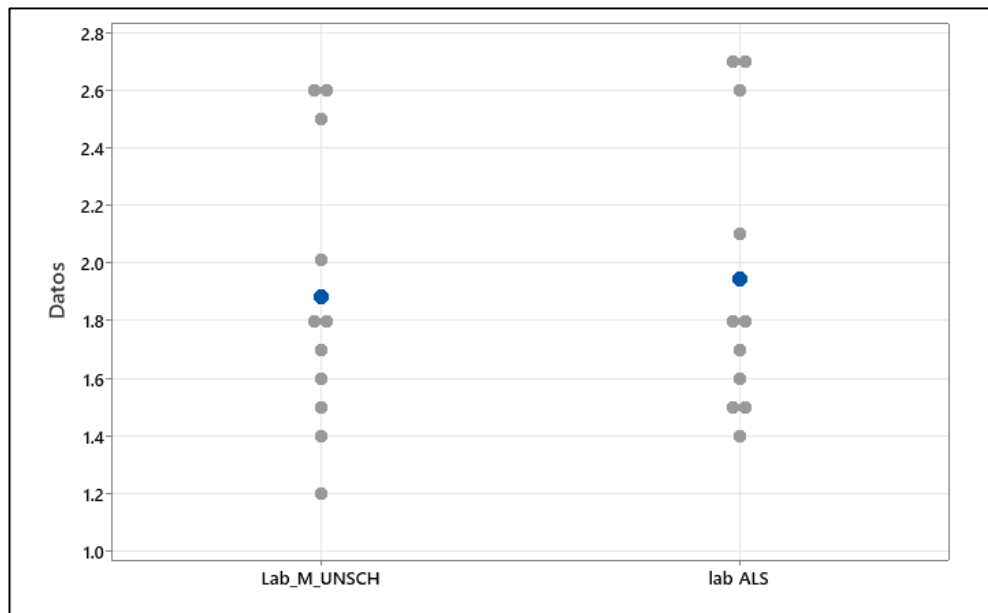


Figura 16
Gráfica de valores individuales de Lab UNSCH; Lab ALS



5.18.4. Mann-Whitney: Lab_M_UNSCH; lab ALS para Ag (ppm)

Método

η_1 : mediana de Lab_M_UNSCH

η_2 : mediana de lab ALS

Diferencia: $\eta_1 - \eta_2$

Estadísticas Descriptivas

Tabla 23

Resultados comparativos de mediana entre los dos laboratorios para plata.

Muestra	N	Mediana
Lab_M_UNSCH	11	1,8
lab ALS	11	1,8

Prueba

Hipótesis nula $H_0: \eta_1 - \eta_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \eta_1 - \eta_2 \neq 0$

Tabla 24

comparación de valores de w y p para empates para plata

Método	Valor W	Valor p
No ajustado para empates	120,50	0,718
Ajustado para empates	120,50	0,716

En la tabla 24 se muestran el valor de $p > 0,05$, por lo que no se rechaza H_0 . No hay diferencia significativa entre las medianas, confirmando que los resultados del laboratorio de metalurgia de la UNSCH son equivalentes a los de ALS. Esto implica que el AAS validado no introduce sesgos sistemáticos.

Los resultados estadísticos respaldan la validación exitosa del espectrofotómetro de absorción atómica en el Laboratorio de Metalurgia UNSCH para el analito de plata. La cercanía de los valores en la Tabla 21, combinada con la igualdad de varianzas y medianas, indica que el instrumento y los procedimientos estandarizados (calibración, preparación de

muestras) producen datos precisos y exactos, comparables a un laboratorio externo certificado. La no normalidad de los datos es esperable en análisis geoquímicos, donde factores como heterogeneidad de muestras minerales pueden influir, pero no compromete la validación gracias al uso de pruebas robustas.

En términos de puesta en marcha y estandarización, estos hallazgos confirman que el AAS está operativo y calibrado adecuadamente para Ag. Esto fortalece la capacidad del laboratorio UNSCH para análisis en metalurgia, como en minería o control de calidad, reduciendo dependencia de laboratorios externos y mejorando eficiencia. Sin embargo, recomendaciones incluyen: (i) repetir la validación con más muestras para mayor potencia estadística; (ii) incorporar pruebas paramétricas si se logra normalidad en conjuntos más grandes; (iii) evaluar límites de detección y cuantificación para Ag en rangos bajos. En resumen, los resultados apoyan la adopción del AAS como herramienta confiable, contribuyendo al avance técnico en la UNSCH.

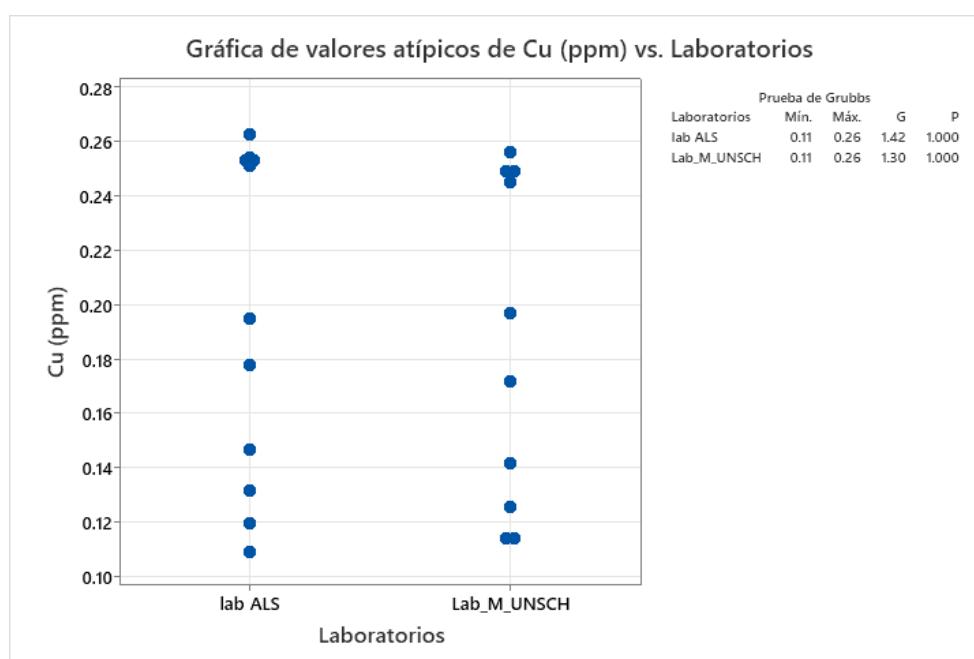
Tabla 25
Resultados comparativos Inter laboratorio para cobre

Muestra	UNSCH (mg/L)	ALS Peru S.A. (mg/L)
Blanco	0,001	0,001
Oreas 922	0,215	0,213
M1	0,197	0,195
M2	0,172	0,178
M3	0,114	0,109
M4	0,126	0,132
M5	0,249	0,253
Oreas 74b	0,099	0,100
M6	0,256	0,263
M7	0,142	0,147
M8	0,114	0,120
M9	0,248	0,254
M10	0,249	0,251
M11	0,245	0,253
Dup-M10	0,255	0,261

5.18.5. Prueba de valores atípicos

Antes de proceder con las pruebas comparativas, se evaluó la integridad de los datos de las 11 muestras analizadas por cada laboratorio. La Prueba de Grubbs, Se utilizó para detectar valores que pudieran sesgar los resultados de valores p de 1,000 para ambos laboratorios y valores G de 1,42 (ALS) y 1,30 (UNSCH), se concluye que no existen valores atípicos en el conjunto de datos, lo que se muestra en la figura 17. Esto asegura que las comparaciones posteriores se basen en mediciones consistentes y representativas del proceso analítico.

Figura 17
Valores atípicos de Cu (ppm) Vs Laboratorios

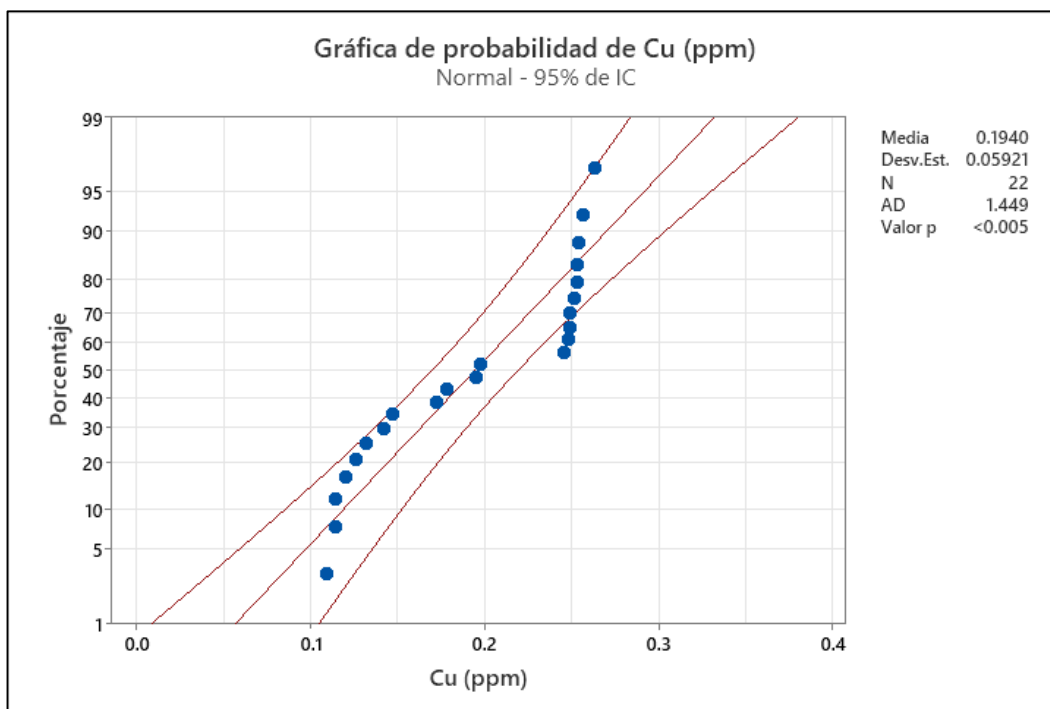


5.18.6. Gráfica de probabilidad de Cu (ppm)

La determinación de la distribución de los datos es crucial para elegir las pruebas estadísticas adecuadas (paramétricas o no paramétricas).

