



---

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
**COORDINACIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**  
**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ACATLÁN**

---

**T E S I S**

**OPTIMIZACION DEL SISTEMA DE ANALISIS DE MUESTRAS POR  
ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA PARA  
COMPAÑIAS MINERAS**

PRESENTADA POR

**Gladys Escobedo Torres**

***PARA OBTENER EL GRADO DE ESPECIALISTA EN:***

**SISTEMAS DE CALIDAD**

**Directora de Tesis: Mtra. Nelly Karina Jiménez Genchi**

**Diciembre 2013**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## **GRACIAS...**

No existe palabra alguna que puede plasmar en cabalidad el sentimiento de agradecimiento para todas aquellas personas que de una y otra manera me apoyaron para llevar a cabo este proyecto.

El principal motor de mi vida, a quien sacrifique por llevar a cabo un sueño de superación profesional, Jorgen, mi amado hijo, no me queda más que decirte gracias, gracias y un millón de gracias por haber llevado la parte difícil de este sueño, el tiempo que deje de dedicarte, las horas y días que deje de verte, el buen y mal humor, la comprensión a mis cambiantes estados de ánimo y lo más importante seguir siendo el niño bueno y excelente alumno que fuiste por ti mismo a pesar de mi ausencia.

Gracias a mi adorada madre, Carmen; quien tuvo que ocupar mi lugar en casa y saber lidiar con mi carácter.

A ti, mi muy amada, Sonja, quien fuiste la fiel compañía de mi hijo en aquellas horas de clases, supiste cuidarlo y defenderlo de todos. No sabes lo mucho que te extraño y que siempre te llevare en mi corazón mientras viva.

Galy, mi hermana quien me dio el apoyo incondicional para realizar todas las gestiones que le pedí y muchas veces recibiendo ingratitud de mi parte.

A mis grandes amigos Ma. Antonieta y Fernando, quienes me acogieron en tierras nuevas y supieron ser mi soporte a lo largo de la especialización hasta este momento concluyente.

No cabe duda que mi amiga Luz Mateu, fue una pieza fundamental de este trabajo, dando todo el apoyo necesario, consejos, críticas, información y demás para poder llevar a cabo mi proyecto, te lo agradezco desde el fondo de mi corazón.

Gracias Luis Lossio, mi gran amigo, por darme infinita información que dieron sustento a mi propuesta.

Gracias México, por acogerme y permitir seguirme desarrollando profesionalmente en las aulas de FES ACATLAN, donde aprendí y compartí diferentes experiencias que han enriquecido mi vida.

Gracias a mi asesora, Nelly Jimenez, por todo el apoyo dado, poder entenderme a pesar que hablamos el mismo idioma, nuestros significados diferían un poco y sobre todo por empujarme a concluir este proyecto, sin tu insistencia no habría terminado.

Gracias a todos los maestros de la especialización, por sus enseñanzas, experiencias, paciencia y exigencias que tuvieron con migo, para sacar lo mejor de mí.

A todas aquellas personas que fueron piezas importantes durante mis estudios, por el apoyo incondicional que me dieron y todas aquellas palabras de aliento que me permitieron continuar, Penélope, Charo, Lydis, Alba, Lilian, muchas, muchas gracias.

Y a ti, que fuiste una parte importante en mi vida y que me enseñó que quedarse en el tiempo, es lo peor que le ocurre a un ser humano, quien me dio todo el coraje necesario para seguir y subir hasta las nubes sin permitir que otros se paren sobre mis hombros, Ronald, muchas gracias.

***“Arriba, siempre arriba”***

***Jorge Chavez***

## INDICE

INTRODUCCION	4
Capítulo 1 DETERMINACION DE METALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN MINERÍA	6
1.1 Planteamiento del problema de investigación	7
1.2 La problemática de la minería	7
1.3 Objetivo general	11
1.4 Objetivos particulares	11
1.5 Justificación y viabilidad	12
1.6 Tipo de investigación	12
1.7 Hipótesis y variables	12
1.8 Análisis de la información	13
Capítulo 2 DISEÑO, CAPACIDAD Y DISTRIBUCION DEL LABORATORIO QUIMICO	14
2.1 Laboratorio Químico	15
2.2 Servicios	16
2.3 Procesos Productivos	16
2.4 Área de Instrumentación	18
2.5.1 Distribución del Área	18

		2
	2.5.2 Equipamiento	19
	2.5.3 Capacidad actual de trabajo	20
	2.5.4 Costos de Análisis	21
Capítulo 3	ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA	22
3.1	Absorción Atómica	23
3.1.1	Proceso de Absorción Atómica	23
3.1.2	Análisis cuantitativo por Absorción Atómica	24
3.1.3	Concentración Característica y Limite de Detección	27
3.2	Validación de Métodos Químicos	32
Capítulo 4	ANÁLISIS DE INFORMACIÓN PARA LA OPTIMIZACION	52
4.1	Proceso	53
4.2	Planeación	55
4.2.1	Planeación Estratégica	55
4.2.2	Planeación de Recursos	56
4.2.3	Planeación Operativa	59
4.2.4	Planeación de Personal	60
4.3	Medición del Trabajo	61

Capítulo 5	PROPUESTA DE OPTIMIZACIÓN DEL SISTEMA DE ANÁLISIS DE MUESTRAS POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA	70
5.1	Validación de Métodos	71
5.2	Tiempos Muertos	73
5.3	Parámetros del Instrumento	74
5.4	Número de Muestras	74
Capítulo 6	EVALUACIÓN	78
6.1	Validación del Método	79
6.2	Tiempos Muertos	87
6.3	Parámetros del Instrumento	88
6.4	Número de Muestras	91
	CONCLUSIONES	93
	BIBLIOGRAFIA	96
	Anexos	99
	Glosario	111



## **INTRODUCCION**

En la presente investigación se desarrolla una propuesta que pretende optimizar el sistema de análisis de muestras por espectrofotometría de absorción atómica para una empresa minera, a través del control de variables propias del equipo, mediante la validación del método de análisis, con base en la norma ISO 17025 referente a la competencia de laboratorios de análisis.

Esta investigación tiene implicaciones prácticas ya que surge como respuesta a la problemática específica de una compañía minera.

En virtud de lo anterior se planteó como objetivo general “desarrollar un proceso para optimizar el sistema de análisis por espectrofotometría de absorción atómica con base en estándares internacionales orientados especialmente al sector minero”.

A partir de ello se establece la hipótesis “Optimizar el sistema de análisis por espectrometría de absorción atómica, que permitirá minimizar los costos de operación, generar resultados precisos dentro de los tiempos requeridos por los clientes internos”.

Para cumplir con los objetivos y la hipótesis, la presente investigación se desarrolla de la siguiente forma, en el primer capítulo se describe el funcionamiento del Laboratorio Químico de una compañía minera que requiere resultados confiables y de alta calidad para apoyar la toma de decisiones.

Posteriormente se desarrolla la metodología con la cual se va a abordar el problema, dejando claros los objetivos. Estableciéndose los objetivos, la hipótesis, justificación y viabilidad del trabajo.

El segundo capítulo describe en términos generales la operación del Laboratorio Químico centrandó la atención en el área de Instrumentación.

El capítulo tercero corresponde al Marco Teórico, en éste se relaciona la teoría del análisis por absorción atómica y los sistemas de gestión de calidad, teniendo como eje las normas vigentes que rigen para la industria minera.

El cuarto capítulo corresponde en su totalidad al área de instrumentación del Laboratorio Químico.

En el quinto capítulo se desarrolla la propuesta de optimización del sistema de análisis de muestras por espectrofotometría de absorción atómica y finalmente, en el capítulo seis se evalúa la efectividad de dicha propuesta.

Esta propuesta permitirá al Laboratorio Químico optimizar el proceso de análisis de muestras reduciendo el tiempo de entrega y asegurando la calidad y certeza de los resultados.

# Capítulo 1

---

*DETERMINACION DE METALES POR  
ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA EN  
MINERIA*

## **1. DETERMINACION DE METALES POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA EN MINERIA**

Los resultados emitidos por el laboratorio químico son el eje central de una compañía minera, ya que con ellos se pueden tomar decisiones en el momento preciso y al menor costo posible, cumpliendo así con las obligaciones legales que les compete, con la finalidad de ser competitivas a nivel nacional e internacional, garantizando que la información obtenida sea de inmejorable calidad. Cabe destacar que la optimización de un sistema de análisis se encuentra contemplado en sistemas de calidad como: ISO 17045, ASTM<sup>1</sup>, AOAC<sup>2</sup>, EPA<sup>3</sup>, etc.

### **1.1 Planteamiento del problema**

La presente investigación pretende optimizar el sistema de análisis de muestras por espectrofotometría de absorción atómica para una empresa minera, a través del control de variables propias del equipo, realizando la validación del método de análisis, enmarcado dentro de la norma ISO 17025 para competencia de laboratorios de análisis.

### **1.2 La problemática de la minería**

No cabe duda que la industria minera es el motor de desarrollo para la economía de muchos países, en especial aquellos a los que se les denomina países mineros y sobre todo en el continente americano. Según datos obtenidos de las inversiones mineras para Latinoamérica, estas se estimaron entre 115,000 a 120,000 millones de dólares para

---

<sup>1</sup> American Society for Testing and Materials

<sup>2</sup> Association of Official Analytical Chemists

<sup>3</sup> Environmental Protection Agency

el 2011, mientras que el año 2008 giro en torno a 110,000 millones de dólares<sup>4</sup>.

Las compañías mineras basan muchas de sus operaciones en los resultados obtenidos del contenido de metales como el oro, la plata, el cobre, etc., por ende durante un proceso inicial de exploración de yacimientos minerales, se habla de una actividad de alto riesgo económico, ya que la cantidad de dinero que se invierte a largo plazo muchas veces se sustentan en precios del producto minero sujetos a altas oscilaciones. A su vez, la exploración implica también un elevado riesgo económico, derivado éste del hecho de presentar gastos que solamente se recuperan en caso de que la exploración tenga éxito y concluya con una explotación minera fructífera. A partir de lo anterior, resulta comprensible que la exploración sea la base de la industria minera, ya que permite la localización de los recursos mineros a explotar, al mínimo costo posible.

Con base en lo anteriormente expuesto, se puede asegurar que la minería requiere de resultados precisos, rápidos y de muy alta calidad para tomar decisiones de gran envergadura, inversiones de millones de dólares americanos para que un proyecto concluya en su respectiva explotación del mineral o minerales de interés y sean beneficiados en las plantas y refinerías correspondientes.

---

<sup>4</sup> VALLARMO, José (2011). Inversiones mineras para el 2011: Soluciones Avanzadas Facilitando la acción. Consulta: 20 de febrero 2012. <http://www.solucionesavanzadas.cl/blog/gestion/91-gestion/1455-inversiones-mineras-para-2011>

Una de las técnicas más conocidas para realizar estas exploraciones es la Geoquímica consistente en realizar estudios del contenido de elementos químicos distribuidos en los sedimentos, rocas y suelos del área a investigar, dependiendo de estos resultados, se obtiene las posibles vetas del mineral de interés<sup>5</sup>.

En el caso de la exploración para determinar contenidos de oro, lo que generalmente se requiere saber primero, son los contenidos de mercurio (Hg); si estos son altos, se sigue con el arsénico (As); si estos son altos se continua con el oro (Au) y la plata (Ag) finalmente, independientemente de la determinación de otros elementos químicos, que varían dependiendo de la composición química del mineral de la zona. En producción, estos resultados son requeridos en el menor tiempo posible, dependiendo de ellos se toma la decisión en cuestión de la materia prima que se utiliza así como las precauciones que se deben seguir para obtener el producto final.

En octubre del 2012, una onza de oro tuvo un valor de US\$ 1707.14, si tenemos una diferencia en resultados de solo 2g/TM<sup>6</sup> y se procesa 800TM al día, se tendría una pérdida de más de US\$ 35 000 000, anuales sin considerar los costos de producción.

De aquí proviene la importancia de que los resultados cuantitativos sean lo más precisos, en el menor tiempo posible, para lo cual se

---

<sup>5</sup> AREVALO Ortiz, Ciro (1992). La perforación diamantina en la exploración geotécnica de macizos rocosos: Seminario Taller de Mecánica de Suelos y Exploración Geotécnica. Primera edición. CISMID-FIC-UNI. Perú. Pag.5

<sup>6</sup> TM: Tonelada Metrica

cuenta con diversas técnicas de análisis químico que dependiendo de su precisión y viabilidad, puedan ayudar en la toma de decisiones.

En la tabla 1.1 se presenta una comparación entre tres diferentes técnicas para la determinación de oro y plata que utilizan los Laboratorios de Servicios:

Técnica	Au Límite de Detección µg/L	Ag Límite de Detección µg/L	Tamaño de muestra (g)	Costo US\$
Espectrometría de Absorción Atómica (FAAS)	0.005	1.5	1	12.50
Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-OES)	0.005	0.9	1	30.00
Rayos X	20	---	8	18.00
Ensayos al Fuego (FA)	0.03	3	10 – 50	60.00

**Tabla 1.1 : Comparación de diferentes técnicas de análisis químico.**  
Fuente: Elaboración propia basada en información obtenida de diferentes laboratorios de servicios.

De la tabla 1.1, cuya información ha sido recopilada de los diferentes laboratorios de servicios que realizan estos análisis, se pudo precisar que la técnica de análisis a utilizar por su precisión, rapidez, facilidad y costos, es la espectrofotometría de absorción atómica.

La base de esta técnica es el espectrofotómetro de absorción atómica, equipo de fácil uso en que se requiere el control de parámetros como alineamiento de quemador, ajuste de nebulizador, mezcla de gases y validación de métodos de trabajo, que son las principales fuentes de error en los resultados, trayendo como consecuencia muchas veces

que se ponga en duda los valores obtenidos y se tome la decisión de mandar realizar dichos análisis externamente, situación que independientemente de los altos costos que generan, los resultados obtenidos se dan en periodos de tiempo no menores a una semana, acarreado con ello un incremento en costos de producción que puede fluctuar hasta el 50% por la falta de toma de decisión en el momento preciso como sería en el caso de que se requiriera incrementar un insumo en el proceso de producción, por haber consumido.

Es así que atendiendo los parámetros mencionados se puede obtener información precisa en el menor tiempo posible con los menores costos y de esta forma tomar decisiones al momento, con beneficios que reeditarían en costos favorables para la compañía.

### **1.3 Objetivo General**

Desarrollar un proceso para optimizar el sistema de análisis por espectrofotometría de absorción atómica con base en estándares internacionales orientados especialmente al sector minero.

### **1.4 Objetivos particulares**

- Determinar los puntos críticos del proceso para establecer la optimización.
- Validar el método de análisis por espectrofotometría de absorción atómica.
- Predecir el porcentaje de efectividad de la optimización a realizar.



- Establecer indicadores para la evaluación de la propuesta.

### **1.5 Justificación y viabilidad**

Esta investigación tiene implicaciones prácticas al pretender resolver una problemática específica para una compañía minera basándose en la propuesta de optimización del sistema de análisis por espectrofotometría de absorción atómica.

Este proyecto es viable, en virtud de que este sistema de análisis es de vital importancia por los resultados que se espera obtener basado en su rapidez y sensibilidad.