- Prueba de Anderson-Darling: El valor p obtenido es menor a 0,005.
- Al ser el valor p inferior al nivel de significancia estándar ($\alpha = 0,05\%$), se rechaza la hipótesis de normalidad. Los datos de Cu (ppm) no siguen una distribución normal, esta falta de normalidad justifica el uso de métodos robustos como las pruebas de Bonett y Levene para varianzas y la prueba de Mann-Whitney para las medianas.

Figura 18
Prueba de normalidad de Cu (ppm)



5.18.7. Prueba de intervalo de confianza para dos varianzas: Lab_M_UNSCH Vs. lab ALS para Cu (ppm)

La validación busca determinar si la dispersión de los resultados en el Lab_M_UNSCH es equivalente a la del laboratorio de referencia.

Ambos valores p (0,913 y 0,938) son significativamente mayores a 0,05. Por lo tanto, no se puede rechazar la hipótesis nula $H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$, existe equivalencia estadística en la precisión de ambos laboratorios. La variabilidad intrínseca del proceso de medición en el Lab_M_UNSCH es comparable a la de un laboratorio certificado (ALS)

Prueba

Hipótesis nula $H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$

Hipótesis alterna $H_1: \sigma_1 / \sigma_2 \neq 1$

Nivel de significancia $\alpha = 0,05$

Tabla 26
Resultados comparativos Inter laboratorio para cobre

Método	Estadística de prueba	GL1	GL2	Valor p
Bonett	0,01	1		0,913
Levene	0,00	1	20	0,938

Figura 19
Prueba e IC para dos varianzas Lab UNSCH; Lab ALS

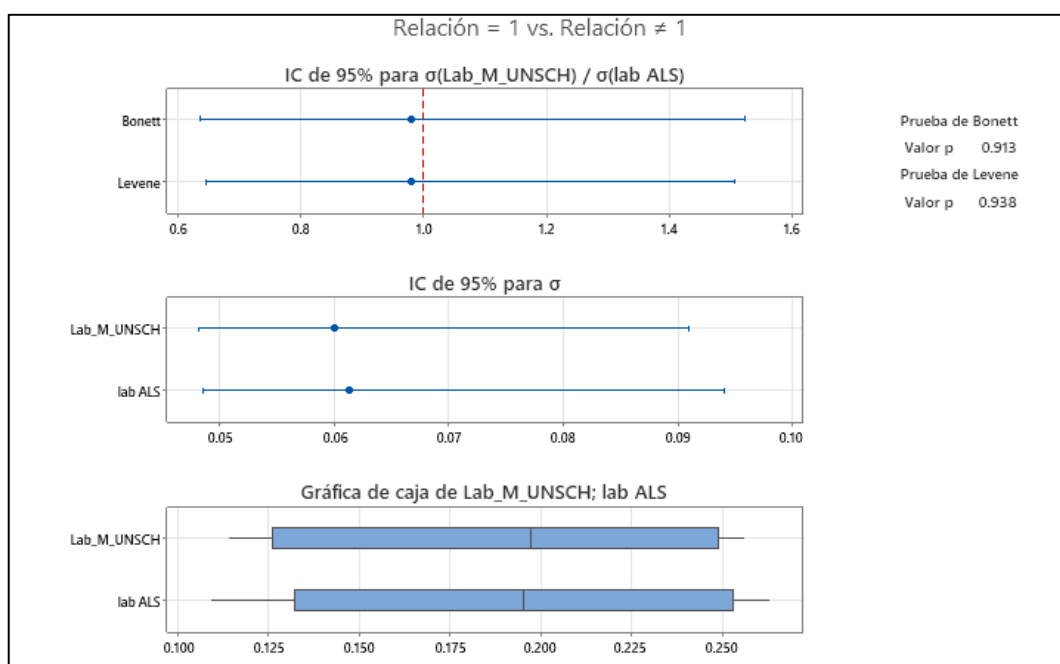


Figura 20
Histograma de Lab UNSCH; Lab ALS

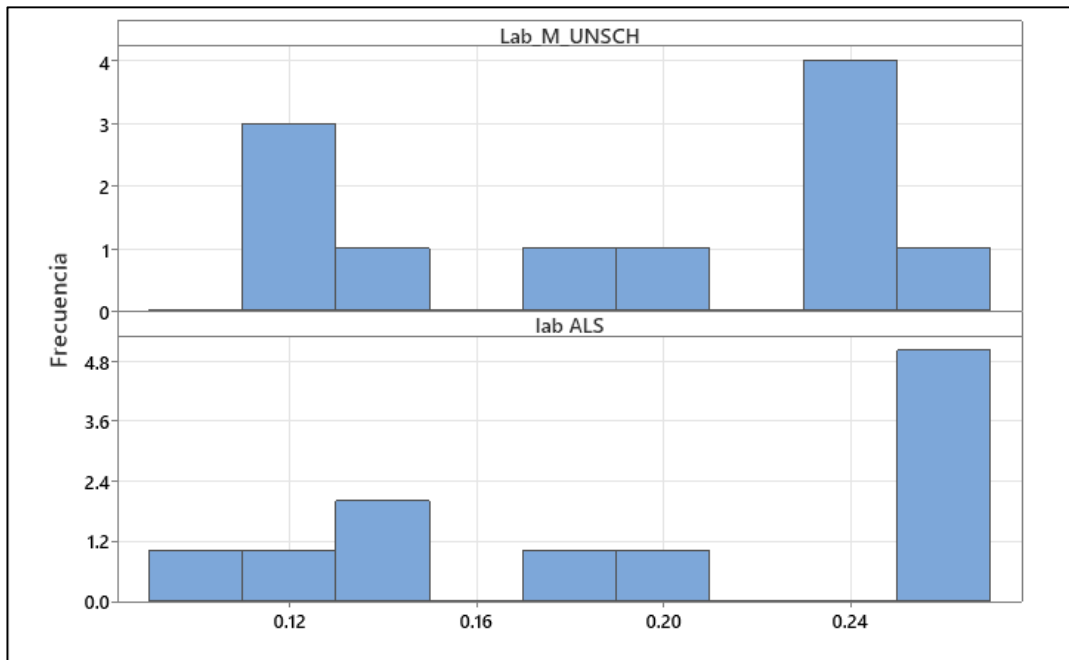
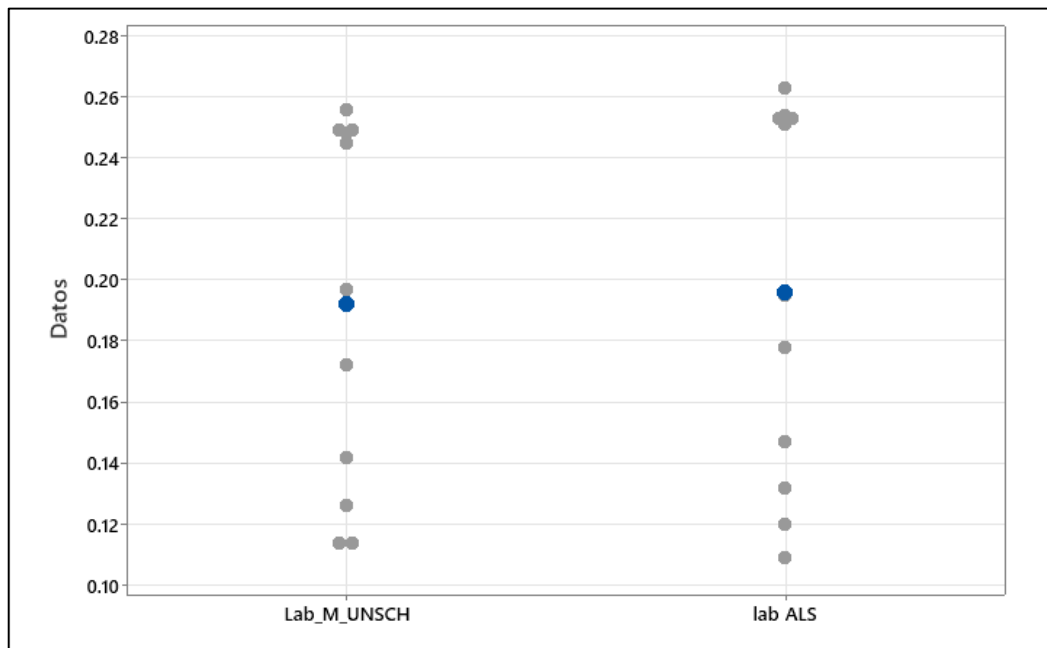


Figura 21
Gráfica de valores individuales de Lab UNSCH; Lab ALS



5.18.8. Mann-Whitney: Lab_M_UNSCH; lab ALS para Cu (ppm)

Dado que los datos no son normales, se compararon las medianas utilizando la prueba de Mann-Whitney.

- Medianas registradas: 0,197 ppm (UNSCH) vs. 0.195 ppm (ALS), el valor p ajustado para empates es 0,554, al ser $p > 0,05$, no existe evidencia suficiente para afirmar que hay una diferencia significativa entre las medianas de ambos laboratorios. En conclusión el espectrofotómetro de absorción atómica del Lab_M_UNSCH produce resultados que no difieren sistemáticamente de los del laboratorio de referencia, lo que valida su exactitud para el analito de cobre en el rango evaluado.

Método

η_1 : mediana de Lab_M_UNSCH

η_2 : mediana de lab ALS

Diferencia: $\eta_1 - \eta_2$

Tabla 27

Estadísticas descriptivas para ambos laboratorios.

Muestra	N	Mediana
Lab_M_UNSCH	11	0,197
lab ALS	11	0,195

Prueba

Hipótesis nula $H_0: \eta_1 - \eta_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \eta_1 - \eta_2 \neq 0$

Tabla 28

Resultados comparativos para empates.

Método	Valor W	Valor p
No ajustado para empates	117.00	0,555
Ajustado para empates	117.00	0,554

Los resultados estadísticos demuestran que la puesta en marcha y estandarización del equipo en el Laboratorio de Metalurgia-UNSCH ha sido exitosa para el análisis de cobre.

- **Fiabilidad:** La ausencia de valores atípicos y la consistencia en la dispersión (varianza) indican un control adecuado de las variables analíticas.
- **Competencia Técnica:** El laboratorio local ha logrado niveles de precisión y exactitud estadísticamente indistinguibles de un laboratorio de referencia (ALS), cumpliendo con los objetivos de validación interlaboratorio esenciales para el análisis de minerales.

CONCLUSIONES

Se logró poner en marcha, estandarizar y validar el espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110, garantizando su funcionamiento adecuado, en el Laboratorio de Metalurgia de la UNSCH. El equipo demostró un desempeño analítico confiable para la determinación cuantitativa de cobre y plata, cumpliendo con los parámetros de calidad establecidos por las normas internacionales de validación analítica.

Las condiciones ambientales de instalación varían entre 30 – 80 % de humedad y de 10 – 30 °C y de operación establecidas aseguraron la estabilidad térmica, el flujo de energía eléctrica 220 voltios usando un estabilizador que regula la caída de tensión y del flujo gaseoso del sistema para acetileno 11 psi y para aire 50 psi, permitiendo un funcionamiento instrumental adecuado y la obtención de resultados analíticos reproducibles y consistentes, sin interferencias mecánicas u ópticas significativas.

El ajuste de los parámetros instrumentales y analíticos, tales como longitud de onda para cobre (Cu) 324,8 nm y plata (Ag) 328,1 nm, corriente de lámpara de cobre (Cu) 15 mA y plata (Ag) 10 mA, tipo de llama oxidante (aire + acetileno) y tiempo de lectura 3 segundos, permitió optimizar la atomización y maximizar la sensibilidad del método para la determinación de cobre y plata mediante espectrofotometría de absorción atómica.

La validación del método evidenció un desempeño satisfactorio en términos de linealidad, precisión, exactitud, sensibilidad y límites de detección y cuantificación adecuados. Los coeficientes de determinación (R^2) obtenidos fueron superiores a 0,995 para ambos analitos, confirmando una relación lineal adecuada entre la concentración y la señal de absorbancia en el rango de trabajo evaluado.

Se verificó que los parámetros de validación analítica evaluados cumplieron los criterios de aceptación, evidenciándose una adecuada linealidad R^2 superiores a 0,995, precisión (baja variabilidad en condiciones repetibles), exactitud (recuperaciones dentro del rango permitido) así como valores para cobre de LOD = 0,0154 y LOQ = 0,0544, para plata de LOD = 0,1342 y LOQ = 0,4756, acordes a la sensibilidad requerida.

La comparación de los resultados con un laboratorio acreditado bajo la norma ISO/IEC 17025 mostró un error relativo promedio inferior al 5 %, lo que confirma la validez externa, la trazabilidad metrológica y la confiabilidad del método y del equipo, considerándose apto para su aplicación rutinaria en el análisis cuantitativo de metales en el Laboratorio de Metalurgia de la UNSCH.

RECOMENDACIONES

Mantener un programa de mantenimiento preventivo del espectrofotómetro de absorción atómica, incluyendo limpieza del sistema óptico, verificación de las lámparas y calibración periódica.

Controlar las condiciones ambientales del laboratorio (ventilación, temperatura, humedad relativa), así como el correcto funcionamiento de la compresora y el extractor de gases para garantizar la seguridad y estabilidad de las mediciones.

Realizar la recalibración rutinaria del equipo antes de iniciar cada jornada analítica, a fin de asegurar la confiabilidad de los resultados obtenidos.

Ampliar la validación del método a otros metales de interés en la minería y metalurgia (por ejemplo, oro, plomo, zinc, hierro), de modo que el laboratorio pueda ofrecer un mayor rango de análisis certificados.

Implementar un sistema de aseguramiento de calidad interno, incluyendo la evaluación periódica de blancos, muestras fortificadas y materiales de referencia certificados, lo que fortalecerá la acreditación futura del laboratorio.

Incorporar a un personal profesional en el área capacitado para que mantenga el equipo de absorción atómica en funcionamiento y las condiciones adecuadas para evitar posibles fallas.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Agilent Technologies. (2009). Atomic spectroscopy: Hardware overview. Agilent Technologies. https://www.agilent.com/cs/library/eseminars/public/5991-6593_Agilent_Atomic_Spectroscopy_Hardware_ES.pdf
- Agilent Technologies. (2016). Principles of atomic absorption spectroscopy. Agilent Technologies.
- Ahumada, P. A., Paredes, J., Abella, L., & González, F. (2023). Validación de métodos en análisis químico cuantitativo. Instituto Nacional de Metrología de Colombia.
- Alanya, C. (2012). Evaluación de un material de referencia interno de zinc en muestras geoquímicas en la compañía minera Austria Duvaz S.A.C. [Tesis de licenciatura, Universidad del Centro del Perú]. Repositorio Institucional UCP.
- Alonso, M. D. (1995). Utilización de suspensiones en espectroscopía de absorción atómica con atomización electrotérmica para la determinación de arsénico, cadmio, mercurio y plomo en muestras de sedimentos [Tesis de maestría, Universidad de Santiago de Compostela]. Repositorio Dialnet.
- Asociación Técnica de Seguridad e Higiene (ATSH). (2009). Espectroscopía de absorción atómica. ATSH.
- Beaty, R. D. (1979). Conceptos, instrumentación y técnicas en espectrofotometría por absorción atómica (4.^a ed.). PerkinElmer.
- Bermúdez, A. (1967). Fundamentos de espectroscopía de rayos X. Editorial Científica Española.
- Calderón, A. (2014). Validación de un método de análisis por espectroscopía de absorción atómica para minerales de plomo en el laboratorio del grupo Glencore, unidad minera Santander–Trevali [Tesis de licenciatura, Universidad del Centro del Perú]. Repositorio Digital. <http://hdl.handle.net/20,300,12894/3720>
- Cantellano, M., & Montaña, R. (2015). Historia y fundamentos de la espectroscopía óptica. Universidad Nacional Autónoma de México.

- Chukiwanka Q, L.A (2018). Validación de un método analítico por espectrofotometría de absorción atómica para la determinación de cobre, molibdeno y hierro en muestras geológicas. Universidad Nacional de San Agustín.
- Condori C, W. (2016). Validación de un método para la determinación de metales en suelos por absorción atómica. Universidad Nacional Federico Villarreal.
- CENAM. (2022). Guía técnica para la validación de métodos analíticos y estimación de incertidumbre. Centro Nacional de Metrología de México.
- Dennay, E., & Sinclair, J. (1987). Introduction to ultraviolet–visible spectroscopy. Academic Press.
- Duffau, B. (2010). Guía técnica de validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición. Instituto de Salud Pública de Chile.
<https://www.studocu.com/pe/document/universidad-nacional-de-trujillo/quimica/guia-tecnica-1-validacion-de-metodos>
- Eurachem. (2021). The fitness for purpose of analytical methods: A laboratory guide to method validation and related topics (2nd ed.). Eurachem.
<https://www.eurachem.org>
- Fabra, Y. C. (2023). *Validación del Método Analítico Espectrometría de Absorción Atómica de Llama por Aire-Acetileno para la Determinación de Cromo Total en Aguas Naturales y Residuales.*[Tesis Grado,Universidad de Córdoba]. Repositorio Institucional. Obtenido de <https://repositorio.unicordoba.edu.co/server/api/core/bitstreams/140c8f8f-6c6a-4e49-bd54-ce143d17cbc1/content>
- Gary, W. (2009). Principles of mineral analysis. Wiley.
- Gonzales, A. (2023). Validación del método analítico espectrometría de absorción atómica de llama por aire–acetileno para la determinación de cromo total en aguas naturales y residuales [Tesis de licenciatura, Universidad Nacional Mayor de San Marcos].
- Greenwood, N. N., & Earnshaw, A. (2017). Chemistry of the elements (2nd ed.). Butterworth-heinemann.

- Harris, D. C. (2020). Quantitative chemical analysis (10th ed.). W. H. Freeman and Company.
- Hoffmann, E., & Strooban, V. (2007). Mass spectrometry: Principles and applications. John Wiley & Sons.
- Instituto Nacional de Calidad del Perú (INACAL). (2017). NTP ISO/IEC 17025:2017: Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. INACAL.
https://transparencia.produce.gob.pe/images/stories/Repositorio/transparencia/proyectos-de-inversion/niveles-de-servicio/2021/ITP/NC/NTP_ISO_IEC_17025_2017.pdf
- International Conference on Harmonisation (ICH). (2005). ICH Q2(R1): Validation of analytical procedures – Text and methodology. ICH Secretariat.
<https://www.ich.org/page/quality-guidelines>
- ISO. (2022). ISO 11095:2022: Linear calibration using reference materials. International Organization for Standardization. <https://www.iso.org>
- Licapa, G. S. (2009). Implementación y estandarización de métodos de análisis por absorción atómica en la compañía minera Catalina Huanca – Víctor Fajardo – Ayacucho [Tesis de licenciatura, Universidad Nacional San Cristóbal de Huamanga].
- López, A. (2010). Resonancia magnética nuclear aplicada a la química. Editorial Complutense.
- Martínez, R. (2019). Optimización económica en el proceso del análisis químico de minerales de cobre, plomo y zinc por espectroscopía de absorción atómica en la empresa SGS del Perú S.A.C. [Tesis de licenciatura, Universidad Nacional San Cristóbal de Huamanga]. Repositorio UNSCH.
<https://repositorio.unsch.edu.pe/items/369bd007-fe5b-4da9-af13-66effbc58d20>
- Mazzei, F. (2014). Espectroscopía Raman y sus aplicaciones. Universidad Nacional de La Plata.
- Miller, J. N., & Miller, J. C. (2018). Statistics and chemometrics for analytical chemistry (7th ed.). Pearson Education.

- Peñaloza, L., Barúa, E., Escalada, J., & Pajares, M. (2023). Técnica espectroscópica de absorción atómica para determinaciones en química ambiental. Universidad Nacional Autónoma de México.
- PerkinElmer Inc. (2010). AAnalyst 3110 Atomic Absorption Spectrometer User's Guide. PerkinElmer Inc.
- Remache, P. (2013). Principios de espectrofotometría de absorción atómica. Universidad Central del Ecuador.
- Ríos Castro, Á. C. (2002). Garantía de la calidad en los laboratorios analíticos. Editorial Síntesis.
- Schrader, B. (1995). Infrared and Raman spectroscopy: Methods and applications. Wiley-VCH.
- Sharma, K., & Schulman, S. (1999). Fluorescence spectroscopy: Basic principles and practice. Springer.
- Skoog, D. A. (2001). Principios de análisis instrumental (5.^a ed.). McGraw–Hill.
- Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2018). Principles of instrumental analysis (7th ed.). Cengage Learning.
- Stephens, M. R. (2002). Estadística (3.^a ed., L. E. Ayala, Trad.). McGraw–Hill Interamericana.
- Vallejos Laura, M. (2013). Análisis de cobre en solución 100–200 ppm por lectura directa por absorción atómica en la empresa LABPERU E.I.R.L. [Tesis de licenciatura, Universidad Nacional San Cristóbal de Huamanga].
- Welz, B., & Sperling, M. (2008). Atomic absorption spectrometry (3rd ed.). Wiley-VCH.