### **1.6 Tipo de investigación**

Inicia como descriptiva al determinar la situación en que se encuentra el laboratorio químico en el área de instrumentación y termina siendo correlativa al medir el grado de relación que existe entre las variables de personal, costos, insumos dentro del laboratorio y el equipo.

### **1.7 Hipótesis y variables**

Con la optimización de sistema de análisis por espectrofotometría de absorción atómica, se logrará minimizar costos de operación, generar resultados precisos y tiempos requeridos por los clientes internos.

- Variable independiente

Parámetros propios del equipo, indicadores de eficiencia

- Variable dependiente

Instalaciones, personal, métodos de análisis.

### **1.8 Análisis de la información**

De la información colectada, se establecerán los parámetros a corregir y establecer los procedimientos de trabajo para minimizar los tiempos muertos. Se utilizara herramientas de calidad como: Diagrama de Pareto, Diagrama de Ishikawa, Gráficas de control y Gráficas de Gantt.

## Capítulo 2

---

*DISEÑO, CAPACIDAD Y DISTRIBUCIÓN DEL*

*LABORATORIO QUÍMICO*

## 2. GENERALIDADES DEL LABORATORIO QUIMICO

En este capítulo se describe en términos generales al Laboratorio Químico centrada en el área de Instrumentación.

### 2.1 Laboratorio Químico

El Laboratorio Químico brinda servicios de soporte a la compañía; sus resultados se encuentran enmarcados dentro de los estándares de calidad para los diversos servicios que brinda, basado en la constante retroalimentación y capacitación del personal, mejoras en los análisis y programas de contingencias relacionados con la seguridad del personal como de la infraestructura y equipamiento del área.

En la figura 2.1 se presenta la estructura organizacional del Laboratorio Químico con la finalidad de vincularlo con los servicios que ofrece

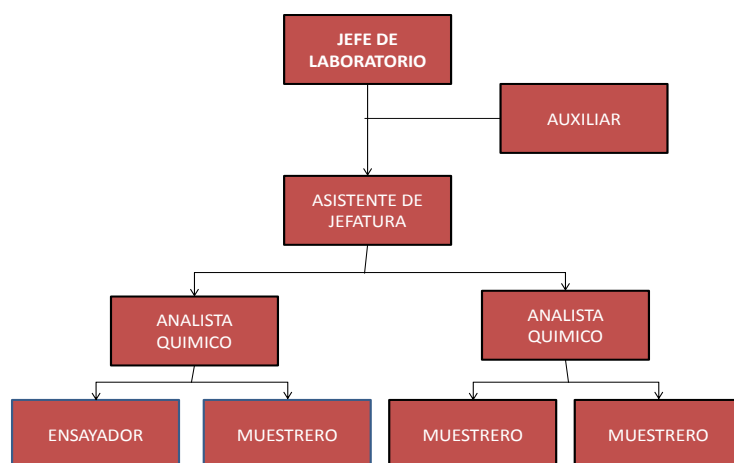


Figura 2.1: Organigrama del Laboratorio Químico  
Fuente: Laboratorio Químico de Cía. Minera Poderosa S.A.

## 2.2 Servicios

Los servicios que brinda el Laboratorio Químico son:

- Colecta de muestras del circuito de planta.
- Preparación mecánica de muestras.
- Análisis de oro y plata para muestras de procesamiento, minado, prospección y mineral de acopio.
- Análisis de metales por vía clásica para muestras de procesamiento.
- Análisis de oro y plata en soluciones cianuradas para muestras de circuito de planta y metalurgia.
- Análisis de metales en soluciones acuosas para muestras de mina, perforación diamantina (DDH<sup>7</sup>) y prospección.
- Análisis de oro y plata para muestras de fundición.
- Análisis de metales en soluciones acuosas para muestras de medio ambiente.
- Análisis de aniones para muestras de medio ambiente.
- Análisis de parámetros fisicoquímicos para muestras de medio ambiente.

## 2.3 Proceso Productivo

En la Figura 2.2, se puede visualizar el mapa de procesos del laboratorio químico que ha sido elaborado basado en el mapa de procesos de una compañía minera<sup>8</sup>, donde el proceso de análisis químico es un proceso de soporte dentro de la compañía.

---

<sup>7</sup> Diamon Drill Holl

<sup>8</sup> Memoria Anual 2010, Compañía Minera Poderosa S.A.

Los procesos operativos son cuatro: Recepción de muestras, preparación de muestras, análisis y reportes.

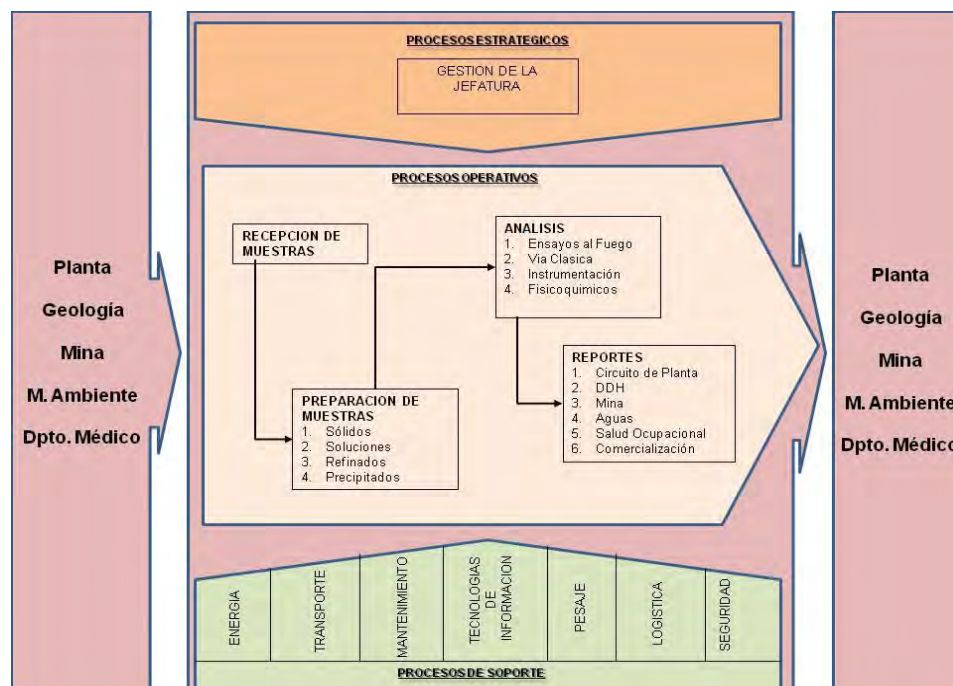


Figura 2.2: Mapa de Procesos del Laboratorio Químico

Fuente: Elaboración propia en base al mapa de procesos de la Cía.

Cuando una muestra llega al laboratorio, se realiza la recepción de la misma, verificando su estado, codificación, procedencia y análisis químico que se requiere realizar en ellas; es en este paso también donde se define qué tipo de preparación se va a realizar dependiendo el tipo de muestra. El paso siguiente, es realizar la preparación de la muestra: los sólidos son reducidos de tamaño de partícula hasta obtener una muestra representativa por procesos mecánicos; los líquidos o soluciones son filtrados por decantación y los precipitados son homogenizados, en el caso de los refinados son llevados a

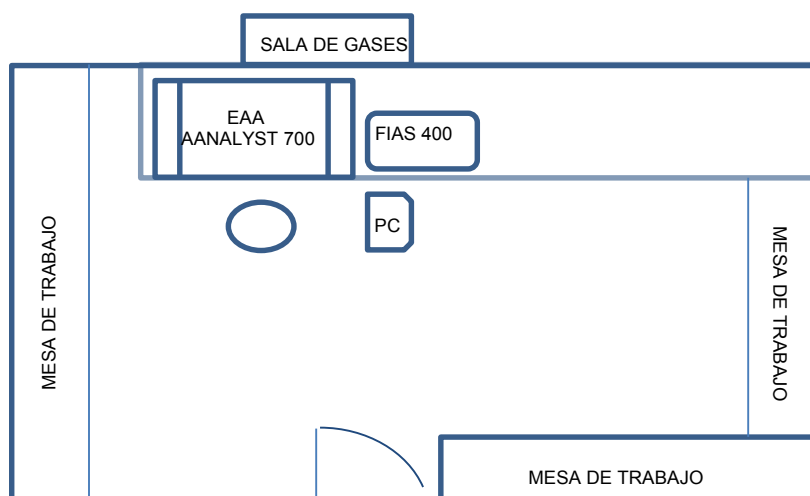
virutas. Una vez preparadas las muestras pasan al proceso de análisis químico, dependiendo de lo que se requiera, se usaran técnicas químicas como ensayos al fuego, vía clásica, instrumentación y fisicoquímicas. Finalmente, se emite el reporte correspondiente al cliente.

## **2.4 Area de Instrumentación**

### **2.4.1 Distribución del Área**

Instrumentación cuenta con 40m<sup>2</sup> de área, en la cual se ha dispuesto de una mesa central para la ubicación del espectrofotómetro de absorción atómica con el sistema de inyección de flujo y horno de grafito.

Esta área, ver Figura 2.3, está preparada para albergar otro equipo de absorción atómica completo, se cuenta con sistema extractor de gases y sistema de enfriamiento para mantener la temperatura a no más de 25°C, según especificaciones técnicas; las mesas de trabajo cuentan con anaqueles y estantes para guardar repuestos, consumibles y soluciones estándar para ser usadas con el equipo, además de contar con un sistema de purificación de agua.



**Figura 2.3: Distribución del Área de Instrumentación**  
Fuente: Elaboración propia

#### 2.4.2 Equipamiento

Se cuenta con el siguiente equipamiento que se presenta parcialmente en la Figura 2.4:

- Espectrofotómetro de Absorción Atómica marca Perkin-Elmer modelo AAnalyst 700.
- Horno de Grafito marca Perkin-Elmer modelo HGA-800 con automuestreador.
- Sistema de Análisis por Inyección de Flujo marca Perkin-Elmer modelo FIAS- 400.
- Auto muestreador marca Perkin-Elmer modelo AS-90.
- Lámparas de Cátodo Hueco de varios elementos.
- Lámparas de Descarga Eléctrica de varios elementos.
- Compresor de aire de ¼ hp.
- Extractor de Gases.
- Gases inertes: Acetileno, Óxido Nitroso y Argón.



- Computadora Dell con impresora HP.

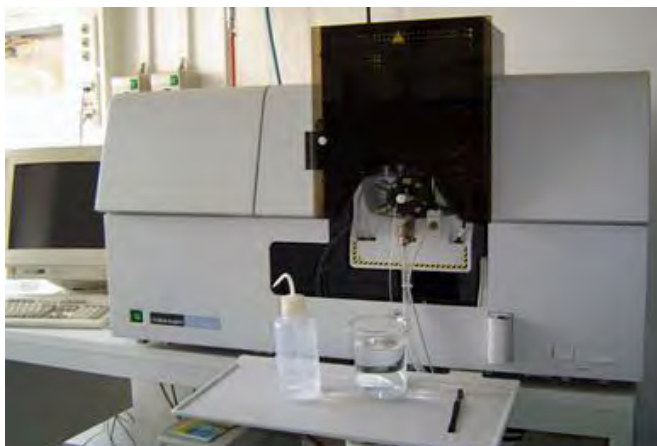


Figura 2.4: Vista parcial del Área de Instrumentación (Espectrofotómetro AAAnalyst 700)

### 2.4.3 Capacidad de Trabajo Actual

La Tabla 2.1 muestra el número de determinaciones que se realiza por la técnica de análisis de espectrometría por absorción atómica.

	Diario	Semanal	Mensual
Circuito de Planta	120	840	3600
Geología (DDH)	0	100	400
Metalurgia	0	20	80
Refinería	0	30	120
Muestras de control	3	25	100
Composito	0	0	46
TOTAL	123	1015	4346

Tabla 2.1: Número de determinaciones que se analiza en el área de instrumentación.  
Fuente: Datos obtenidos del Laboratorio Químico

## **2.5 Costos de Análisis**

A partir de la relación de la Tabla 1.1: Comparación de diferentes técnicas de análisis químico, y la Tabla 2.1: Número de determinaciones que se analiza en el área de instrumentación, se obtiene que el costo promedio por muestra empleando el método de absorción atómica es de US\$12.50 por elemento en laboratorios de servicio externo.

## Capítulo 3

---

*ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA*

### 3. ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA

En este capítulo se interrelacionará la teoría del análisis por absorción atómica y los sistemas de gestión de calidad, basado en normas vigentes que rigen para la industria minera.

#### 3.1 Absorción Atómica

El proceso de absorción atómica se basa en la energía que absorben los átomos cuando son excitados por una fuente externa de emisión, y que al emitir una señal, esta es cuantificada para dar la concentración del elemento a analizar.

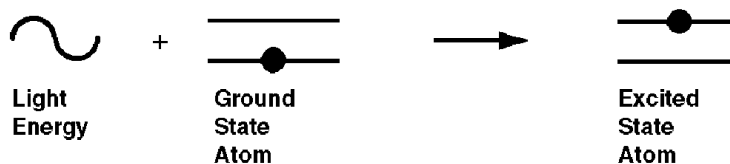


Figura 3.1: El proceso de absorción atómica

Fuente: BEATY, Richard D. and Kerber, Jack D. (1993). Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry

##### 3.1.1 Proceso de Absorción Atómica<sup>9</sup>

La cantidad de interés en las mediciones de absorción atómica es la cantidad de luz a una longitud de onda resonante que es absorbida como la luz que pasa a través de una nube de átomos. Como el número de átomos en el camino del haz de

<sup>9</sup> BEATY, Richard D. and Kerber, Jack D. (1993). Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry. Second edition. The Perkin – Elmer Corporation. USA. Pág. 1.3-1.8.

luz se incrementa, la cantidad de luz absorbida se incrementa de una manera predecible.

Al medir la cantidad de luz absorbida, la determinación cuantitativa de la cantidad del analito de interés presente puede hacerse. El uso de fuentes de luz especiales y una cuidadosa selección de la longitud de onda permite la determinación cuantitativa específica de elementos individuales en presencia de los demás.

La nube de átomos requerida para las mediciones de absorción atómica es producida suministrando energía térmica suficiente a la muestra de disociar los compuestos químicos en átomos libres. Aspirando una solución de la muestra de interés en una llama que se encuentra alineada al haz de luz sirve para este propósito. Bajo las condiciones apropiadas de la llama, la mayoría de los átomos permanecerán en el estado basal y siendo capaces de absorber luz en la longitud de onda analítica de una fuente de energía. La facilidad y velocidad a la cual se pueden hacer determinaciones precisas y exactas con esta técnica hacen que la absorción atómica sea uno de los métodos más populares para la determinación de metales.

### **3.1.2 Análisis Cuantitativo por Absorción Atómica**

El proceso de absorción atómica se muestra en la Figura 3.2. La luz de la longitud de onda resonante de intensidad inicial " $I_0$ " es enfocada en la flama que contiene los átomos en estado basal. La intensidad de luz inicial decrece una cantidad determinada por la concentración de átomos presentes en la

flama. La luz es luego dirigida sobre el detector donde la intensidad reducida “I” es medida. La cantidad de luz absorbida es determinada comparando “I” a “I<sub>0</sub>”.