LISTA DE ABREVIATURAS

AA	Absorción Atómica
AAS	Atomic Absorption Spectroscopy (Espectroscopía de Absorción Atómica)
AFS	Atomic Fluorescence Spectroscopy (Espectroscopía de Fluorescencia Atómica)
AES	Atomic Emission Spectroscopy (Espectroscopía de Emisión Atómica)
AAS-FAAS	Flame Atomic Absorption Spectroscopy (Espectroscopía de Absorción Atómica con Llama)
C ₂ H ₂	Acetileno
CO	Monóxido de carbono
CO ₂	Dióxido de carbono
CSIRO	Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization
EPA	Environmental Protection Agency
FAAS	Flame Atomic Absorption Spectroscopy
HCL	Hollow Cathode Lamp (Lámpara de Cátodo Hueco)
ICH	International Council for Harmonisation of Technical Requirements for Pharmaceuticals for Human Use
ISO	International Organization for Standardization
LOD	Limit of Detection (Límite de Detección)
LOQ	Limit of Quantification (Límite de Cuantificación)
NIST	National Institute of Standards and Technology
RMN	Resonancia Magnética Nuclear
RSD	Relative Standard Deviation (Desviación Estándar Relativa)

UNSCH	Universidad Nacional San Cristóbal de Huamanga
USP	United States Pharmacopeia
UV-Vis	Ultravioleta-Visible
ppm	Partes por millón

GLOSARIO

Absorbancia: Medida logarítmica de la cantidad de luz absorbida por una muestra al pasar un haz de radiación a una longitud de onda específica. Se expresa según la ley de Lambert-Beer.

Átomo: Unidad más pequeña de un elemento químico que conserva sus propiedades. En la espectroscopía, los átomos en estado fundamental absorben radiación electromagnética.

Atomización: Proceso mediante el cual una sustancia en solución se convierte en átomos libres, normalmente por acción del calor en una llama o un horno de grafito.

Calibración: Procedimiento mediante el cual se establece la relación entre los valores medidos por un instrumento y los valores conocidos de un estándar.

Espectrofotometría de absorción atómica (AAS): Técnica analítica que permite cuantificar la concentración de elementos metálicos midiendo la absorción de radiación por átomos en estado gaseoso.

Exactitud: Grado de concordancia entre un resultado medido y el valor verdadero o aceptado como referencia.

Interferencia: Efecto no deseado que altera la señal analítica, producido por la presencia de otras sustancias o por condiciones instrumentales.

Lámpara de cátodo hueco: Fuente de radiación empleada en AAS que emite líneas espectrales características del elemento a analizar.

Linealidad: Capacidad de un método analítico para proporcionar resultados proporcionales a la concentración del analito en un rango determinado.

Límite de detección (LOD): Concentración mínima del analito que puede ser detectada, pero no necesariamente cuantificada con exactitud.

Límite de cuantificación (LOQ): Mínima cantidad del analito que puede determinarse con precisión y exactitud aceptables.

Monocromador: Dispositivo óptico que selecciona una longitud de onda específica de radiación a partir de un haz de luz policromático.

Nebulización: Conversión de una solución líquida en un aerosol fino para su transporte y atomización en la llama del espectrofotómetro.

Precisión: Grado de concordancia entre resultados independientes obtenidos bajo condiciones establecidas.

Reproducibilidad: Nivel de coincidencia entre resultados de un método cuando son ejecutados bajo condiciones variables (diferentes días, analistas o equipos).

Robustez: Capacidad de un método analítico de mantener resultados confiables frente a pequeñas variaciones deliberadas en las condiciones de análisis.

Sensibilidad: Relación entre el cambio en la respuesta instrumental y el cambio en la concentración del analito.

Validación: Proceso mediante el cual se confirma, mediante estudios experimentales, que un método analítico cumple con los requisitos para su uso previsto.

ANEXOS

Figura 22

Equipo de absorción atómica Perkin Elmer modelo 3110



Figura 23

Compresora JAM TOOLS GERMANY



Figura 24
Datos de la compresora

PICETTI Oil-free Compressor			
Power	550W	Volume of flow 0.03m³/min	Volume of gas tank
Voltage	220VAC	Working pressure 0.7Mpa	Testing pressure 1.5 Mpa
Frequency	60 Hz	Designed pressure 1.0Mpa	Designed temperature 80 °C
Electric current	12A	Weight of the machine	Size of the out side
Grade of insulation	B	Rated revolving speed 1780r/min	Date

Figura 25
Extractor de gases



Figura 26
Datos del extractor de gases



Figura 27
Balón de gas acetileno



Figura 28
Pipetas usadas para la preparación de curvas



Figura 29

Preparación de curva de plata concentraciones: 0,5, 1,0, 2,0 y 1,5 ppm

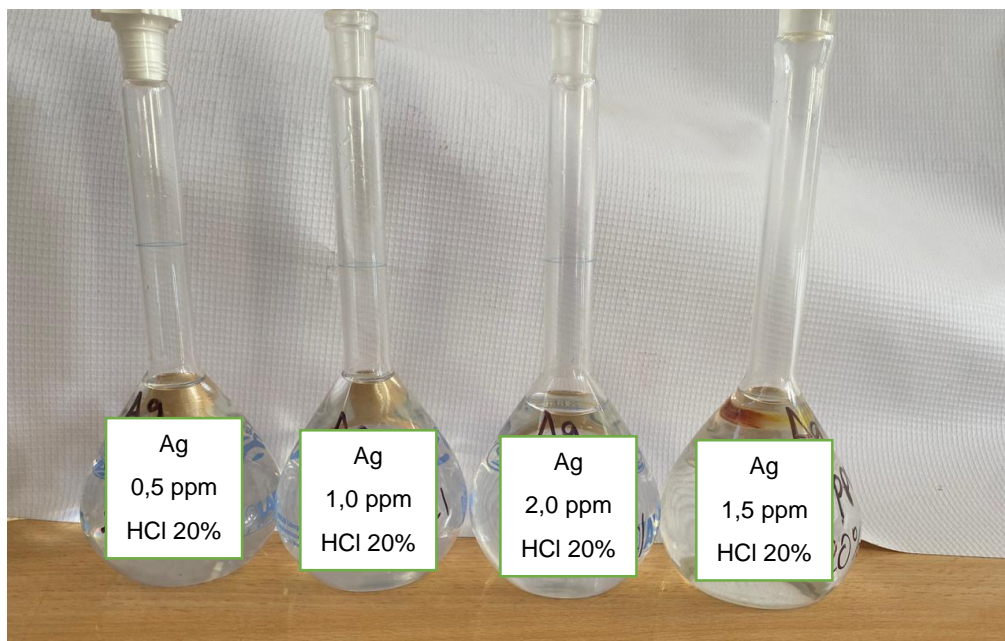


Figura 30

Preparación de curva de cobre concentraciones: 5, 10, 20 y 15 ppm

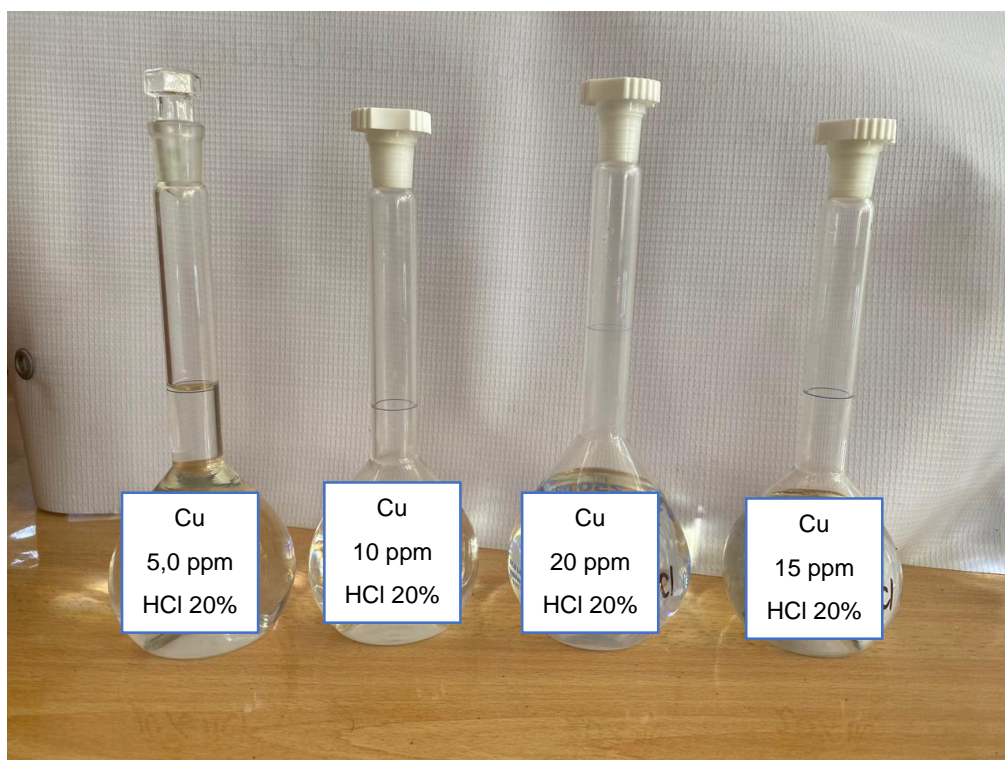


Figura 31
Estándar de cobre 1000 ppm

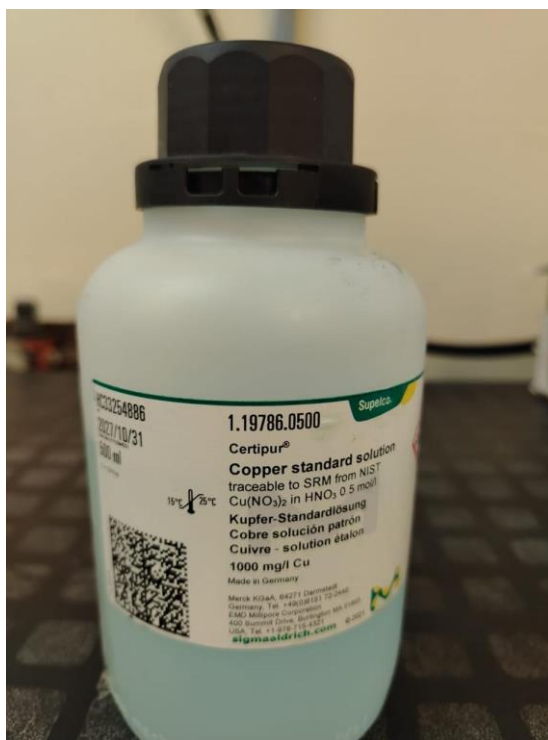


Figura 32
Estándar de plata 1000 ppm

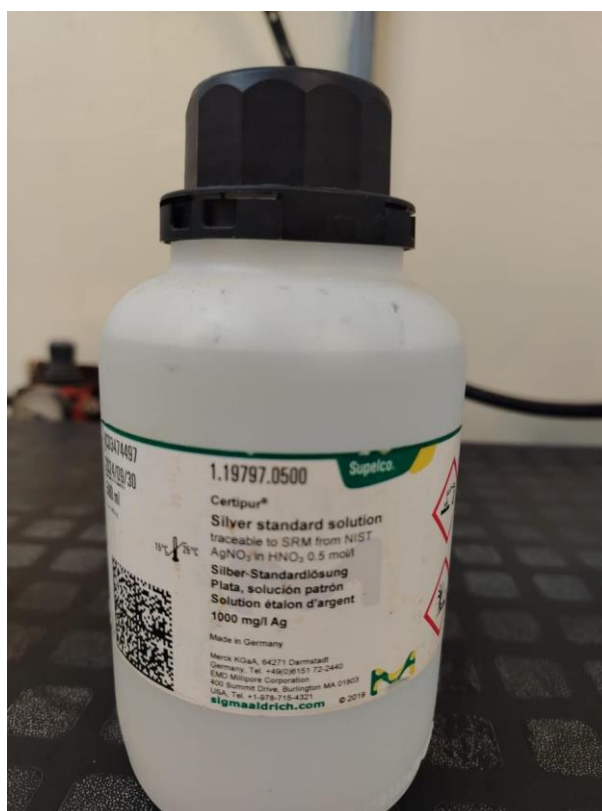


Figura 33
Preparación de muestras para validación



Figura 34

Lectura de soluciones estándares en el equipo de absorción atómica Perkin Elmer



Figura 35

Medición de condiciones ambientales con termohigrómetro (GIARDINO)



Tabla 22
Datos obtenidos de las lecturas de los estándares de cobre

Fecha	5 ppm					10 ppm					20 ppm				
	Conc.	% RSD	Desv. Est.	Prom. ABS	Abs.	Conc.	% RSD	Desv. Est.	Prom. Abs.	Abs.	Conc.	% RSD	Desv. Est,	Prom. Abs.	Abs .
2/07/2025	5,05	0,9	0,0019	0,2030	0,2018	9,98	0,3	0,0011	0,3881	0,3894	20,1	0,2	0,0017	0,7143	0,7126
					0,2020					0,3872					0,7160
					0,2051					0,3878					0,7144
3/07/2025	5,04	0,3	0,0005	0,2024	0,2030	10,03	0,2	0,0006	0,3941	0,3948	19,98	0,3	0,0023	0,7270	0,7282
					0,2020					0,3938					0,7244
					0,2022					0,3937					0,7285
4/07/2025	5,03	0,4	0,0008	0,1992	0,1988	9,94	0,0	0,0002	0,3875	0,3876	19,97	0,1	0,0008	0,7270	0,7278
					0,1987					0,3875					0,7270
					0,2001					0,3873					0,7263
5/07/2025	5,04	0,7	0,0014	0,2029	0,2045	9,95	0,3	0,0013	0,3887	0,3884	20,06	0,4	0,0026	0,7173	0,7144
					0,2018					0,3876					0,7182
					0,2025					0,3901					0,7193
6/07/2025	4,97	0,8	0,0016	0,1991	0,2009	10,08	0,3	0,0018	0,3960	0,3979	20,01	0,2	0,0014	0,7308	0,7320
					0,1988					0,3943					0,7293
					0,1977					0,3957					0,7311

Tabla 23*Datos obtenidos de las lecturas de los estándares de plata*

Fecha	0.5 ppm					1 ppm					2 ppm				
	Conc.	% RSD	Desv. Est.	Prom. Abs.	Abs.	Conc.	% RSD	Desv. Est.	Prom. Abs.	Abs.	Conc.	% RSD	Desv. Est.	Prom. Abs.	Abs.
2/07/2025	0,492	0,3	0,0002	0,0621	0,0623	1,001	0,2	0,0002	0,1242	0,1244	2,01	0,2	0,0005	0,2316	0,2311
					0,0619					0,1240					0,2317
					0,0620					0,1243					0,2320
3/07/2025	0,498	0,2	0,0002	0,0670	0,0670	1	0,3	0,0004	0,1274	0,1270	1,998	0,3	0,0012	0,2415	0,2401
					0,0668					0,1276					0,2423
					0,0671					0,1277					0,2422
4/07/2025	0,493	0,2	0,0001	0,0645	0,0644	1,007	0,2	0,0003	0,1287	0,1285	1,989	0,3	0,0012	0,2355	0,2360
					0,0644					0,1287					0,2363
					0,0646					0,1290					0,2341
5/07/2025	0,301	0,4	0,0003	0,0625	0,0625	0,991	0,4	0,0005	0,1235	0,1239	2,003	0,2	0,0006	0,2285	0,2290
					0,0622					0,1236					0,2287
					0,0627					0,1230					0,2279
6/07/2025	0,306	0,2	0,0002	0,0631	0,0630	0,998	0,3	0,0004	0,1263	0,1267	2,007	0,6	0,0014	0,2381	0,2396
					0,0631					0,1263					0,2378
					0,0633					0,1259					0,2369

**Constancia de Verificación y Rendimiento del equipo de Absorción Atómica
Perkin Elmer AA3110**

	CONSTANCIA DE VERIFICACION Y RENDIMIENTO EQUIPO ABSORCION ATOMICA	LL: 039-25
---	---	------------

ABSORCIÓN ATÓMICA

Datos:

Ubicación.	UNIVERSIDAD NACIONAL DE HUAMANGA – AYACUCHO
Responsable.	Casa Carrasco, Ronald - Escalante Yupanqui, Elder
Fecha.	25 de mayo de 2025
Próximo Mantto.	12 MESES

Equipo.

Equipo.	Marca.	Modelo	Número de serie.
Absorción Atómica	Perkin Elmer	AA3110	

DESCRIPCIÓN DEL SERVICIO

CONDICIONES DEL EQUIPO

Operatividad. Referencias del usuario
Operativo.

LINEA EXTERNA DE GASES

Aire Comprimido.
Presión de ingreso al equipo 60 psi. Se conecta temporalmente para la prueba.

Acetileno.
Presión de ingreso al equipo 14 psi. Se deja una válvula de reguladora de botella.

Óxido nitroso.
No usan por el momento.

Filtro de aire y acetileno.
Se recomienda para su performance total.

Mangueras conectadas al equipo. Verificación de fugas.
Se revisan mangueras, no presentan fugas.

Compresora de aire.
Se requiere evaluar al momento de instalar el equipo en el punto de su funcionamiento.

SISTEMA ATOMIZADOR

Cabezal del quemador. Cámara de mezcla. Nebulizador.
Se encuentran en buen estado. Se recomienda la compra nebulizador alta sensibilidad.

Sistema de drenaje: Trampa de líquido y manguera.
Se requiere la compra del sistema de drenaje.

Mecanismo de alineamiento del quemador.
Se limpió y lubricó los ejes y engranajes. Se probó los movimientos horizontales y verticales de

la cámara. Se cambia perilla de rotación.

Sensores "interlock": cámara, cabezal y drenaje.

Se encuentran en buenas condiciones.

Sensor de llama.

Se limpió y verificó el correcto funcionamiento.

SISTEMA ELECTRÓNICO.

Voltajes AC externo.

Voltaje 220V. la prueba se realizó en el laboratorio momentáneamente.

Fuente de poder, voltajes AC y DC: 15, 5, 0, -15 VDC.

Se encuentran en buenas condiciones.

Tarjetas electrónicas.

Se limpió y se revisó voltajes dc en las tarjetas electrónicas.

Swich de encendido del equipo.

Se encuentra en buen estado.

SISTEMA DE CONTROL DE GASES

"Manifold", válvulas solenoides y cableado.

Se limpió las válvulas solenoides, revisión de cables eléctricos y verificación de voltajes continuos.

Regulador de presión, válvula de purga, controladores de flujo, tuberías, conectores de metal.

Se limpian y se encuentran en buen estado.

Encendedor: tubería para el gas acetileno y válvula solenoide.

Se revisó se encuentra en buen estado.

SISTEMA ÓPTICO

Espejos. "Grating". Detector. Ventanas.

Se observa los espejos ópticos en buenas condiciones. Se limpiaron con aire.

Mecanismo de "slit", "grating", "chopper", selector de lámparas y torreta de lámparas.

Se limpiaron y se verificó que se encuentran en buenas condiciones.

Se lava los espejos.

PRUEBAS DE FUNCIONAMIENTO

Lámpara de Cobre: Calibración de longitud de onda. Ganancia.

Lámpara Cu, Energía 65. Longitud de onda pico: 324.8 nm.

Encendido de llama aire-acetileno.

Ok.

Encendido de llama acetileno-óxido nítrico.

No usan por el momento.

Encendido de lámpara HCL.

Ok.

Verificación del equipo con 5 ppm de cobre.

Nebulizador platino 0.314 de absorbancia.


**CONCLUSIONES Y/O
RECOMENDACIONES**

El equipo queda operativo.

Los equipos deben estar protegidos del polvo. Para poder proteger la óptica.