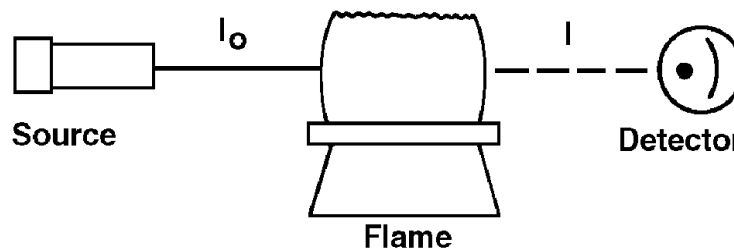


Figura 3.2: El proceso de Absorción Atómica (intensidad de luz)

Fuente: BEATY, Richard D. and Kerber, Jack D. (1993). Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry

Varios términos son usados para definir la cantidad de luz absorbida que tiene lugar. La “transmitancia” es definida como intensidad final entre la intensidad inicial.

$$T = I/I_0$$

La transmitancia es una indicación de la fracción inicial de la luz que pasa a través de la llama para caer en el detector. El “porcentaje transmitido” es simplemente la transmitancia expresada en términos de porcentaje.

$$\%T = 100 \times I/I_0$$

El “porcentaje de absorción” es el complemento del porcentaje de transmisión definido como el porcentaje de la intensidad inicial de la luz que es absorbido en la flama.

$$%A = 100 - \%T$$

Estos términos son fáciles de visualizar en una base física. El cuarto término, “absorbancia”, es puramente una cantidad matemática.

$$A = \log (I_0/I)$$

Absorbancia es el término más conveniente para caracterizar a la absorción de la luz en espectrometría de absorción, ya que esta cantidad sigue una relación lineal con la concentración. La ley de Beer define esta relación:

$$A = abc$$

Donde “A” es la absorbancia; “a” es el coeficiente de absorción, una constante que es característica de la especie absorbida a una longitud de onda específica; “b” es el paso de luz interceptado por la especie absorbida; y “c” es la concentración de la especie absorbida. Esta ecuación simple establece que la absorbancia es directamente proporcional a la concentración de la especie absorbida para las condiciones instrumentales dadas.

Este comportamiento directamente proporcional entre la absorbancia y la concentración es observada en absorción atómica. Cuando la absorbancia de las soluciones estándar de

concentración conocida del analito son medidas y los datos de absorbancia son graficados versus la concentración, se establece una relación de la calibración similar a la Figura 3.3.

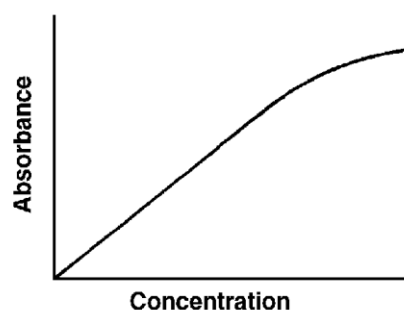


Figura 3.3: Concentración vs absorbancia

Fuente: BEATY, Richard D. and Kerber, Jack D. (1993). *Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry*

Sobre la región donde se observa la relación de la ley de Beer, la calibración es una línea recta. Cuando la absorbancia y la concentración se incrementan, un comportamiento no ideal en el proceso de absorción puede causar una desviación de la linealidad tal como se muestra.

Después que una calibración es establecida, la absorbancia de soluciones de concentraciones desconocidas pueden ser medidas y a concentración se determina de la curva de calibración.

### 3.1.3 Concentración Característica y Límites de Detección

La concentración característica y el límite de detección<sup>8</sup> son términos que describen la performance característica del



instrumento para un analito dado. Mientras que ambos parámetros dependen de la absorbancia observada para el elemento, cada uno define una especificación diferente, y la información a ser colectada de cada término también es diferente.

### **Concentración Característica**

La “concentración característica” (alguna vez llamada “sensibilidad”) es una convención para definir la magnitud de la señal de absorbancia que podría producir por una concentración dada del analito. Para absorción atómica por flama, este término es expresado como la concentración de un elemento en miligramos por litro (mg/L) requeridos para producir 1% de señal de absorción (0.0044 absorbancia).

$$\text{Conc. Cart}^{10} \text{ (mg/L)} = \text{Conc. de Std}^{11} \text{ (mg/L)} \times 0.0044$$

Tanto como sean hechas las mediciones en la región lineal de trabajo, la concentración característica de un elemento puede ser determinada leyendo la absorbancia producida de una concentración conocida del elemento y usando la ecuación mencionada.

Existen varias razones prácticas para esperar conocer el valor de la concentración característica para un elemento.

---

<sup>10</sup> Concentración característica

<sup>11</sup> Concentración de estándar

Conociendo la concentración característica esperada, por una simple medición de absorbancia de una concentración conocida y comparando los resultados con el valor esperado, permite al operador determinar si todas las condiciones del instrumento están optimizadas y si está conforme a las especificaciones. Un valor de concentración característica conocida también permite predecir el rango de absorbancia que será obtenido de un rango de concentración conocida o determinar el rango de concentración que produciría niveles óptimos de absorbancia.

### **Límite de Detección**

Mientras la magnitud de la señal de la absorbancia puede ser predicha de un valor dado por la concentración característica, ninguna información es dada acerca de cuan pequeña señal de absorbancia puede ser medida. Por eso, no es posible predecir la concentración mínima medible del valor de la concentración característica conocida. Para determinar esta cantidad, se debe considerar mayor información de la naturaleza de medición de la señal de absorbancia.

La concentración más baja medible podría ser determinada de la magnitud de la absorbancia observada para un elemento (concentración característica) y de la estabilidad de la señal. Una señal inestable o “ruido” hace más difícil distinguir cambios pequeños en absorbancia debido a pequeñas diferencias en la concentración, de aquellas variaciones aleatorias debido al “ruido de la línea base”. La Figura 3.4 ilustra el concepto del efecto de ruido en una cuantificación de pequeñas señales de

absorbancia. La señal "A" y la señal "B" tienen la misma magnitud.

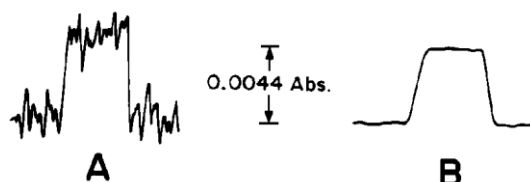


Figura 3.4: Mediciones de absorción atómica cercanos al límite de detección.

Fuente: BEATY, Richard D. and Kerber, Jack D. (1993). *Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry*

Sin embargo, la menor variabilidad ("ruido") de la señal "B" permite detectar señales aún más pequeñas. La sensibilidad de las dos señales es la misma, pero hay una diferencia de límite de detección.

El término "límite de detección" incorpora la consideración de que el tamaño de señal y el ruido de la línea base que dan la indicación de la concentración más baja de un elemento pueden ser medidas. El límite de detección es definido por la IUPAC "como la concentración que se obtiene de una señal de absorbancia 3 veces la magnitud del ruido de la línea base".<sup>12</sup>

El ruido de la línea base puede ser estadísticamente cuantificado haciendo 10 o más réplicas de la absorbancia del blanco, y determinar la desviación estándar de las mediciones.

<sup>12</sup>International Union of Pure and Applied Chemistry

El límite de detección se define luego como la concentración que produce una señal de absorbancia tres veces la desviación estándar del blanco.

Mediciones rutinarias analíticas del límite de detección son difíciles, debido al hecho que, por definición, el ruido hace un porcentaje significativo de la señal total medida. La precisión obtenida del límite de detecciones  $\pm 33\%$  RSD (desviación estándar relativa) cuando se usa el criterio de tres desviaciones estándar. Por tanto, mientras sea posible distinguir el límite de detección de la concentración de cero, para una buena precisión es necesario limitar el trabajo rutinario analítico a concentraciones mayores que el límite de detección.

En la Tabla 3.1 se puede apreciar algunos límites de detección teóricos.

Elemento	Flama acetileno-aire	Horno de grafito
Cd	0.005	0.0001
Cr	0.005	0.0005
Cu	0.004	0.0001
Fe	0.004	0.003
Ni	0.005	0.001
Zn	0.001	0.000006

**Tabla 3.1: Algunos límites de detección aproximados en absorción atómica**  
Fuente: Elaboración propia

### 3.2 VALIDACIÓN DE MÉTODOS QUÍMICOS<sup>13</sup>

El objetivo de la validación es probar la aptitud de los métodos, así como la capacidad del personal y el laboratorio. La validación se apoya en los parámetros estadísticos del procedimiento.

Para el caso de metodologías de ensayo o de calibración desarrolladas por el laboratorio los métodos deben ser adecuados y totalmente validados antes de su uso.

#### **Validación del Método**

Es el proceso para establecer las características de funcionamiento y limitaciones del método y la identificación de influencias que pueden cambiar estas características.

En química analítica, la validación de instrumental se usa para describir el proceso de establecer que un instrumento en un momento dado se pueda operar de acuerdo con la especificación de diseño.

#### **Criterios**

- a. Cuando se utiliza una Norma, una Norma modificada o un Método interno, se debe proceder según la Tabla 3.2.

---

<sup>13</sup> FAO (2005). “Desarrollo de un sistema integral de aseguramiento de calidad para laboratorios de análisis de alimentos en América del Sur”, Taller Subregional sobre Aseguramiento de Calidad y Validación de Metodología para Análisis Químicos. Colombia. Pág. 1-85.

<b>Método Normalizado</b>	<b>Modificación de un método Normalizado</b>	<b>Método Interno</b>
Comprobar que el Laboratorio domina el ensayo y lo utiliza correctamente. - Exactitud. - Repetibilidad. - Incertidumbre. Límite de Detección (si la Norma lo indica).	Comprobar que el Laboratorio domina el ensayo y lo utiliza correctamente. - Exactitud. - Repetibilidad. - Reproducibilidad No difieren del método original.	Comprobar que el Laboratorio domina el ensayo y lo utiliza correctamente. - Exactitud. - Repetibilidad. - Reproducibilidad Son suficientes para el objetivo de aplicación.
Determinar: - Intervalo de trabajo - Linealidad - Recuperación - Robustez - Selectividad - Estabilidad - Reproducibilidad	Determinar: - Intervalo de trabajo - Linealidad - Recuperación - Robustez - Selectividad - Estabilidad - Reproducibilidad	Determinar: - Selectividad - Linealidad - Exactitud - Intervalo de trabajo - Repetibilidad - Reproducibilidad - Estabilidad - Límite de detección - Límite de cuantificación - Recuperación - Robustez - Sensibilidad - Incertidumbre
Realizar Carta de control con los resultados de materiales de referencia. Controles Intralaboratorio y participar en interlaboratorios		

**Tabla 3. 2:** Tabla de criterios cuando se utiliza una norma, norma modificada o método interno.  
**Fuente:** FAO (2005). “Desarrollo de un sistema integral de aseguramiento de calidad para laboratorios de análisis de alimentos en América del Sur”, Taller Subregional sobre Aseguramiento de Calidad y Validación de Metodología para Análisis Químicos.

b. Según Categoría de Métodos (ver Tabla 3.3)

Categoría I: para la cuantificación de materia prima o principio activo en producto terminado.

Categoría II: para determinar impurezas en materia prima o compuestos de degradación en producto terminado; o para análisis de residuos en material biológico o alimentos.

Categoría III: para determinar las características de funcionamiento como disolución o liberación de droga.

PARAMETROS	METODO CAT. I	METODO CAT. II		METODO CAT. III
		Cuantitativo	Test Límite	
Estabilidad	Si	Si	Si	*
Selectividad	Si	Si	Si	Si
Linealidad	Si	Si	No	*
Rango	Si	Si	*	*
Exactitud y recuperación	Si	Si	No	*
Precisión	Si	Si	Si	Si
MND <sup>14</sup>	No	Si	Si	*
MNC <sup>15</sup>	No	Si	Si	*
Estudio comparativo	Si*	*	*	
Robustez	Si	Si	Si	Si

Tabla 3.3: Tabla de criterios según categoría de métodos

Fuente: FAO (2005). "Desarrollo de un sistema integral de aseguramiento de calidad para laboratorios de análisis de alimentos en América del Sur", Taller Subregional sobre Aseguramiento de Calidad y Validación de Metodología para Análisis Químicos.

## Diseño

- ✓ Definición de la aplicación, propósito y alcance del método (considerando compuestos, matrices, tipo de información: cualitativa o cuantitativa, límites de detección y cuantificación, rango lineal, precisión y exactitud, etc.).

<sup>14</sup> Mínimo Nivel Detectable

<sup>15</sup> Mínimo Nivel Cuantificable

- ✓ Definición de los parámetros de rendimiento y criterio de aceptación (deberá respetarse en el proceso de diseño los criterios que para cada tipo de análisis se describen en la presente instrucción).
- ✓ Diseño de los experimentos de validación.
- ✓ Descripción de las características relevantes requeridas para el equipamiento.
- ✓ Calificación y/o calibración de los materiales, estándares y reactivos.
- ✓ El protocolo de validación deberá ser evaluado y autorizado para su ejecución por el Supervisor, Jefe de Departamento o Jefe de Laboratorio según corresponda a la estructura del organismo y sus misiones y funciones.

### **Ejecución**

- ✓ Realización de los experimentos de pre-validación.
- ✓ Ajuste de los parámetros del método y/ o los criterios de aceptación si fuera necesario.
- ✓ Realización de los experimentos de validación interna en forma completa.
- ✓ Desarrollo los Procedimientos Operativos Estandarizados (POE) para ejecutar el método en la rutina.
- ✓ Definición del tipo y frecuencia de pruebas adecuadas para el sistema y/ o control de calidad analítico (CCA) para controles de rutina.

### **Informe**

El profesional responsable deberá documentar los experimentos y resultados de la validación en el informe considerando:

- ✓ El objetivo y alcance del método (aplicabilidad, tipo).
- ✓ Tipo de compuestos y de matriz.



- ✓ Detalle de drogas, reactivos, estándares de referencia, y preparación de muestras de control.
- ✓ Procedimientos para los controles de calidad de estándares y drogas usadas.
- ✓ Parámetros del método.
- ✓ Tolerancia y Precisión para la comprobación de robustez (cuando corresponda).
- ✓ Detalle de las condiciones y de la implementación de los experimentos incluyendo la preparación de la muestra.
- ✓ Procedimientos estadísticos y cálculos representativos.
- ✓ Procedimientos para el control de calidad en la rutina.
- ✓ Gráficos representativos, registros (cromatogramas, espectrogramas, etc.) y curvas de calibración.
- ✓ Criterios de aceptación de los datos.
- ✓ Incertidumbre esperada para los resultados de la medida.
- ✓ Criterio para la revalidación.
- ✓ Consideraciones de seguridad.
- ✓ Persona que desarrolló e inicialmente validó el método.
- ✓ Resumen y conclusiones.

El Supervisor, Jefe de Departamento o Jefe de Laboratorio, según corresponda evaluará el informe:

Se confrontan los parámetros estadísticos obtenidos, o bien las medidas de validación (cartas de control, ensayos de interoperación) con lo establecido.

**Requisitos a cumplir en el proceso de validación:**

## a. Linealidad y Sensibilidad con Patrones

Antes de la preparación de los patrones se debe utilizar soluciones de referencia cuna pureza conocida.