REPUESTOS UTILIZADOS Y RECOMENDADOS

CODIGO	DESCRIPCION	CAMBIADOS	RECOMENDADOS
N9300065	O-Ring	01	
N3150232	Organic Drain Assembly for AAnalyst		01
B0505480	High-Sensitivity Nebulizer Assembly with Pt/Ir Capillary		01

	
Soporte Técnico: Leonid Lopez Mateu CORPORACIÓN LENOVSAC	RESPONSABLE: Casa Carrasco, Ronald - Escalante UNIVERSIDAD NACIONAL DE HUAMANGA – AYACUCHO

Resultados de muestras de Laboratorio Certificado ALS PERU SA – Sede Las Bambas



ALS Peru S.A.
 Calle 1 LT-1A Mz-D, esq. Calle A
 Urb. Industrial Bocanegra Callao 01
 Lima
 Phone: +51 1 574 5700 Fax: +51 1 574 0721
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: QUALITY CONTROL ALSMINERALS LAS BAMBAS
 CALLE 1 LT-1A MZ-D, ESQ. CALLE A
 URB. INDUSTRIAL BOCANEGRA CALLAO 01

Page: 1 - A
 Total # Pages: 1 (A)
 Plus Appendix Pages
 Finalized Date: 02-DIC-2025
 Account: QUALLB

Project: MUESTRAS PLANTA

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LB25357222

Sample Description	Method Analyte Units LOD	Ag-AA61	Cu-AA62
		Ag ppm	Cu %
STANDARDS			
MRCeo08		4.1	
Target Range - Lower Bound		3.3	
Upper Bound		5.5	
OREAS 502c		0.8	
Target Range - Lower Bound		<0.5	
Upper Bound		1.8	
OREAS 922			0.213
Target Range - Lower Bound			0.204
Upper Bound			0.221
OREAS-74b			0.100
Target Range - Lower Bound			0.095
Upper Bound			0.104
BLANKS			
BLANK		<0.5	
Target Range - Lower Bound		<0.5	
Upper Bound		1.0	
BLANK			<0.001
Target Range - Lower Bound			<0.001
Upper Bound			0.002
DUPLICATES			
MUESTRA 10		1.5	0.251
DUP		1.5	0.251
Target Range - Lower Bound		1.2	0.246
Upper Bound		2.4	0.260



ALS Peru S.A.
 Calle 1 LT-1A Mz-D, esq. Calle A
 Urb. Industrial Bocanegra Callao 01
 Lima
 Phone: +51 1 574 5700 Fax: +51 1 574 0721
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: QUALITY CONTROL ALSMINERALS LAS BAMBAS
 CALLE 1 LT-1A MZ-D, ESQ. CALLE A
 URB. INDUSTRIAL BOCANEGRA CALLAO 01

Page: 1 - A
 Total # Pages: 1 (A)
 Plus Appendix Pages
 Finalized Date: 02-DIC-2025
 Account: QUALLB

Project: MUESTRAS PLANTA

CERTIFICATE OF ANALYSIS LB25357222

Sample Description	Method Analyte Units LOD	Ag-AA61	Cu-AA62
		Ag ppm	Cu %
		0.5	0.001
MUESTRA 1		2.50	0.195
MUESTRA 2		2.60	0.178
MUESTRA 3		2.01	0.109
MUESTRA 4		1.60	0.132
MUESTRA 5		1.60	0.253
MUESTRA 6		1.60	0.263
MUESTRA 7		2.60	0.147
MUESTRA 8		1.40	0.120
MUESTRA 9		1.20	0.254
MUESTRA 10		1.50	0.251
MUESTRA 11		1.70	0.293
DUP-M10		1.50	0.261

Procedimiento manual de manejo del Equipo de Absorción Atómica Perkin Elmer 3110

PASO 1. Examinar las condiciones ambientales Temperatura y humedad relativa y del equipo presión adecuada de acetileno y aire.

PASO 2. Seguidamente colocar la lampara de cátodo hueco de analito deseado (Ag, Cu), encender el equipo de manera manual, para encender la lampara oprimir el PARAMETER ENTRY (Param Entry) en la opción LAMP CURRENT (Esto se regula dependiendo corriente de alimentación especificado por el fabricante) para la lampara de cobre es (15 – 20 mA) y plata (10 – 15 mA) presionar la tecla (ENTER) y dejar estabilizar el haz de luz por 10 a 15 min para su correcto funcionamiento.

PASO 3. Para calibrar el cabezal el quemador a la altura deseada y alinear con el haz de luz, seguidamente para encender la llama regular con las perrillas de Acetileno en 2 lpm a una presión de 12 - 14 psi y aire en 4 lpm a una presión de 51 - 65 psi; encender con un chipero, la llama que resulta deber de color azul uniforme, al encender la llama también inicia la succión por el capilar (para su nebulización), para lo cual en un vaso precipitado de 250 mL con agua (desionizada, purificada, destilada) esto como blanco.

PASO 4. Para optimizar la ganancia de energía oprimir el botón (Energy), llevar a su máxima ganancia graduando con las perrillas que se encuentran en la parte superior oprimiendo el botón (Gain), seguidamente para optimizar la absorbancia con el blanco oprimir el botón (Cont) la ABS cuyo valor tiene estar 0.00 en cuyo caso oprimir el botón (A/Z) para llevar la ABS a cero instrumental, seguidamente solución estándar de 5 ppm de cobre llevar a la absorbancia máxima es $ABS > 2.500$, esto ajustando a medida la altura, ángulo, flujo de capilar asta llevar a la máxima absorbancia.

PASO 5. Según la matriz a analizar, se realiza la calibración correspondiente de la curva con los estándares de calibración con las siguientes concentraciones Cu: 5,10,20 y 15ppm y Ag 0,5,1,2 y 1,5ppm preparadas en fiola 250 ml respectivamente; presionar (Param Entry) hasta la opción STANDARD 1, digitar el rango de la curva correspondientes a la matriz y el estándar dependiente (RESLOPE STANDARD).

PASO 6. Con los patrones preparados presionar la opción DATA, colocamos el capilar en blanco instrumental (A/Z) una vez en cero, seguido oprimimos la opción (CALIB) en el cual nos pide el primer estándar STANDARD1 se toma la solución preparada en la fiola de menor a mayor concentración, colocando el capilar presionar la tecla (READ)

hasta que estabilice la concentración luego enjuague el capilar con el blanco instrumental sucesivamente con los de más estándares, el segundo y tercero hasta completar la curva, seguidamente se toma el estándar dependiente (RESLOPE STANDARD). En caso de algún error o inconveniente realizar nuevamente el desde **paso 2**. Según el analito en el rango preferente a la curva si es mayor realizar dilución a la muestra y si es menor preparar una curva menor concentración.

PASO 7. Al finalizar con la curva se enjuga el capilar para no tener problemas de contaminación cruzada con las muestras problema, se coloca el capilar en la muestra oprimiendo la tecla (READ).

PASO 8. Anotar los valores en concentración mostrados en la pantalla del equipo.

PASO 9. Realizar los cálculos correspondientes.

PASO 10. Al culminar para apagar la lampara oprimir el PARAMETER ENTRY (Param Entry) en la opción LAMP CURRENT en 0 mA (ENTER), apagar el equipo y terminar con orden y limpieza.

**Diagrama de bloques para lecturas con el Equipo de absorción atómica Perkin
Elmer 3110**

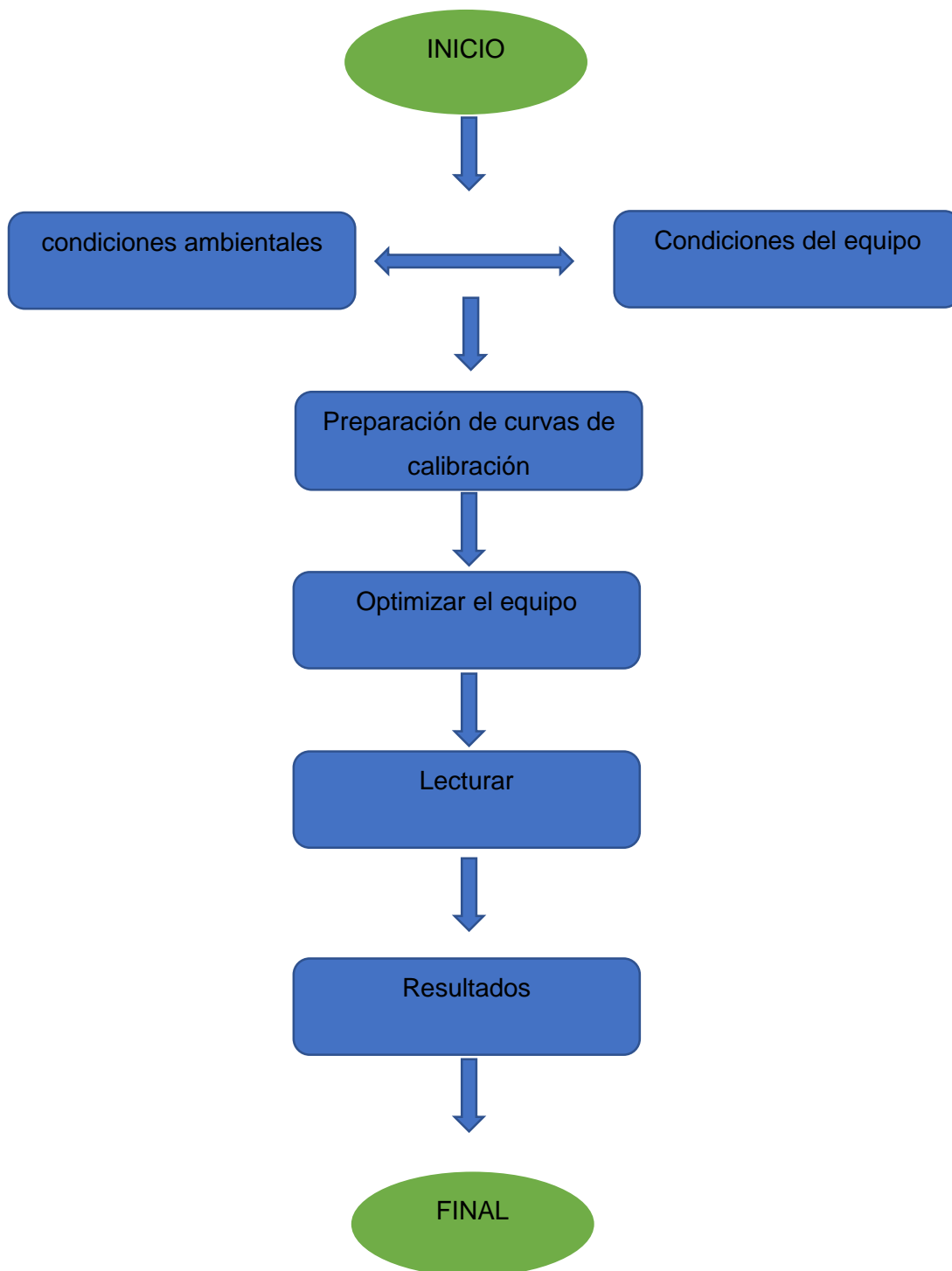


Figura 36
Equipo espectrofotometro inicialmente encontrado.



MATRIZ DE CONSISTENCIA.

PROBLEMAS	OBJETIVOS	HIPÓTESIS	VARIABLES	INDICADORES	DISEÑO METODOLOGICO
GENERAL	GENERAL	GENERAL			
¿Cómo poner en marcha, estandarizar y validar el espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 para la determinación de analitos de cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia de la UNSCH, garantizando resultados precisos, exactos y trazables?	Realizar la puesta en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 en la determinación de analitos de cobre y plata, garantizando su correcto funcionamiento, confiabilidad analítica y comparabilidad de resultados con un laboratorio certificado, en el Laboratorio de Metalurgia de la UNSCH.	La puesta en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 bajo condiciones ambientales y operativas controladas, permite obtener resultados precisos, exactos y trazables en la determinación de cobre y plata, comparables con los de un laboratorio certificado, demostrando la confiabilidad analítica del equipo.	INDEPENDIENTE Puesta en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110	<ul style="list-style-type: none"> • Condiciones ambientales (temperatura, humedad). • Correcta instalación del equipo: suministro eléctrico, conexión de la compresora y extractor de gases. • Funcionamiento correcto de la lámpara, alineación del haz, aspiración del nebulizador, calibración inicial. • Estandarización instrumental: ajuste de longitud de onda, corriente de lámpara, flujo de gases, tiempo de lectura. • Validación del método: cumplimiento de los parámetros de aceptación (linealidad, exactitud, precisión, límite de detección, límite de cuantificación, sensibilidad) 	<p>Tipo de investigación: Aplicada, orientada a la validación de un método analítico en el laboratorio.</p> <p>Nivel de investigación: Explicativo.</p> <p>Diseño de la investigación El diseño de investigación es de tipo experimental puro con enfoque cuantitativo, en el cual se evalúan las condiciones ambientales y operativas del laboratorio para realizar las mediciones instrumentales y analizar los resultados mediante procedimientos estadísticos.</p> <p>El diseño puede representarse de la siguiente forma: $X \rightarrow O$ Donde: X: Aplicación del tratamiento (puesta en marcha, estandarización y validación del método). O: Observación o medición de los resultados (datos analíticos de cobre y plata).</p> <p>El estudio busca comprobar si las acciones de estandarización y validación generan resultados analíticos precisos, exactos y confiables.</p> <p>Población: La población de estudio estuvo conformada por las soluciones patrón madre de cobre (Cu) y plata (Ag) de concentración 1000 ppm certificadas para su uso analítico. Estas soluciones representan la fuente de referencia principal utilizada en la calibración y validación del método de espectrofotometría de absorción atómica (AAS) mediante el equipo Perkin Elmer 3110.</p> <p>Muestra: La muestra se trabajó con soluciones de calibración preparadas en el rango de 0,5 a 2,0 mg/L para plata y 5,0 a 20,0 mg/L para cobre; además se consideraron 5 MRC, y 10 muestras provenientes del Laboratorio ALS PERU SA – Sede Las Bambas.</p>
ESPECÍFICOS	ESPECÍFICOS	ESPECÍFICOS			
¿Cuáles son las condiciones ambientales, de instalación y de operación adecuadas para asegurar el correcto funcionamiento del espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 en el Laboratorio de Metalurgia de la UNSCH?	Determinar las condiciones ambientales, de instalación y de operación óptimas que aseguren el adecuado desempeño del espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 en el Laboratorio de Metalurgia – UNSCH.	Las condiciones ambientales, de instalación y operación adecuadas (temperatura, humedad, ventilación, estabilidad eléctrica, disposición y nivelación del equipo, y control de gases), son adecuadas para que el espectrofotómetro Perkin Elmer 3110 funcione de forma estable y segura en el Laboratorio de Metalurgia–UNSCH.			
¿Qué parámetros instrumentales y analíticos deben establecerse para estandarizar el método de determinación de cobre y plata mediante espectrofotometría de absorción atómica, garantizando la estabilidad y repetibilidad del sistema?	Establecer los parámetros instrumentales y analíticos necesarios para la estandarización del método de determinación de cobre y plata, a fin de obtener mediciones estables y reproducibles.	La optimización de parámetros instrumentales y analíticos (longitud de onda, flujo de aire y acetileno, tiempo de lectura, ancho de rendija y procedimiento de calibración) por lo consiguiente es posible estandarizar un método de determinación de cobre y plata que genere curvas de calibración lineales y reproducibles.			
¿Cuáles son los valores de los parámetros de validación del método —linealidad, precisión, exactitud, sensibilidad, límite de detección (LOD) y límite de cuantificación (LOQ) obtenidos para los analitos cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia de la UNSCH?	Evaluar los parámetros de validación analítica — linealidad, precisión, exactitud, sensibilidad, límite de detección (LOD) y límite de cuantificación (LOQ) para los analitos cobre y plata, conforme a las guías internacionales de validación.	Los valores de los parámetros de validación (linealidad, precisión, exactitud, sensibilidad, LOD y LOQ), son adecuados para la determinación de los analitos de cobre y plata con el espectrofotómetro Perkin Elmer 3110.	DEPENDIENTE Resultados analíticos de determinación de cobre y plata mediante espectrofotometría de absorción atómica.	<ul style="list-style-type: none"> • Linealidad (R²): coeficiente de determinación $\geq 0,995$. • Precisión (CV %): coeficiente de variación $\leq 5 \%$. • Exactitud (% R): recuperación entre 95 – 105 %. • Límite de detección (LD): concentración mínima detectable (calculada como $3 \times \sigma$). • Límite de cuantificación (LC): concentración mínima cuantificable (calculada como $10 \times \sigma$). • Sensibilidad analítica: pendiente de la curva de calibración. 	
¿Cumple el espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110, una vez validado, con los criterios de aceptación establecidos por las guías internacionales de validación analítica (Eurachem, AOAC, ICH Q2(R1)) para los analitos cobre y plata?	Verificar el cumplimiento de los criterios de aceptación internacional establecidos por la Eurachem, AOAC e ICH Q2(R1) en el proceso de validación del equipo y del método.	El espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 3110 validado cumple con los criterios de aceptación de Eurachem, AOAC e ICH Q2(R1), internacionales de desempeño analítico para Cu y Ag.			
¿Son comparables los resultados obtenidos con el espectrofotómetro Perkin Elmer 3110 validado con los de un laboratorio certificado, demostrando la validez externa y la trazabilidad metrológica del equipo?	Comparar los resultados analíticos obtenidos con los de un laboratorio certificado bajo norma ISO/IEC 17025, con el fin de confirmar la validez externa y trazabilidad metrológica del espectrofotómetro Perkin Elmer 3110.	Los resultados con el espectrofotómetro Perkin Elmer 3110 validado son comparables con los de un laboratorio certificado (ISO/IEC 17025) mediante análisis interlaboratorio de las mismas muestras, en consecuencia las diferencias Porcentuales son menores al 5%, demostrando comparabilidad, trazabilidad y validez externa del equipo.			

**UNSCH**FACULTAD DE INGENIERÍA
**QUÍMICA Y
METALURGIA****ACTA DE SUSTENTACIÓN DE LA TESIS PRESENCIAL:**

(Reglamento de grados y títulos, aprobado con RCU N° 314-2021-UNSCH-CU)

Puesto en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica en analitos de cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia-UNSCH**Expositor: Ronald Casa Carrasco****Bachiller en Ingeniería Química**

Expediente N° 2632069

Resolución Decanal N° 026-2026-UNSCH-FIQM/D

Fecha: 23-03-2026

En la Sala de Conferencias "Pedro VILLENA HIDALGO" de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia, ubicada en la Ciudad Universitaria de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga (H-121), siendo las once de la mañana con cinco minutos del día miércoles veinticinco de marzo del año dos mil veintiséis, se reunieron el Bachiller en Ingeniería Química **Ronald Casa Carrasco**, los Docentes Miembros del Jurado de Sustentación Ingenieros: Dr. León Fernando PEREZ CHAUCA, Mg. Tarcila ALCARRAZ ALFARO y Mg. Abrahan Fernando TREJO ESPINOZA, bajo la Presidencia del Dr. Agustín Julián PORTUGUEZ MAURTUA (Decano de la FIQM), Mg. Luis Alberto COSSIO HERRERA (Docente Asesor de la Tesis), el Mg. Fredy Rober PARIONA ESCALANTE (Secretario-Docente) y el público asistente.

Acto seguido, el Presidente del Jurado de Sustentación dispuso que el Secretario Docente dé lectura a los antecedentes tramitados para el presente Acto Público de Sustentación de la Tesis: **Puesto en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica en analitos de cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia-UNSCH**, presentado por el Bachiller **Ronald Casa Carrasco**. A continuación, el Secretario-Docente procedió a dar lectura a la Resolución Decanal N° 026-2026-UNSCH-FIQM/D.

Luego, el Presidente del Jurado invitó al Bachiller **Ronald Casa Carrasco**, a pasar al estrado y exponer su trabajo de Tesis en un tiempo máximo de cuarenta y cinco minutos.

Terminada la exposición del Bachiller, el Presidente invitó a los Señores Miembros del Jurado de Sustentación a que formulen sus preguntas y señalen sus observaciones, en el siguiente orden: Mg. Abrahan Fernando TREJO ESPINOZA, Mg. Tarcila ALCARRAZ ALFARO y Dr. León Fernando PEREZ CHAUCA. Luego el Presidente invitó al Mg. Luis Alberto COSSIO HERRERA para que, en su condición de Docente Asesor, se sirva levantar las observaciones del Jurado y efectuar las aclaraciones que considere conveniente.

Concluyó con esta etapa el Dr. Agustín Julián PORTUGUEZ MAURTUA, en su condición de Presidente.

**UNSCH**FACULTAD DE INGENIERÍA
**QUÍMICA Y
METALURGIA****ACTA DE SUSTENTACIÓN DE LA TESIS PRESENCIAL:**

(Reglamento de grados y títulos, aprobado con RCU N° 314-2021-UNSCH-CU)

Puesto en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica en analitos de cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia-UNSCH**Expositor: Ronald Casa Carrasco****Bachiller en Ingeniería Química**

Expediente N° 2632069




Resolución Decanal N° 026-2026-UNSCH-FIQM/D

Fecha: 23-03-2026

Culminada la etapa de preguntas, el Presidente del Jurado invitó al Sustentante y al público para que se sirvan abandonar la Sala de Conferencias con la finalidad de permitir al Jurado de Sustentación deliberar sobre la evaluación a otorgar. Se alcanzó el siguiente resultado. **APROBADO POR UNANIMIDAD PROMEDIO DIECISEIS (16).**

Finalmente el Presidente del Jurado dispuso que se invite al Sustentante y al público asistente a que se sirvan ingresar a la Sala de Conferencias, y anunció que el Bachiller **Ronald Casa Carrasco**, ha resultado **APROBADO POR UNANIMIDAD**, y por lo tanto a partir de la fecha la Universidad y la Facultad cuenta con un flamante **INGENIERO QUIMICO** y le augura éxitos en su desempeño profesional.