Se deben analizar todos los patrones convenientemente agrupados.

Para estudiar la linealidad y sensibilidad de respuesta se trabajará con distintas concentraciones (entre cuatro y siete), realizando varios replicados (entre cuatro y seis).

Se grafica respuesta (área o relación de áreas en el caso de utilizar patrón interno) en función de la masa de la sustancia utilizada y se efectúa el tratamiento estadístico de los datos, determinado ordenada al origen, pendiente (sensibilidad), coeficiente de correlación y coeficiente de variación porcentual para cada nivel de concentración.

El coeficiente de correlación, preferentemente, debe ser mayor o igual que 0.995 (aunque puede encontrarse entre 0.980 y 0.990 según el método analítico).

## b. Precisión, Repetibilidad, Reproducibilidad y Selectividad con Material de Referencia (MR) o Muestras Fortificadas (en el caso de análisis de residuos y cuando no se disponga de MR).

Se deber analizar, blanco de reactivos, blanco de muestras y MR para todas las sustancias en diferentes niveles de concentración según el método analítico que se aplique. Los replicados deben ser distribuidos en días distintos.

c. Selectividad

La selectividad da una indicación de cuan fuertemente un resultado es afectado por otros componentes de la muestra.

d. Exactitud

Es el grado de concordancia entre el resultado de ensayo y el valor de referencia. Se obtiene determinando la veracidad y la precisión.

e. Veracidad

Es el grado de concordancia entre el valor medio obtenido de una serie de mediciones y el valor de referencia. Se expresa como sesgo.

Para la evaluación de este parámetro se realiza el análisis de un material de referencia certificado, preferentemente con una matriz semejante a la de la muestra. Sólo en el caso de no existir un material adecuado se puede realizar un ensayo de recuperación.

Cuando sea posible, se realizan un mínimo de 10 repeticiones del ensayo tres días consecutivos. Se compara el promedio de los valores obtenidos ( $X$ ) con el valor de referencia certificado (MRC), teniendo en cuenta la incertidumbre asociada a ese material.

El módulo de la diferencia da como resultado el sesgo del método:

$$s = X - MRC$$

f. Precisión

Es la proximidad entre resultados de análisis independientes obtenidos bajo condiciones estipuladas.

Depende sólo de la distribución de los errores aleatorios y no se relaciona con el valor verdadero o valor especificado. Se computa como desviación estándar de los resultados de los análisis.

g. Repetibilidad

Puede determinarse de una manera interna. Para ello es necesario tener en cuenta que:

- Deben determinarse suficientes resultados
- Todos los pasos del método (incluidos la toma y preparación de la muestra, así como la calibración) deben realizarse n-veces.

h. Reproducibilidad

Su determinación es posible por ensayo de intercomparación o cuando se cuenta con distintos analistas, distintos equipos, etc.,

Se determina Recuperación Porcentual (R%) para cada MR y CV% para cada nivel de concentración.

Se grafica Concentración Hallada en función de la Concentración de Referencia. Se efectúa el tratamiento estadístico de los datos, determinando ordenada al origen pendiente (recuperación promedio) y coeficiente de correlación. Determinar Recuperación % y CV%.

i. Incertidumbre de los resultados

Es un parámetro de identificación central e imprescindible para preparar una acreditación según la Norma ISO 17025. Incluye los errores sistemáticos y aleatorios.

Los laboratorios deben tener y aplicar procedimientos para estimar la incertidumbre de medición, deben identificar todos los componentes de la incertidumbre, entre ellas pueden encontrarse:

- ✓ definición incompleta del mensurando
- ✓ definición imperfecta del mensurando
- ✓ muestreo
- ✓ preparación de muestras
- ✓ condiciones ambientales
- ✓ desviaciones personales en la lectura de instrumentos analógicos
- ✓ límites en la discriminación o resolución del instrumento
- ✓ valores inexactos de los patrones y materiales de referencia utilizados
- ✓ valores inexactos de constantes y otros parámetros obtenidos de fuentes externas y utilizados en el algoritmo para la obtención de datos

Para su determinación y especificación existen varias posibilidades:

- ✓ Indicación acerca de la repetibilidad.
- ✓ Resultados de las cartas de control.
- ✓ Resultado de intercomparaciones.
- ✓ Evaluación por miembros del personal experimentados, competentes y, por lo tanto, autorizados.

j. Indicación acerca de la Repetibilidad:

Una posibilidad es procesar en total 25 fortificados correspondientes a 5 (cinco) niveles de concentración por quintuplicado, por lo tanto se dispone de 25 valores de Recuperación Porcentual (R %).

Calcular la desviación estándar relativa DSR, según:

$$DSR = \frac{DS(R\%)}{R\%(Prom)}$$

$DS_{(R\%)}$ : desvío estándar de las R %.

$R\%(Prom.)$ : recuperación promedio.

Calcular la Incertidumbre expandida (U) para

- ✓ una medida "c"
- ✓ DSR
- ✓ "k"

$$U = DSR \times k \times c$$

El valor de k es 2 para un nivel de confianza de 95 %.

La Incertidumbre Porcentual también puede ser determinada a partir de por lo menos 25 valores experimentales de R % correspondientes a análisis de rutina, según el mismo procedimiento.

- k. Elaboración de una carta de control analizando un material de referencia.

Es la herramienta de elección para el control interno de rutina de métodos utilizados frecuentemente. Las cartas de control no son adecuadas para métodos que se utilicen menos de alrededor de tres veces al mes.

Para ello se analiza una muestra de control (muestra de retención de una muestra real o un material de referencia certificado o no) junto con las muestras del análisis y el resultado se registra en la carta de control.

Las variantes más importantes son:

- Carta de control de un sólo valor
- Carta de control del blanco
- Carta de control para recuperación

El procedimiento es en principio el mismo para todos los casos. La diferencia se encuentra en el factor que se controla (contenido de la sustancia, blanco o bien porcentaje de recuperación).

#### I. Límite de Detección (LD)

Es necesario solamente cuando deben tomarse decisiones cualitativas, es decir, si la sustancia está presente o no. Los procedimientos de determinación posibles son:

- 3 veces la dispersión, expresada como desviación estándar, a partir de mediciones repetidas del blanco.
- 2.5 a 5 veces la relación señal/ ruido del equipo de medida que utiliza.
- La concentración CL o la cantidad QL, es la medida más pequeña XL que se puede detectar con seguridad razonable:

$$XL = X_{bl} + k S_{bl}$$

Donde:

X bl: media de las medidas de las muestras blanco (MB)

S bl: desviación estándar de las medidas de la MB

k: factor numérico de acuerdo al nivel de Concentración.

Cuando se considere necesario los valores obtenidos para LD deben ser confirmados experimentalmente, fortificando muestras de la misma matriz a los niveles de concentración respectivos y efectuando su análisis con el mismo número de replicados que en la validación correspondiente.



m. Límite de Cuantificación (LC)

Se emplea cuando se realizan determinaciones de sustancias a nivel de residuos.

En esencia se encuentran en la literatura dos formas para determinarla:

- De manera análoga al límite de detección, en el cual el límite de cuantificación es como mínimo tres veces el límite de detección, según cada caso.
- Como 6 ó 10 veces la DS del blanco 3 veces el LD. Los límites de cuantificación son las características de realización que marcan la capacidad de un proceso de medidas químico para cuantificar la sustancia adecuadamente La concentración LQ, es la medida más pequeña que se puede cuantificar adecuadamente  $LQ = kQ \times SQ$ .

Donde:

LQ es el límite de cuantificación

SsQ es la desviación estándar en ese punto

kQ es el factor cuya inversa multiplicada por el RSD iguala al cuantificando seleccionado

El valor por defecto que expresa para kQ es 10

n. Robustez

El objetivo de la prueba de robustez es optimizar el método analítico y describir que bajo las condiciones establecidas

(incluidas sus tolerancias) se pueden obtener resultados suficientemente exactos con una alta seguridad, de manera que el procedimiento funcione confiablemente si se utiliza en otros laboratorios o después de intervalos largos de tiempo.

Un método es más robusto entre menos dependan los resultados del ensayo de una modificación en las condiciones de éste. Al desarrollar un nuevo método analítico debe determinarse la modificación de los resultados por el cambio en las condiciones del ensayo. Las condiciones que afectan el método de medición son por ejemplo:

- Laboratorio, lugar de la medición.
- Personal.
- Aparatos.
- Reactivos, disolventes, estándares, etc.
- Caudal de la fase móvil.
- pH de la fase móvil (por Ej. en HPLC).
- Gradiente de temperatura (por Ej. en GC).

Modificaciones pequeñas a estas condiciones deben afectar muy poco o nada al resultado del análisis.

Pueden modificarse algunas condiciones del análisis y seguir las afectaciones a los resultados o a los parámetros estadísticos.

Un aspecto importante de la robustez es la estabilidad de todas las muestras, estándares y reactivos, tanto en el almacenamiento

como durante las condiciones de ensayo. En este caso pueden ser parámetros a probar:

- Sensibilidad a la temperatura.
- Sensibilidad a la luz.
- Hidrólisis. Ej. por la humedad del aire.
- Facilidad de oxidación.
- Descomposición química.
- Efectos catalíticos, Ej. por las paredes del contenedor.
- Adsorción, Ej. durante la filtración de disoluciones con trazas.
- Precipitación, Ej. al dejar mucho tiempo una disolución.

Para determinar la robustez de un procedimiento analítico se utiliza el procedimiento de Youden y Steiner, que permite evaluar siete variables con el análisis de sólo ocho muestras.

- Las variables deben ser elegidas estratégicamente.
- Cada variable se estudia mediante un valor (o cualidad cuando esto no es posible) alto (A, B,...G) y otro bajo (a, b,...g) y se diseñan ocho pruebas según el ejemplo de la Tabla 1. Los resultados se representan con letras desde s hasta z.
- A partir de los resultados puede calcularse el efecto de cada una de las variables haciendo la media de los cuatro análisis que contienen la variable en su valor más alto (mayúsculas) y aquellos que corresponden al valor más bajo (minúsculas). Así, el efecto de cambio del Factor “A” a “a” se mide por la diferencia:

$$(s + t + u + v) / 4 + (w + x + y + z) / 4$$

- Es decir, la media de los resultados (s+t+u+v) equivale a "A" porque las seis variables restantes presentes en estos cuatro resultados se anulan entre sí como consecuencia de que existen siempre dos mayúsculas y dos minúsculas de cada variable. Análogamente, la media de los resultados (w+x+y+z) equivale a "a".
- Se calcula el efecto de cada uno de los factores. Finalmente el efecto de cambio de "G" a "g" se mide por la diferencia  $(s+v+x+y)/4 - (t+u+w+z)/4$ .
- Al comparar los dos valores medios se conoce la influencia de la variable en el estudio.
- Para cualquier otra variable se puede proceder de manera similar, como muestra la Tabla 3.4.

VALOR DE LAS VARIABLES	ANALISIS							
	1	2	3	4	5	6	7	8
A,a	A	A	A	A	A	A	a	A
B,b	B	B	B	B	B	B	b	B
C,c	C	C	C	C	C	C	C	C
D,d	D	D	D	D	D	D	D	D
E,e	E	E	E	E	E	E	E	E
F,f	F	F	F	F	F	F	f	F
G,g	G	G	G	G	G	G	G	G
Resultados	S	T	U	V	W	X	y	Z

**Tabla 3.4: Test de Robustez de Youden para un método analítico**

Fuente: FAO (2005). "Desarrollo de un sistema integral de aseguramiento de calidad para laboratorios de análisis de alimentos en América del Sur", Taller Subregional sobre Aseguramiento de Calidad y Validación de Metodología para Análisis Químicos.

- Estableciendo las siete comparaciones posibles (A-a,...G-g) puede conocerse el efecto de cada variable; cuanto mayor sea

la diferencia, mayor influencia tendrá dicha variable en el método analítico. Si cualquiera de estas diferencias entre los promedios de subgrupos de cuatro es mayor que  $(2)^{1/2}$  DS entre los replicados llevados a cabo en las mismas condiciones, es indicación de que el método es sensible a los cambios del factor involucrado.

Estas variables recibirán especial atención al redactar el método, remarcando la necesidad de un estricto control para obtener resultados de calidad.

Nota 1: Los factores a estudiar no deben ser necesariamente siete; puede considerarse un número menor de variables. Esto no afectará el balance del diseño del experimento siempre que se lleven a cabo los ocho ensayos indicados.

Nota 2: una información adicional de este test de Youden es que la desviación estándar de los resultados  $s$  a  $z$  constituye una medida excelente de la imprecisión previsible del método cuando se utiliza para el análisis de rutina, ya que este procedimiento introduce deliberadamente el tipo de variación en las variables que puede esperarse que ocurra durante el empleo normal del método.

o. Participación en intercomparaciones

Deben tomarse en cuenta los siguientes puntos:

- Las intercomparaciones dan información valiosa solamente cuando las muestras se manejan de la misma manera que las muestras de un análisis normal.
- Las intercomparaciones se realizan en intervalos de tiempo largos. De ahí que no sean suficientes para el aseguramiento de calidad rutinario, sino que funcionan como complemento de las cartas de control, por ejemplo: Cuanto más distintas sean las matrices de las muestras de intercomparación y las del análisis, menos información dan las intercomparaciones para el análisis rutinario.
- La interpretación de los resultados de intercomparaciones debe realizarse con el mayor cuidado, especialmente en el caso de resultados aberrantes o desviaciones, para obtener las máximas posibilidades de mejora.
- Si no se organizan intercomparaciones oficiales o provenientes de proveedores reconocidos, se pueden realizar en su lugar comparaciones con otros laboratorios

p. Sensibilidad

Puede considerarse como el gradiente de la curva de respuesta del instrumento, es decir el cambio en la unidad de respuesta que corresponde a un cambio en la concentración del analito.

En la Tabla 3.5, se presenta un resumen de los requisitos a validar en el trabajo.

<b>Requisito</b>	<b>Característica</b>
Linealidad	Coefficiente de correlación $\geq 0.995$
Selectividad	Resultado afectado por otros componentes de la muestra
Exactitud	Se determina con la veracidad y la precisión
Veracidad	Error absoluto
Precisión	Se da en base a la repetibilidad y la reproducibilidad
Repetibilidad	Se da cuando es análisis es hecho por la misma persona bajo las mismas condiciones
Reproducibilidad	Hecho por diferentes analistas y diferentes condiciones.
Límite de Detección	Cantidad mínima de analito detectada
Límite de Cuantificación	Cantidad mínima cuantificable

**Tabla 3.5: Resumen de requisitos para validación**

Fuente: Elaboración propia

## **Accreditación y Certificación**

### a) **Accreditación**

Es el procedimiento por el cual un organismo con autoridad otorga un reconocimiento formal de que un organismo, o una persona, es competente para llevar a cabo tareas específicas (Guía ISO/IEC 2: 1996).