Siendo las doce del medio día con cincuenta y cinco minutos, se dio por concluido el acto académico de Sustentación de Tesis. En fe de lo cual firmamos:


.....
Dr. Agustín Julian PORTUGUEZ MAURTUA
Presidente
.....
Dr. León Fernando PEREZ CHAUCA
Miembro
.....
Mg. Tarcila ALCARRAZ ALFARO
Miembro
.....
Mg. Abrahan Fernando TREJO ESPINOZA
Miembro
.....
Mg. Fredy Rober PARIONA ESCALANTE
(Secretario Docente)

**ACTA DE SUSTENTACIÓN DE LA TESIS PRESENCIAL:****(Reglamento de grados y títulos, aprobado con RCU N° 314-2021-UNSCH-CU)****Puesto en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica en analitos de cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia-UNSCH****Expositor: Elder Escalante Yupanqui****Bachiller en Ingeniería Química**

Expediente N° 2632069

Resolución Decanal N° 026-2026-UNSCH-FIQM/D

Fecha: 23-03-2026

En la Sala de Conferencias "Pedro VILLENA HIDALGO" de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia, ubicada en la Ciudad Universitaria de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga (H-121), siendo las once de la mañana con cinco minutos del día miércoles veinticinco de marzo del año dos mil veintiséis, se reunieron el Bachiller en Ingeniería Química **Elder Escalante Yupanqui**, los Docentes Miembros del Jurado de Sustentación Ingenieros: Dr. León Fernando PEREZ CHAUCA, Mg. Tarcila ALCARRAZ ALFARO y Mg. Abrahan Fernando TREJO ESPINOZA, bajo la Presidencia del Dr. Agustín Julián PORTUGUEZ MAURTUA (Decano de la FIQM), Mg. Luis Alberto COSSIO HERRERA (Docente Asesor de la Tesis), el Mg. Fredy Rober PARIONA ESCALANTE (Secretario-Docente) y el público asistente.

Acto seguido, el Presidente del Jurado de Sustentación dispuso que el Secretario Docente dé lectura a los antecedentes tramitados para el presente Acto Público de Sustentación de la Tesis: **Puesto en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica en analitos de cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia-UNSCH**, presentado por el Bachiller **Elder Escalante Yupanqui**. A continuación, el Secretario-Docente procedió a dar lectura a la Resolución Decanal N° 026-2026-UNSCH-FIQM/D.

Luego, el Presidente del Jurado invitó al Bachiller **Elder Escalante Yupanqui**, a pasar al estrado y exponer su trabajo de Tesis en un tiempo máximo de cuarenta y cinco minutos.

Terminada la exposición del Bachiller, el Presidente invitó a los Señores Miembros del Jurado de Sustentación a que formulen sus preguntas y señalen sus observaciones, en el siguiente orden: Mg. Abrahan Fernando TREJO ESPINOZA, Mg. Tarcila ALCARRAZ ALFARO y Dr. León Fernando PEREZ CHAUCA. Luego el Presidente invitó al Mg. Luis Alberto COSSIO HERRERA para que, en su condición de Docente Asesor, se sirva levantar las observaciones del Jurado y efectuar las aclaraciones que considere conveniente.

Concluyó con esta etapa el Dr. Agustín Julián PORTUGUEZ MAURTUA, en su condición de Presidente.



ACTA DE SUSTENTACIÓN DE LA TESIS PRESENCIAL:

(Reglamento de grados y títulos, aprobado con RCU N° 314-2021-UNSCH-CU)

Puesto en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica en analitos de cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia-UNSCH

Expositor: Elder Escalante Yupanqui

Bachiller en Ingeniería Química

Expediente N° 2632069

Resolución Decanal N° 026-2026-UNSCH-FIQM/D

Fecha: 23-03-2026

Culminada la etapa de preguntas, el Presidente del Jurado invitó al Sustentante y al público para que se sirvan abandonar la Sala de Conferencias con la finalidad de permitir al Jurado de Sustentación deliberar sobre la evaluación a otorgar. Se alcanzó el siguiente resultado. **APROBADO POR UNANIMIDAD PROMEDIO DIECISEIS (16)**.

Finalmente el Presidente del Jurado dispuso que se invite al Sustentante y al público asistente a que se sirvan ingresar a la Sala de Conferencias, y anunció que el Bachiller **Elder Escalante Yupanqui**, ha resultado **APROBADO POR UNANIMIDAD**, y por lo tanto a partir de la fecha la Universidad y la Facultad cuenta con un flamante **INGENIERO QUIMICO** y le augura éxitos en su desempeño profesional.

Siendo las doce del medio día con cincuenta y cinco minutos, se dio por concluido el acto académico de Sustentación de Tesis. En fe de lo cual firmamos:

.....
Dr. Agustín Julián PORTUGUEZ MAURTUA
Presidente

.....
Dr. León Fernando PEREZ CHAUCA
Miembro

.....
Mg. Tarcila ALCARRAZ ALFARO
Miembro

.....
Mg. Abraham Fernando TREJO ESPINOZA
Miembro

.....
Mg. Fredy Rober PARIONA ESCALANTE
(Secretario Docente)

**UNSCH****FACULTAD DE
INGENIERÍA QUÍMICA Y
METALURGIA****ESCUELA PROFESIONAL DE
INGENIERÍA QUÍMICA****CONSTANCIA DE ORIGINALIDAD N° 001-2026-UNSCH-FIQM/EPIQ**

El que suscribe, Director de la **Escuela Profesional de Ingeniería Química** de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, emite la siguiente:

CONSTANCIA DE ORIGINALIDAD

Que, habiendo recibido la solicitud de Constancia de Originalidad por parte de los Bachilleres **Ronald CASA CARRASCO** y **Elder ESCALANTE YUPANQUI**, se procedió a la evaluación de originalidad del archivo adjunto con el **TURNITIN - UNSCH**, de acuerdo a los criterios establecidos en el **Reglamento de Originalidad de Trabajos de Investigación de la UNSCH**, aprobado con Resolución del Consejo Universitario N° 039-2021-UNSCH-CU.

Como resultados del análisis, se obtuvo el siguiente reporte:

Tesis:

Puesta en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica en analitos de cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia - UNSCH

Autores Bach. : Ronald CASA CARRASCO y Elder ESCALANTE YUPANQUI
Identificador : 2939837825
Fecha : 21 de abril de 2026

Se expide la presente constancia de originalidad, con reporte del **22 (veintidós por ciento) de ÍNDICE DE SIMILITUD** realizado con **Depósito de trabajos estándar**, a fin de proseguir con los trámites pertinentes; cabe señalar que, los documentos del procedimiento se archivan en el repositorio documental de la Escuela.

Ayacucho, 22 de abril de 2026

UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN
CRISTÓBAL DE HUAMANGA E.P.
INGENIERÍA QUÍMICA


Dr. Alvaro JARA
Director de Escuela

Adjunto **Recibo digital turnitin**
cc. archivo

**ESCUELA PROFESIONAL DE
INGENIERÍA QUÍMICA**
Av. Independencia S/N - Ayacucho
Telf. 066-312510 Anexo. 152
Correo:
en.quimica@unsch.edu.pe

Puesta en marcha,
estandarización y validación del
espectrofotómetro de
absorción atómica en analitos
de cobre y plata en el
Laboratorio de Metalurgia-
UNSCH

por Ronald CASA CARRASCO y Elder ESCALANTE YUPANQUI

Fecha de entrega: 21-abr-2026 08:26p. m. (UTC-0500)

Identificador de la entrega: 2939837825

Nombre del archivo: litos_de_cobre_y_plata_en_el_Laboratorio_de_Metalurgia-UNSCH.pdf (1.35M)

Total de palabras: 19540

Total de caracteres: 106363

Puesta en marcha, estandarización y validación del espectrofotómetro de absorción atómica en analitos de cobre y plata en el Laboratorio de Metalurgia-UNSCH

INFORME DE ORIGINALIDAD

22%

INDICE DE SIMILITUD

23%

FUENTES DE INTERNET

4%

PUBLICACIONES

10%

TRABAJOS DEL ESTUDIANTE

FUENTES PRIMARIAS

1	repositorio.uncp.edu.pe Fuente de Internet	6%
2	hdl.handle.net Fuente de Internet	3%
3	docplayer.es Fuente de Internet	3%
4	core.ac.uk Fuente de Internet	1%
5	repositorio.unsa.edu.pe Fuente de Internet	1%
6	www.repositorio.usac.edu.gt Fuente de Internet	1%
7	1library.co Fuente de Internet	1%
8	biblioteca.usac.edu.gt Fuente de Internet	1%
9	idoc.pub Fuente de Internet	<1%
10	repositorio.unsch.edu.pe Fuente de Internet	<1%
11	redcol.minciencias.gov.co Fuente de Internet	<1%

12	Submitted to Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga Trabajo del estudiante	<1 %
13	repositorio.uta.edu.ec Fuente de Internet	<1 %
14	Submitted to Universidad Nacional de Trujillo Trabajo del estudiante	<1 %
15	pt.scribd.com Fuente de Internet	<1 %
16	cybertesis.uach.cl Fuente de Internet	<1 %
17	Submitted to Universidad Estatal Amazonica- Trabajo del estudiante	<1 %
18	Submitted to Universidad TecMilenio Trabajo del estudiante	<1 %
19	dokumen.pub Fuente de Internet	<1 %
20	accedacris.ulpgc.es Fuente de Internet	<1 %
21	pdfcoffee.com Fuente de Internet	<1 %
22	dspace.uclv.edu.cu Fuente de Internet	<1 %
23	riul.unanleon.edu.ni:8080 Fuente de Internet	<1 %
24	alicia.concytec.gob.pe Fuente de Internet	<1 %
25	datateca.unad.edu.co Fuente de Internet	<1 %

repositorio.unbosque.edu.co

26	Fuente de Internet	<1 %
27	dehesa.unex.es Fuente de Internet	<1 %
28	Submitted to Blackboard Trabajo del estudiante	<1 %
29	es.scribd.com Fuente de Internet	<1 %
30	repositorio.umsa.bo Fuente de Internet	<1 %
31	ri.ues.edu.sv Fuente de Internet	<1 %
32	sired.udenar.edu.co Fuente de Internet	<1 %
33	Submitted to ITESM: Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey Trabajo del estudiante	<1 %
34	Submitted to UNIV DE LAS AMERICAS Trabajo del estudiante	<1 %
35	e-spacio.uned.es Fuente de Internet	<1 %

Excluir citas

Activo

Excluir coincidencias

< 30 words

Excluir bibliografía

Activo