### b) **Certificación**

Es el procedimiento por el cual una tercera parte asegura por escrito que un producto, proceso o servicio está conforme con los requisitos especificados (Guía ISO/ IEC 2: 1996).

c) Conclusiones

La implementación del Aseguramiento de la calidad y la validación de metodología para análisis químicos:

- ✓ Ayuda y beneficia la organización
- ✓ Mejora la planificación
- ✓ Señala los aspectos críticos del método
- ✓ Ayuda a prevenir errores y variables
- ✓ Asegura la documentación y recolección de datos
- ✓ Los problemas potenciales pueden ser identificados y eliminados
- ✓ Mejora la eficiencia brinda satisfacción al cliente porque le ayuda a resolver un problema y confiar en los resultados
- ✓ Promueve la calidad y validez de los datos de ensayo mediante un sistema por el cual pueden ser auditados y/ o reconstruido. Posibilita la Acreditación del Laboratorio facilita la aceptación internacional de los datos de ensayo y el comercio.



## Capítulo 4

---

*ANALISIS DE INFORMACION PARA LA OPTIMIZACION*

#### 4. ANALISIS DE INFORMACION PARA LA OPTIMIZACION

En el presente capítulo se analiza el proceso completo en el área de instrumentación del Laboratorio Químico.

##### 4.1 Proceso<sup>16</sup>

A continuación se establece el proceso completo del área de Instrumentación.

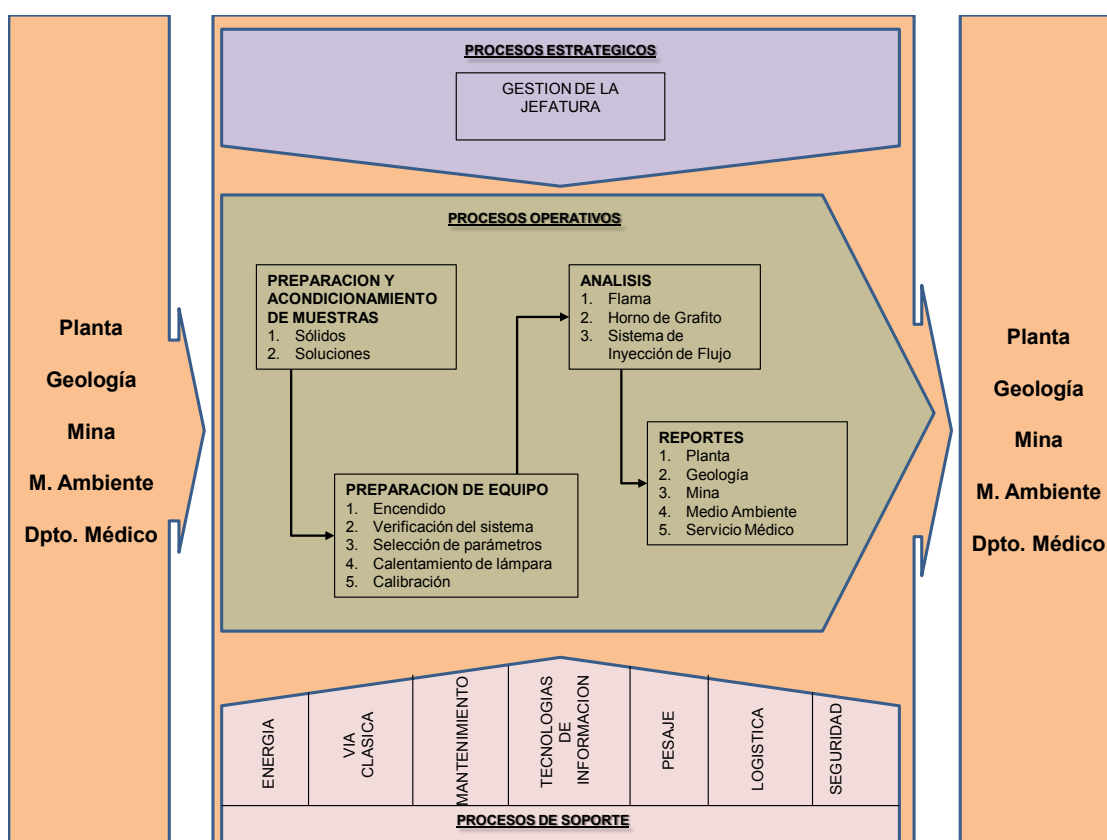
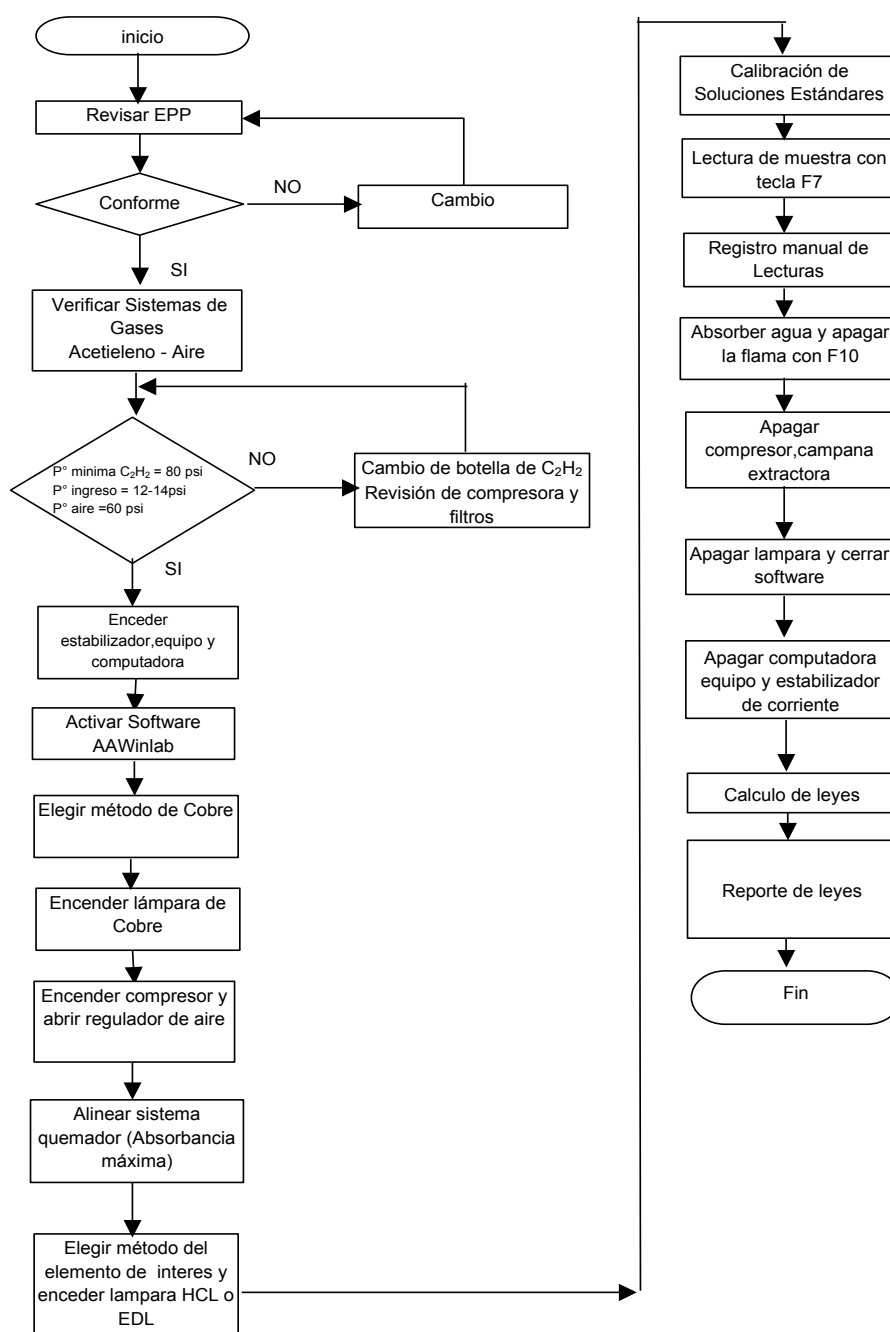


Figura 4.1: Mapa de Procesos del Área de Instrumentación

Fuente: Elaboración propia

<sup>16</sup> Análisis de Procesos Empresariales: Enfrentando el reto de la Productividad y Competitividad, Cardona, D., 2008. Consultado en <http://www.slideshare.net/tutorcread/diapositivas-de-analisis-de-procesos-1204344>

Para visualizar mejor el proceso de “Análisis”, nos basamos en el diagrama de flujo del Método de Análisis por Flama:



**Figura 4.2: Diagrama de Flujo del Análisis por Espectrometría de Absorción Atómica por Flama**  
**Fuente: Procedimiento Estándar de Trabajo de Seguro de Análisis de muestras por Espectrofotometría de Absorción Atómica**

## 4.2 Planificación<sup>17</sup>

La planificación ha desempeñado un papel de vital importancia en los logros obtenidos por el Laboratorio a lo largo de casi 30 años de servicio y se ha basado en:

### 4.2.1 Planificación Estratégica

El Laboratorio Químico ha seguido los lineamientos estratégicos que la alta dirección ha establecido (ver ANEXO 1), los cuales han regido a todas las áreas de la compañía y se encuentran denotados dentro de las certificaciones obtenidas:

#### **ISO 14001:2004<sup>18</sup>**

La creciente conciencia sobre el cuidado y respeto del medio ambiente, el desarrollo sostenido y el cumplimiento de legislaciones, cada vez más controladas, convierte en imprescindible la implantación de un correcto Sistema de Gestión Ambiental (ver ANEXO 2).

#### **ISO 9001:2008**

Es un método de trabajo considerado como referente para la mejora de la calidad y de la satisfacción del cliente. Está basado en un modelo de gestión por procesos que desarrolla los ocho principios de la Gestión de la Calidad (ver ANEXO 3).

---

<sup>17</sup> Como formar una empresa en el centro de cómputo. Venezuela: Universidad Nacional Experimental Politécnica de la Fuerza Armada, Almerida, A. y otros, 2010

[Http://www.slideshare.net/MAKLG/nombre-de-la-empresa11-6748242](http://www.slideshare.net/MAKLG/nombre-de-la-empresa11-6748242)

<sup>18</sup> Cia. Minera Poderosa S.A., 2011, [www.poderosa.com.pe](http://www.poderosa.com.pe)

## **OSHAS 18001**

La Seguridad y Salud de los Trabajadores es un requisito indispensable en toda la Organización, permite ser una empresa moderna que establece hacia dónde se mueve, conseguir un perfeccionamiento sustancial de los procesos y de la eficiencia en la producción, mejorar la relación con las distintas administraciones, ser una fuente de motivación a los empleados y cumplir con la normativa laboral, que imposibilita la concurrencia de multas y gravámenes (ver ANEXO 4).

### **4.2.2 Planificación de Recursos**

#### Instalaciones Físicas

La ubicación física e instalación del área ha dependido de muchos factores, para ello se consideraron los siguientes puntos:

#### Local Físico:

Su disponibilidad, distribución y equipamiento ha sido tratado en el segundo capítulo.

#### Área de Trabajo:

Se contó con un ambiente libre de polvo, vapores corrosivos, vibración y protección de la luz del sol directa. El espectrofotómetro se ha instalado sobre una mesa de trabajo, que presentaba las dimensiones adecuadas para acomodarlo. No se encontraba pegado a la pared, ya que contaba con una

separación mayor de 60 cm para facilitar el mantenimiento del mismo<sup>19</sup>.

#### Sistema de Ventilación<sup>16</sup>:

Cuenta con un sistema de ventilación para remover los humos de combustión y vapores de flama u horno de grafito, su importancia radica en los siguientes aspectos:

- Tiende a remover los efectos de peligro en el sitio y la atmosfera del laboratorio.
- Ayuda a proteger al equipo contra los vapores corrosivos que han sido originados por las muestras.
- Remueve el calor disipado provenientes de la flama y el horno de grafito.

El sistema de ventilación proporciona una relación de flujo de aproximadamente 7000 – 8500 L/min.

#### Gases<sup>16</sup>:

Aire Comprimido: Es suministrado por una compresora de aire de ¼ Hp con un flujo mínimo de 28 L/min a una presión mínima de 50 psi, cuenta con una trampa para aire y aceite o un filtro entre la compresora y el sistema de control de gases del instrumento manteniendo las gotas de aire y aceite fuera de los sistemas de medición de flujo. Se recomendó tener la compresora de aire alejada del área de trabajo por el ruido que produce y causar daños a la salud.

---

<sup>19</sup> Prepare su Laboratorio para Absorción Atómica Perkin-Elmer, Beco Internacional Ltda., Bolivia, 2010

Acetileno: Los cilindros han sido suministrados por compañías proveedoras de gases, siendo solicitados con la denominación de “Acetileno para Absorción Atómica” con una pureza mínima de 99.6%, capacidad de 9 kg. Debido a que es suministrado disuelto en acetona, se debe reemplazar cuando la presión del cilindro este entre 60 - 85 psi. Es recomendable que los cilindros de acetileno estén siempre almacenados y operados en posición vertical, para evitar que la acetona líquida llegue a las válvulas del cilindro.

Recipiente de Drenaje<sup>16</sup>:

Se utilizó uno de plástico resistente al ataque químico, con un diámetro no mayor a 45 cm y boca no menor de 10 cm. Fue colocado en el piso frente al equipo y ha sido revisado regularmente para su limpieza o reemplazo según sea el caso y la necesidad.

Electricidad:

Ha sido marcada dentro de las especificaciones del fabricante, sin embargo se utilizaron estabilizadores de energía ya que por las condiciones de terreno accidentado y suministro propio de la compañía, se sufre de constantes variaciones de energía sobre todo en la época de verano ocasionada por las lluvias.

Condiciones Ambientales<sup>9</sup>

Para el buen funcionamiento del espectrofotómetro de absorción atómica se requirió de las siguientes condiciones:

- Temperatura ambiente de 10 – 35 °C con una rango de cambio máximo de 3°C por hora.
- Humedad relativa de 20 – 80% sin condensación.

#### Equipos

Se presentaron en el segundo capítulo de la investigación.

#### Mantenimiento y Calificación

Se cuenta con una planificación de mantenimiento de equipos, de acuerdo con el programa anual de mantenimiento (ver ANEXO 5).

### **4.2.3 Planeación Operativa**

El funcionamiento del área se encuentra en estrecha relación con los recursos físicos, logísticos y humanos que son necesarias para la buena organización, realización y control de actividades.

Las principales funciones que se detectaron para operar el área son las siguientes:

- Operar el espectrofotómetro de absorción atómica con sus tres componentes de análisis: Flama, Horno de Grafito y Sistema de Análisis de Inyección de Flujo.
- Realizar análisis bajo la premisa de calidad total.
- Reportar a la jefatura los resultados obtenidos para su respectiva verificación, aprobación y emisión.
- Ejecutar los procesos asignados al área conforme a los programas de producción con los calendarios establecidos.



- Revisar periódicamente los resultados de los procesos e incorporar acciones correctivas según sea el caso.
- Llevar registro de fallas, problemas, soluciones, acciones desarrolladas y trabajos realizados.
- Prever el buen uso, mantenimiento preventivo y calificación de los equipos para evitar futuras fallas.
- Aplicar las normas de seguridad y control establecidas.
- Mantener informado de cualquier acontecimiento al Jefe del Laboratorio Químico.
- Cumplir con las normas, reglamentos y procedimientos establecidos por la Jefatura para el desarrollo de las funciones asignadas.

#### **4.2.4 Planeación de Personal**

El Laboratorio Químico que se encuentra organizado tal como se muestra en la Figura 2.1: Organigrama del Laboratorio Químico, con el siguiente sistema de trabajo:

- 2 turnos de trabajo, para tres guardias de procesamiento, cada uno de 9 horas:
  - 1<sup>er</sup> turno: 7 am – 12 pm y 3 pm – 7pm
  - 2<sup>do</sup> turno: 7pm – 4 am
- Los turnos son rotativos, cuando se ingresa después de días libres, se cubre medio turno y se cambia al segundo turno del mismo día, lo mismo ocurre con el resto de las semanas que quedan.
- El sistema de trabajo atípico hace que sea de 28 x 14 (28 días de trabajo por 14 días de descanso).

- Las personas que usan el espectrofotómetro de absorción atómica tienen que contar con experiencia en su operación.
- Según los procedimientos de trabajo, está establecido que cada trabajador del área deberá recibir anualmente una cantidad de horas determinadas en capacitación con relación al trabajo operativo, administrativo, seguridad, calidad, etc.

### 4.3 Medición del Trabajo

Si bien es cierto el personal que opera el espectrofotómetro de absorción atómica, no tiene dedicación exclusiva para esta técnica de análisis, se listó y cronometró cada uno de los pasos del proceso para realizar el análisis de metales por espectrofotometría de absorción atómica, cuyos resultados se muestran a continuación en la Tabla 4.1.

Proceso		Tiempo (min.)
1	Encendido de compresora, gases, equipo, PC y lámpara	10
2	Calentamiento de equipo y quemador	15
3	Calibración de equipo con soluciones estándar (3)	10
4	Lectura de soluciones (25)	20
5	Limpieza de sistema atomizador	10
6	Apagado de equipo	5
7	Reporte de resultados	5
<b>TOTAL</b>		<b>75</b>

**Tabla 4.1: Tabla de Tiempos de Trabajo del proceso para 25 determinaciones.**  
Fuente: Elaboración propia con datos del EAA

De la tabla anterior se precisó que para 25 determinaciones con dos elementos (oro y plata) se utilizaron 75 minutos, esto para muestras

provenientes de procesamiento de la primera y segunda guardia, para la tercera guardia con 40 determinaciones, el tiempo se incrementa en 12 minutos adicionales, haciendo un total de 87 minutos.

De este tiempo de análisis, 35 minutos son fijos y 40 minutos son variables, dependen del número de muestras y elementos a analizar.

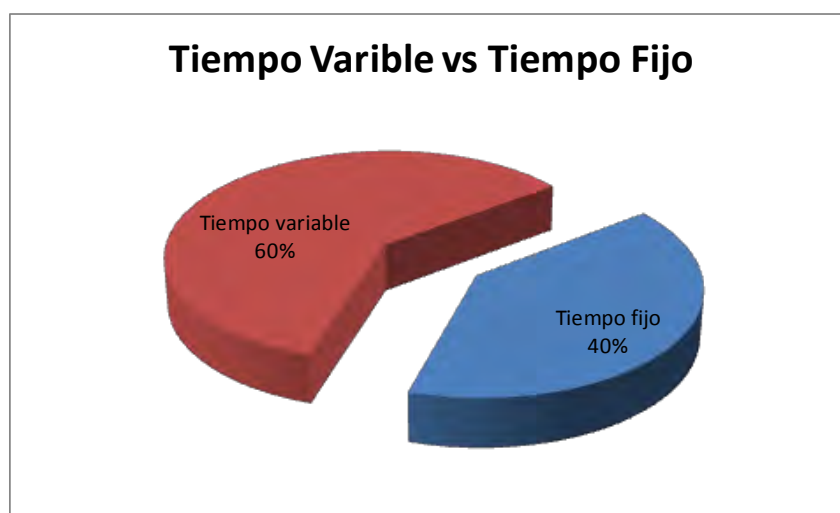


Figura 4.3: Tiempo variable vs tiempo fijo en la lectura de muestras por absorción atómica

Fuente: Elaboración propia

Cabe mencionar que durante todo el mes, se analizan muestras de metalurgia, exploración y refinería. Estas muestras se analizan los fines de semana, en el caso de metalurgia su número se incrementa la primera y cuarta semana del mes.

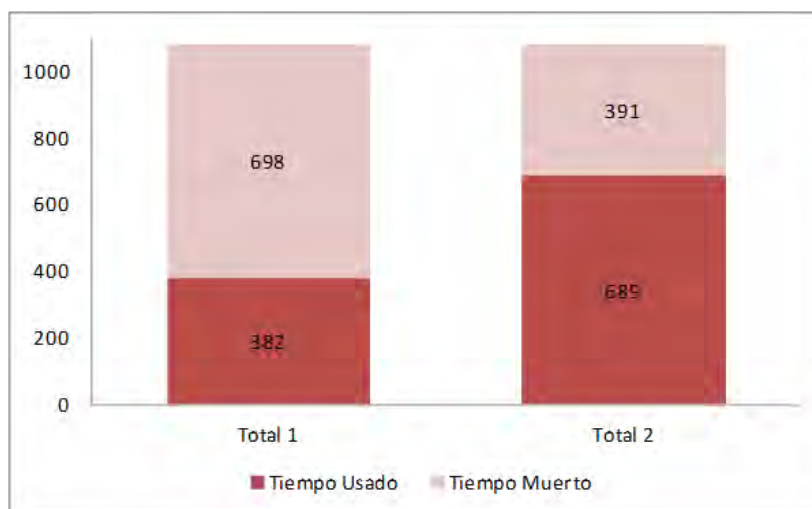
En la Tabla 4.2 se aprecia que si diario se trabaja 1080 minutos, de lunes a viernes se cuenta con 698 minutos de tiempo muerto (64%), mientras que los fines de semana vemos que este tiempo es de 391 minutos (36%).

Día	Tiempo Usado/día (min)	Tiempo Muerto/día (min)
L – V (Total 1)	382	698
S – D (Total 2)	689	391

**Tabla 4.2: Comparativo de tiempos.**

**Fuente: Elaboración propia**

En la Figura 4.4 se puede observar que en fines de semana la carga de trabajo es mayor que de lunes a viernes y aunque se reduce en un 50% el tiempo muerto, este sigue existiendo. Si contabilizamos los tiempos muertos por semana, se tiene que en promedio se cuenta aproximadamente con 71 horas muertas o no utilizables.



**Figura 4.4: Gráfica comparativa de minutos trabajados de L-V vs S-D**

**Fuente: Elaboración propia**

La Tabla 4.3 muestra el número de determinaciones que se realiza actualmente por espectrometría de absorción atómica.

	Diario	Semanal	Mensual
Procesamiento	96	675	2700
Metalurgia	11	75	300
Fundición	11	75	300
Prospección	29	200	800
Otros	7	25	100
TOTAL	154	1050	4200

**Tabla 4.3: Número de determinaciones por absorción atómica**

**Fuente: Elaboración propia**

Con lo cual se puede obtener, que por cada hora, el EAA tiene una productividad de 8.5 muestras por hora.

La confiabilidad de los resultados se garantiza solamente con un proceso de validación, proceso que ningún método de análisis mediante esta técnica cuenta en la actualidad. Debido a esto las muestras de prospección se envían a laboratorios de servicios externos internacionales por el tema de los certificados de análisis que son necesarios para demostrar o validar las muestras de los proyectos, conllevando a incrementar el gasto por dichas muestras.

En la Tabla 4.4 se aprecia una comparación de análisis para algunas muestras con dos laboratorios de servicios externos como son SGS y ALS.

**COMPARATIVO ENTRE LABORATORIOS**

Elemento		Cu			Pb			Zn		
Unidad		ppm			ppm			ppm		
Laboratorio		SGS	ALS	Laboratorio	SGS	ALS	Laboratorio	SGS	ALS	Laboratorio
Limite Detec.		0.5	0.2	0.04	0.2	0.2	0.14	1	2	0.026
Limite Superior		10000	10000		10000	10000		10000	10000	
Muestra 1	07-jul	19.5	18	19.8	42.4	43.8	54.0	41	39	35.0
Muestra 2	03-ago	4.4	4.4	5.5	157.2	175	181.8	157	165	140.0
Muestra 3	03-ago	182.6	189	184.2	>10000	>10000	64340.0	>10000	>10000	210200.0
Muestra 4	07-jul	368.5	366	382.8	24.5	14.2	47.2	35	14	91.2

**Tabla 4.4: Comparación de resultados**

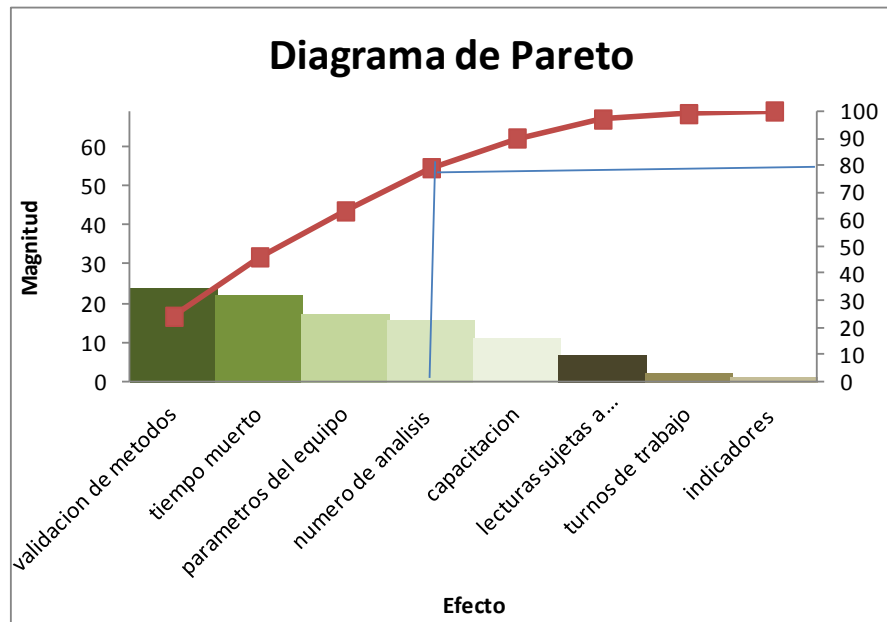
**Fuente: Elaboración Propia**

El área de Sistema Integrado de Gestión, que comprende Calidad, Seguridad y Medio Ambiente, tiene establecido los siguientes índices de gestión para el Laboratorio Químico:

- Número de accidentes (Anexo 6).
- Margen de error en análisis de muestras cabeza-relave (Anexo 7).
- IDS (Anexo 8).
- Cumplimiento de análisis
- Medio ambiente.

**A partir del análisis se concluye lo siguiente:**

Para detectar cual es el tipo de defecto que tiene mayor relevancia en el proceso, se utilizó el Diagrama de Pareto que se aprecia en la Figura 4.5, en donde utilizados el método Saaty para realizar las ponderaciones correspondientes:



**Figura 4.5: Diagrama de Pareto**

Fuente: Elaboración propia

Se puede precisar que el 20% de los efectos (cuatro), generan el 80% de los problemas y que solucionándolos se corregirán la mayoría de los problemas; es por eso que analizamos cada una de estas causas haciendo uso del Diagrama de Causa – Efecto (Ishikawa) que se aprecian en las Figuras 4.6, 4.7, 4.8 y 4.9.

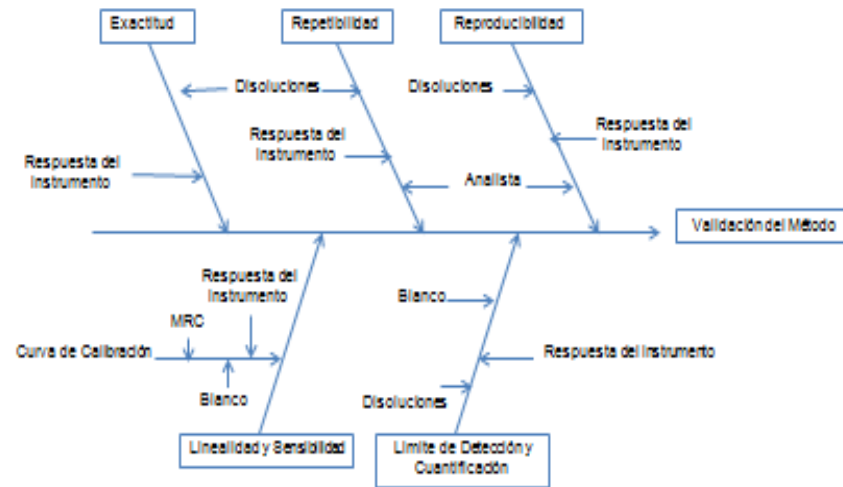


Figura 4.6: Diagrama de Ishikawa de Validación de Métodos  
Fuente: Elaboración propia

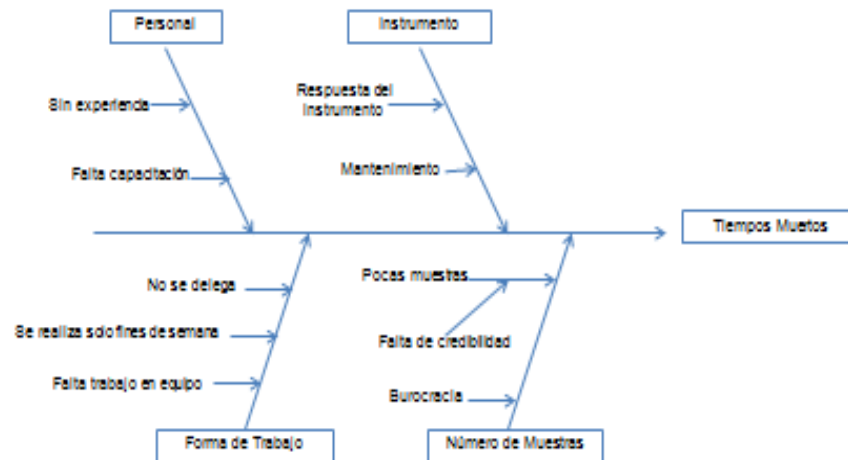


Figura 4.7: Diagrama de Ishikawa de Tiempos Muertos  
Fuente: Elaboración propia



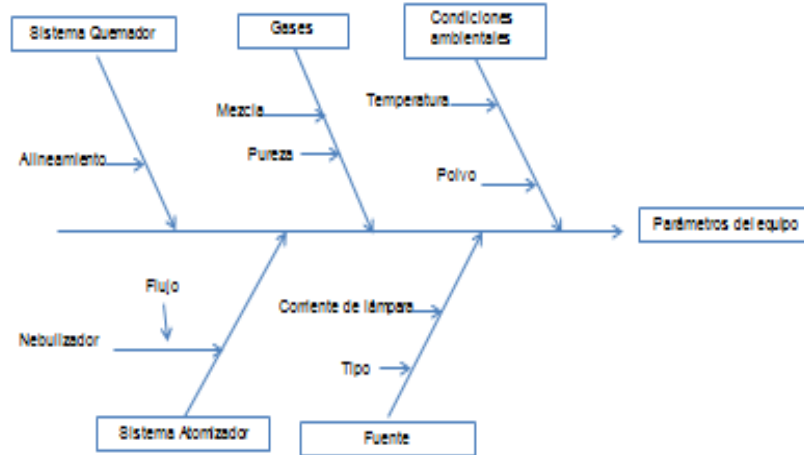


Figura 4.8: Diagrama de Ishikawa de Parámetros del Equipo  
Fuente: Elaboración propia

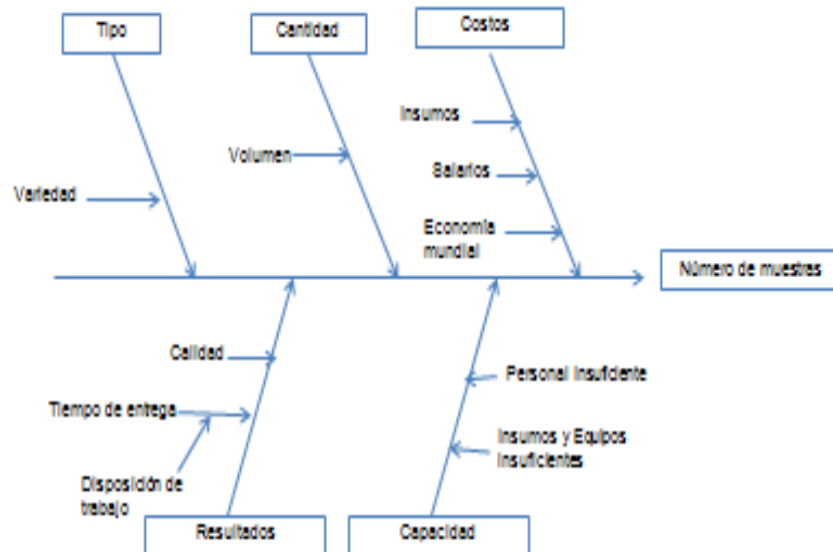


Figura 4.9: Diagrama de Ishikawa de Número de Muestras  
Fuente: Elaboración propia

Con base en lo anterior, se determinaron las causas que afectan nuestro proceso y con las cuales se trabajara en la propuesta:

- Validación de métodos
- Tiempo muertos
- Parámetros del instrumento
- Número de muestras

## Capítulo 5

---

PROPUESTA DE OPTIMIZACIÓN DEL SISTEMA DE ANÁLISIS DE  
MUESTRAS POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN  
ATÓMICA

Tomando como base lo obtenido en el capítulo anterior, se procede a proponer las posibles soluciones a las causas obtenidas.

### **5.1 Validación de Métodos**

Debido a que se realizan análisis de diversos metales y se requiere hacer la validación con cada uno de ellos, en este caso como ejemplo solo trabajamos con el elemento COBRE.

Este procedimiento asegura la confiabilidad de los resultados obtenidos mediante el método de análisis implementado. Para este fin se ha establecido la linealidad, precisión, exactitud, límites de detección y límites de cuantificación como los parámetros de validación a considerar.

- **Linealidad y Sensibilidad**

Para evaluar el rango de trabajo, se utilizó los estándares de 0.25, 0.50, 1.00, 2.00 y 3.00 ppm, esto basado en la linealidad del cobre con un nebulizador de alta sensibilidad y quemador de 10cm. A partir de los datos obtenidos se estableció el tipo de curva más conveniente para nuestro análisis.

- **Precisión: Repetibilidad**

Se trabajó con dos disoluciones de concentración conocida, 0.050 y 0.100 mg/L, preparadas a partir del estándar de 1000 mg/L para ser analizadas por el mismo analista, instrumento y en el mismo día.

- Precisión: Reproducibilidad

Trabajada con dos disoluciones de concentración conocida, 0.050 y 0.100mg/L, preparadas a partir del estándar de 1000 mg/L para ser analizadas por 3 analistas diferentes, mismo equipo y diferentes días.

- Exactitud: Veracidad (Error Absoluto)

Se trabajó con dos disoluciones de concentración conocida, 0.050 y 0.100 mg/L, preparadas a partir del estándar de 1000 mg/L, midiéndose 3 veces cada una, calculando promedio y desviación estándar, posteriormente determinar el sesgo.

- Límite de Detección (LD) y Limite de Cuantificación (LC)

Para la determinación del LD<sup>20</sup> se utilizó el valor referencial del instrumento que se indica en la Tabla 1 para cobre (0.004 ppm), multiplicado por 5 para el estándar bajo (0.020 ppm) y se prepararon 10 soluciones de la misma concentración, se repite el mismo proceso, en esta ocasión multiplicado por 10 el valor referencial para el estándar alto (0.040 ppm), además se preparó 21 blancos.

Se estableció la línea base del instrumento con agua de ionizada y se procede a realizar las lecturas de la absorbancia de las soluciones de la siguiente manera: primer blanco (bk), estándar de baja concentración, segundo blanco, estándar de concentración alta, tercer blanco y así

---

<sup>20</sup> QUINO, Israel; Ramos, Oswaldo y Guisbert, Elvira (2007). Determinación del Límite de Detección Instrumental (LDI) y Límite de Cuantificación Instrumental (LCI) en elementos traza de aguas subterráneas. Revista Boliviana de Química, Vol 24, N°1, 2007. Bolivia. Pág. 53-57.

sucesivamente hasta completar las 10 lecturas de ambos estándares, finalizando con la lectura del blanco 21.

Una vez realizada las lecturas, se obtiene el promedio de los blancos que se encuentran entre la lectura del estándar bajo o alto, a este promedio se le resta el valor de cada lectura hecha para el estándar alto o bajo (ver Anexo 8).

Con los valores de cada diferencia se obtiene un promedio ( $X$ ) y la desviación estándar ( $DS$ ) y se reemplaza en:

$$LDI^{21} = \frac{(STD)(3)(DS)}{X}$$

El límite de cuantificación, se obtiene de la siguiente manera:

$$LCI^{22} = 3.3LDI$$

## 5.2 Tiempos Muertos

Se propuso distribuir el trabajo en partes iguales para no recargar la mayor cantidad de análisis solo fines de semana, delegando el trabajo con base en la capacitación y conocimiento del personal.

---

<sup>21</sup> Límite de detección instrumental, se define como la concentración del elemento que producirá un cociente de la señal/ruido de 3. Así, considera la amplitud de la señal y el ruido de la línea de fondo, además la concentración más baja que se puede distinguir claramente a partir del cero.

<sup>22</sup> Límite de Cuantificación Instrumental, se puede definir como la cantidad más pequeña de un analito que se pueda cuantificar confiablemente por el instrumento. Generalmente se acuerda la cuantificación como la señal para una concentración igual a 10 veces la desviación estándar del blanco. Esto se llama el límite de la cuantificación o límite de la determinación.

Además, trabajando 18 horas continuas, se incrementaría el número de determinaciones, satisfaciendo así a los usuarios incrementándose la productividad de 8.5 muestras/hr a 100 muestras/hr.

### 5.3 Parámetros del Instrumento

Se propuso los siguientes parámetros en el caso del cobre (Tabla 5.1):

Corriente de la Lámpara (i)	15
Energía de la lámpara	69
Slit	0.7H
Modo de medición	AA-BG
Medición	Time Average
Tiempo de lectura (seg)	2.0
Repeticiones	3
Combinación de gases:	
Acetileno (L/min)	1.8
Aire (L/min)	16.5

**Tabla 5.1: Parámetros del Instrumento para el Cobre**

**Fuente: Elaboración propia**

### 5.4 Número de Muestras

Dependiendo de las necesidades de la compañía se realizó la siguiente planeación:

AREA		NECESIDAD ANUAL (análisis)
Planta	Marañón	90780
	Metalurgia	2160
	Fundición	2100
	Terceros	1080
Mina		8280
Geología		32000
Medio Ambiente	Aguas	6300
	Aire	480
	Suelos	480
<b>TOTAL</b>		<b>143660</b>

Tabla 5.2: Necesidad de análisis por áreas para el año 2013

Fuente: Plan anual

De la tabla anterior, el Laboratorio realizó su planificación para el año, con lo cual establecieron las necesidades correspondientes propias del área como personal, insumos, equipos y otros:

AREA		ENE	FEB	MAR	ABR	MAY	JUN	JUL	AGO	SEP	OCT	NOV	DIC	NECESIDAD ANUAL (análisis)
Planta	Marañón	7860	6640	7860	7280	7860	7280	7860	7860	7280	7860	7280	7860	90780
	Metalurgia	180	180	180	180	180	180	180	180	180	180	180	180	2160
	Fundición	175	175	175	175	175	175	175	175	175	175	175	175	2100
	Terceros	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90	1080
Mina		690	690	690	690	690	690	690	690	690	690	690	690	8280
Geología		8000	0	0	8000	0	0	8000	0	0	8000	0	0	32000
Medio Ambiente	Aguas	525	525	525	525	525	525	525	525	525	525	525	525	6300
	Aire	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	480
	Suelos	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	480
<b>TOTAL</b>		<b>17600</b>	<b>8380</b>	<b>9600</b>	<b>17020</b>	<b>9600</b>	<b>9020</b>	<b>17600</b>	<b>9020</b>	<b>9020</b>	<b>17600</b>	<b>9020</b>	<b>90020</b>	<b>143660</b>

Tabla 5.3: Planificación anual de análisis de muestras

Fuente: Elaboración propia



Una vez establecidas las necesidades de la compañía, presentadas en la Tabla 5.2, se planificó el número de análisis que se requieren mensualmente, como se muestra en la Tabla 5.3, con estos datos se ha podido programar inclusive semanalmente el trabajo:

AREA		1	2	3	4	TOTAL
Planta	Marañón	1965	1965	1965	1965	<b>7860</b>
	Metalurgia	45	45	45	45	<b>180</b>
	Fundición	43	43	43	46	<b>175</b>
	Terceros	22	22	22	24	<b>90</b>
Mina		172	172	172	174	<b>690</b>
Geología		2000	2000	2000	2000	<b>8000</b>
Medio Ambiente	Aguas	131	131	131	132	<b>525</b>
	Aire	10	10	10	10	<b>40</b>
	Suelos	10	10	10	10	<b>40</b>
<b>TOTAL</b>		<b>4398</b>	<b>4398</b>	<b>4398</b>	<b>4408</b>	<b>17600</b>

**Tabla 5.4: Programación de trabajo para el mes de enero 2013.**

Fuente: Plan anual

Con estos resultados se harán los pedidos correspondientes de insumos y se planificará las horas de trabajo, evaluando la necesidad de contratar nuevo personal o adquisición de equipamiento nuevo.

El control de la producción estará basado en dar seguimiento a los indicadores establecidos para el proceso en sí de los cuales podemos mencionar:

- IDS del análisis de muestras, que estará relacionado entre lo real vs lo planificado.
- IDS del cumplimiento del mantenimiento de los equipos.
- IDS de re- análisis.

- IDS de tiempo de calentamiento de equipo.
- IDS de la capacitación del personal.
- IDS de los tiempos de demora en los análisis.
- IDS de reclamos de nuestros clientes.
- IDS de verificación del análisis de Oro vs resultado de lo obtenido por el método de ensayos al fuego.

Estos son algunos de los indicadores que se emplearán para el control de los procesos, inclusive de la propuesta.

## Capítulo 6

---

*EVALUACION*

Después de haber realizado la propuesta en el capítulo anterior se evalúa para verificar su efectividad.

## 6.1 Validación del Método

- Linealidad y Sensibilidad

Para la determinación de este criterio se toma en cuenta las condiciones estándar para absorción atómica (Tabla 5.), donde 5 mg/L deben producir 0.200 unidades de absorbancia<sup>23</sup> con nebulizador estándar (acero); sin embargo en nuestro caso se hizo uso de un nebulizador de alta sensibilidad (Pt/Ir) y perla de impacto de cerámica mejorando la sensibilidad en 5 veces, pero disminuyendo el rango de trabajo.

Para cumplir con la ley de Lamber-Beer, se estableció como límite superior 3 mg/L, asegurando así que todos los estándares cayeran dentro del rango lineal.

Los resultados de la curva de calibración en el modo lineal del espectrofotómetro de absorción atómica se aprecian en la Tabla 6.1 y la curva en la Figura 6.1

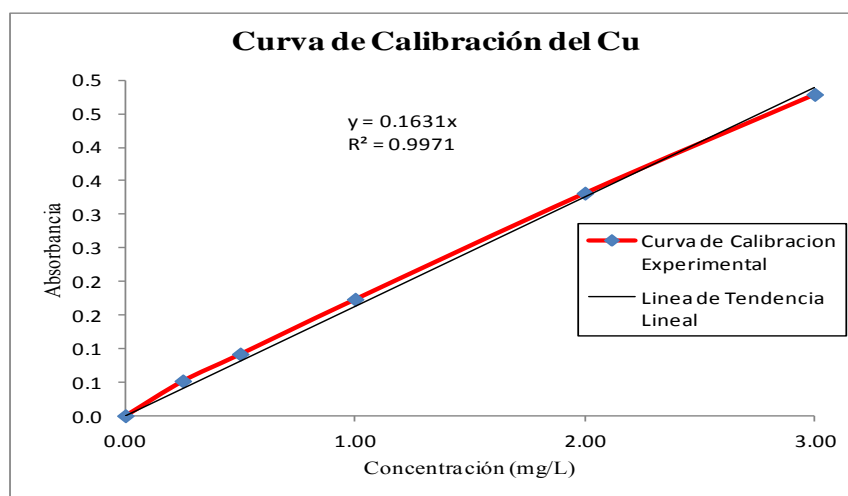
---

<sup>23</sup> Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry, Perkin Elmer, Inc, 2000, Singapore. Pág. 49-54, 69, 96, 126

**Lineal**

	Señal Media (Abs)	Conc. Ingresada mg/L	Conc. Calculada mg/L	DS	%RSD
Blanco	0.0000	0.000	0	0	71.7
Estándar 1	0.0519	0.250	0.318	0	2.4
Estándar 2	0.0920	0.500	0.564	0	0.8
Estándar 3	0.1737	1.000	1.064	0	0.6
Estándar 4	0.3319	2.000	2.033	0	0.4
Estándar 5	0.4791	3.000	2.934	0	0.5
<b>Coefficiente Correlación</b>	<b>0.997100</b>				
<b>Pendiente</b>	<b>0.16310</b>				

**Tabla 6.1: Curva de Calibración Lineal del Cobre**  
Fuente: EAA AAnalyst 700 y software AAwinlab



**Figura 6.1: Curva Lineal de Calibración del Cobre**  
Fuente: EAA AAnalyst 700 y software AAwinlab

De los resultados obtenidos, se observa que el coeficiente de correlación experimental es de 0.99710, no cumpliendo con el criterio

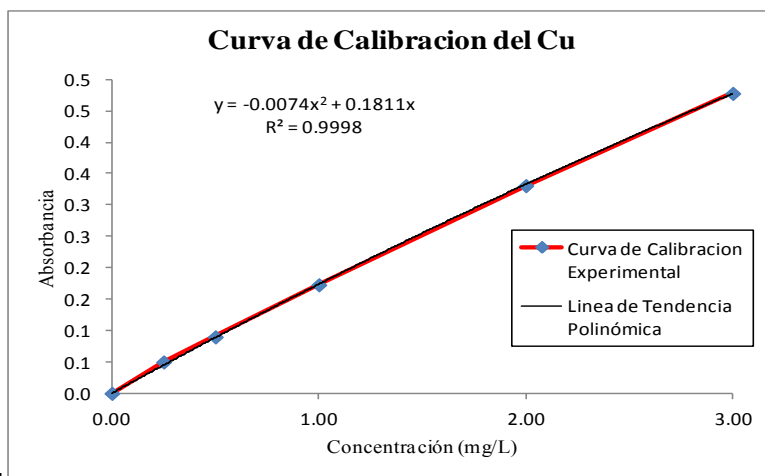
de tolerancia de  $> 0.998$ ; sin embargo el %RSD en cada estandar cae dentro de la respuesta de  $<5\%$ .

Por lo tanto la curva de calibración en el rango lineal no cumple con el criterio de linealidad. En cuanto a la sensibilidad, esta limitada por pendiente de la curva de calibración, es de 0.1631.

A partir de ello se evaluo el modo de curva no lineal, cuyos resultados se ven en la Tabla 6.2 y la curva en la Figura 6.2.

<b>No Lineal</b>				
	Señal Media (Abs)	Conc. Ingresada mg/L	DS	%RSD
Blanco	0.0000	0.000	0.0005	206.5
Estándar 1	0.0500	0.250	0.0007	1.35
Estándar 2	0.0900	0.500	0.0009	1.01
Estándar 3	0.1730	1.000	0.0013	0.76
Estándar 4	0.3310	2.000	0.0013	0.39
Estándar 5	0.4780	3.000	0.0028	0.59
<b>Coefficiente Correlación</b>	<b>0.999800</b>			
<b>Pendiente</b>	<b>0.18110</b>			

**Tabla 6.2: Curva de Calibración No Lineal del Cobre**  
Fuente: EAA AAnalyst 700 y software AAwinlab



**Figura 6.2: Curva No Lineal de Calibración del Cobre**  
 Fuente: EAA AAnalyst 700 y software AAwinlab

Los resultados muestran que el coeficiente de correlación de la curva es de 0.9998 y el %RSD son inferiores a 5%, con lo cual se establece que la curva de calibración en el modo no lineal cumple con el criterio de linealidad y al presentar mayor pendiente (0.1811) en la curva de calibración comparada con la curva de calibración lineal indica que es más sensible.

- Precisión: Repetibilidad

La repetibilidad se evalúa utilizando la ecuación de Horwitz<sup>24</sup>:

$$\%RSD = 0.5 \times 2^{1-0.5\log C}$$

Con ésta obtenemos los valores teóricos de %RSD para las diluciones de concentración conocida que se preparó para este trabajo (con

<sup>24</sup> RIVERA Orozco y Rodríguez Báez, María del Rosario (2010). Uso de la Ecuación de Horwitz en Laboratorios de Ensayos NMX-EC-17025-IMNC-2006: Simposio de Metrología 2010. CENAM. México. Pág. 1-8.

concentración de 0.100 ppm y 0.050 ppm) que se aprecian en la Tabla 6.3:

<b>Conc. mg/L</b>	<b>% RSD Teórico</b>
0.100	11.3137
0.050	12.5533

Tabla 6.3: Valores Teóricos de %RSD

La Tabla 6.4 muestra los resultados experimentales de las muestras de estudio; al ser comparados con los valores teóricos, se pudo determinar que el criterio de repetibilidad se cumple.

<b>Muestra</b>	<b>0.100 ppm</b>	
	<b>Conc. Muestra mg/L</b>	<b>Blanco Correc. señal</b>
Media	0.110	0.022
DS	0.004	0.0005
%RSD	3.51	2.27

<b>Muestra</b>	<b>0.050 ppm</b>	
	<b>Conc. Muestra mg/L</b>	<b>Blanco Correc. señal</b>
Media	0.090	0.015
DS	0.004	0.006
%RSD	4.44	3.58

Tabla 6.4: Valores experimentales para evaluación de repetibilidad

Fuente: Elaboración propia

- Precisión: Reproducibilidad

La reproducibilidad se evalúa usando la ecuación de Horwitz<sup>21</sup>:



$$\%RSD = 2^{1-0.5\log C}$$

De donde se obtienen los valores teóricos de %RSD para las muestras de estudio con concentración de 0.100 mg/L ppm y 0.050 mg/L (preparadas del estándar de Cobre de 10000 mg/L) en la Tabla 6.5:

Conc. mg/L	%RSD Teórico
0.100	22.6274
0.050	25.1066

**Tabla 6.5: Valores Teóricos de %RSD**

Fuente: Elaboración propia

Los resultados de la Tabla 6.6 presentan los resultados experimentales de las muestras de estudio; al ser comparados con los valores teóricos, se concluye que el criterio de reproducibilidad se cumple.

Muestra	0.100 ppm	
	Conc. Muestra mg/L	Blanco Correc. señal
Media	0.103	0.023
DS	0.002	0.001
%RSD	1.59	2.94

Muestra	0.050 ppm	
	Conc. Muestra mg/L	Blanco Correc. señal
Media	0.083	0.015
DS	0.006	0.0005
%RSD	7.23	3.33

**Tabla 6.6: Valores experimentales para evaluación de reproducibilidad**

Fuente: Elaboración propia

- Exactitud: Veracidad (Error Absoluto)

Conocida también como sesgo, se determinó haciendo mediciones en un analito de concentración conocida cuyos resultados se ven en la Tabla 6.6.

Para evaluar el sesgo<sup>25</sup>, se realizó la prueba t, en la cual  $t_{obs} < t_{crit}$ :

$$t_{calc} = \frac{[X_a - X]}{DS \times \sqrt{n}}$$

Donde:

$t_{calc}$  = t observado o calculado

$X_a$  = Valor esperado o valor certificado en concentración

$X$  = Promedio de valores leídos u observados en concentración

$DS$  = Desviación estándar

$n$  = Numero de lecturas o valores observados.

Se estableció si existía una diferencia significativa entre el valor obtenido experimentalmente y el valor referencial. Entonces, se determinó el t teórico o crítico para n-1 (3-1=2), un valor  $\alpha = 0,05$  y 2 colas, dando un valor de 4.303 (Anexo 9), cumpliéndose así que el  $t_{calc} < t_{crit}$  en ambos casos, ya que  $0,3867 < 4.303$  y  $3.179 < 4.03$ . Es decir; no hay diferencias significativas, por tanto la veracidad es aceptable (Tabla 6.7)

---

<sup>25</sup> SANDOVAL, Soraya (2010). Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: "Aspectos generales sobre la validación de métodos". Sección Metrología Ambiental y de Alimentos, Departamento de Salud Ambiental. Chile. Pág. 1-67.

	0.100 mg/L	0.050 mg/L
Media	0.103	0.083
DS	0.002	0.006
sesgo	0.003	0.033
n	3	3
t <sub>calc</sub>	0.8671	3.1792
t <sub>crit</sub>	4.303	4.303

**Tabla 6.7: Valores obtenidos para la evaluación del sesgo**  
Fuente: Elaboración propia

- Límite de Detección y Limite de Cuantificación

Después de hacer la corrida total de muestras y blancos, se aprecia en el Anexo 8 que los valores de los blancos contribuyen aleatoriamente a la señal instrumental. Estas fluctuaciones en ocasiones interfieren con el proceso de medición, razón por la cual no es posible asegurar que los resultados obtenidos alrededor del valor promedio de medidas del blanco, sean efectivamente del analito en la muestra.

Por esta razón, para minimizar el error que circunda al LDI se utiliza el LC, asegurándose así que la detección del analito se reporta con un nivel aceptable de precisión, repetibilidad y veracidad.

Con base en estos resultados se estableció el límite inferior del rango de trabajo igual al límite de cuantificación, 0.045 mg/L (Tabla 6.8). Puesto que, a partir de este valor se trabaja en una zona más segura de cuantificación.

LDT	0.004 mg/L	Límite de Detección Teórico
LDI	0.014 mg/L	Límite de Detección Instrumental
LC	0.045 mg/L	Límite de Cuantificación

**Tabla 6.8: Valores obtenidos para el Límite de Detección y del Límite de Cuantificación**  
Fuente: Elaboración propia

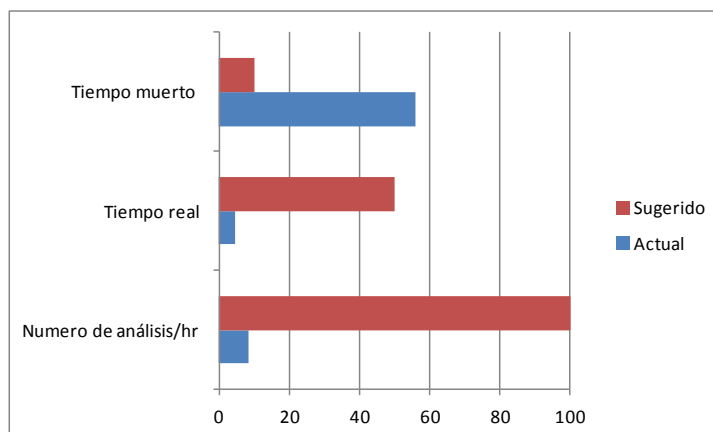
## 6.2 Tiempos Muertos

Como se presentó en la propuesta, actualmente se tiene una productividad de 8.5 análisis/hr, mientras que se propone que esta llegue a 100 análisis/hr tal como se muestra en la Tabla 6.9.

	Numero de análisis/hr	Tiempo real	Tiempo muerto
Actual	8.5	4.3	55.7
Sugerido	100	50	10

**Tabla 6.9: Comparación de la productividad actual vs la propuesta**  
Fuente: Elaboración propia

Esto se puede visualizar mejor en la Figura 6.3, donde se propuso reducir el tiempo muerto de 55 minutos/hr a solo 10 minutos/hr.



**Figura 6.3: Gráfica de Comparación**  
Fuente: Elaboración propia

### 6.3 Parámetros del Instrumento

Como se mencionó previamente los parámetros que se debieron controlar son fuente, mezcla de gases, alineamiento del quemador y flujo del nebulizador.

Fuente:

Cuando la corriente de la fuente no es la adecuada, podemos apreciar en la figura, las absorbancias obtenidas son relativamente bajas, por eso la corriente que es nuestro ejemplo usamos de 10 para el Cu es la más adecuada.

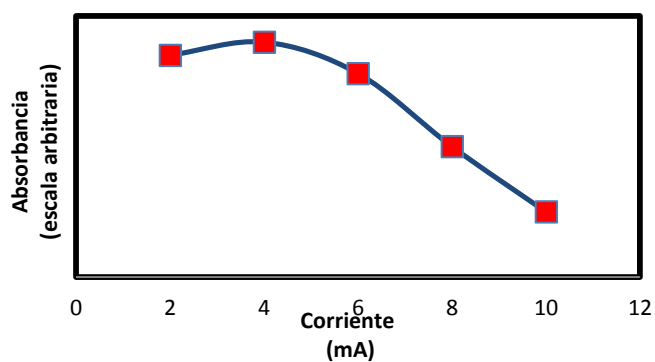


Figura 6.4: Absorbancia Vs Corriente en la Fuente

Fuente: Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry, Perkin Elmer

Mezcla de Gases:

La Figura 6.5 muestra como cuando el flujo del acetileno es bajo, influye directamente en la absorbancia obtenida en la lectura de una solución, en nuestro caso se realizaron pruebas y se determinó el flujo exacto donde se obtiene la mayor absorbancia posible y una llama estable.

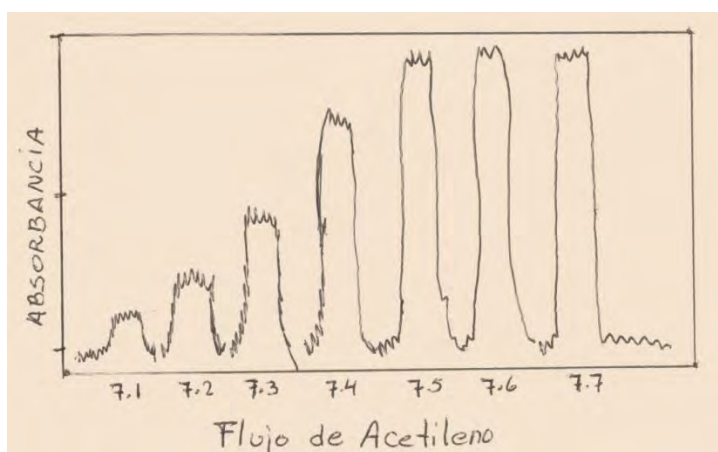


Figura 6.5: Influencia del Acetileno en la absorbancia

Fuente: Elaboración propia

Alineamiento del Quemador:

En la Figura 6.6 se aprecia como la altura del quemador también influye en la absorbancia, por lo que es de suma importancia antes de realizar los correspondientes a análisis del elemento de interés realizar este proceso siguiendo las indicaciones del proveedor del equipo.

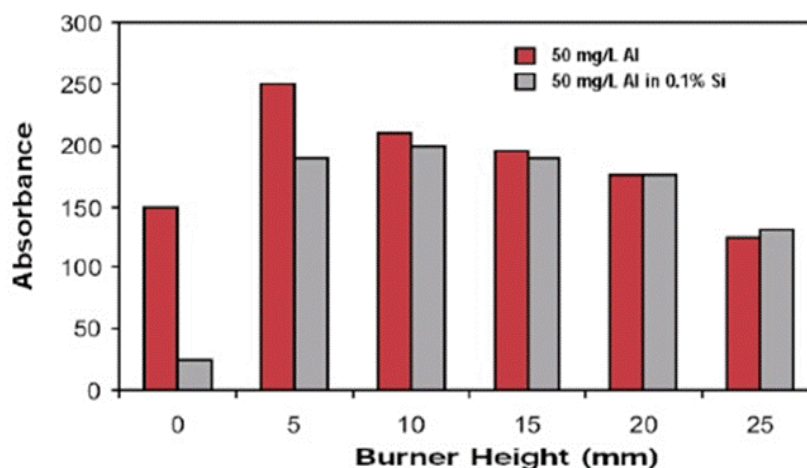


Figura 6.6: Influencia de la altura del quemador en la absorbancia

Fuente: Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry, Perkin Elmer

Flujo del Nebulizador:

Este parámetro también influye en la obtención de la absorbancia, como se aprecia en la Tabla 6.10, en el caso del Cu, el flujo correcto es de 1.25 donde se obtiene la mejor absorbancia.

Nebulizador	P	Na	Fe	Mn	Cu	Zn	Al
0.75	1.186	0.827	0.838	1.041	1.098	0.832	1.040
1.00	0.913	1.060	0.991	1.054	1.089	1.118	0.975
1.25	0.986	1.138	1.282	1.355	1.228	1.411	1.264
1.50	0.846	1.349	1.381	1.527	1.113	1.490	1.294

**Tabla 6.10: Influencia del Flujo del Nebulizador en la absorbancia**

Fuente: Prepare su Laboratorio para Absorción Atómica Perkin-Elmer, Beco Internacional

#### 6.4 Número de Muestras

Tomando en cuenta la Tabla 5.3, número de muestras anuales a un costo de producción interno de US\$ 5.40, se calcula un costo anual de US\$ 775,764 vs US\$ 1'867,580 obtenidos si se mandaran a realizar estos análisis a laboratorios de servicios externos con un costo promedio de US\$13.00, lo cual significaría un ahorro anual de US 1'091,816 (Tabla 6.11).

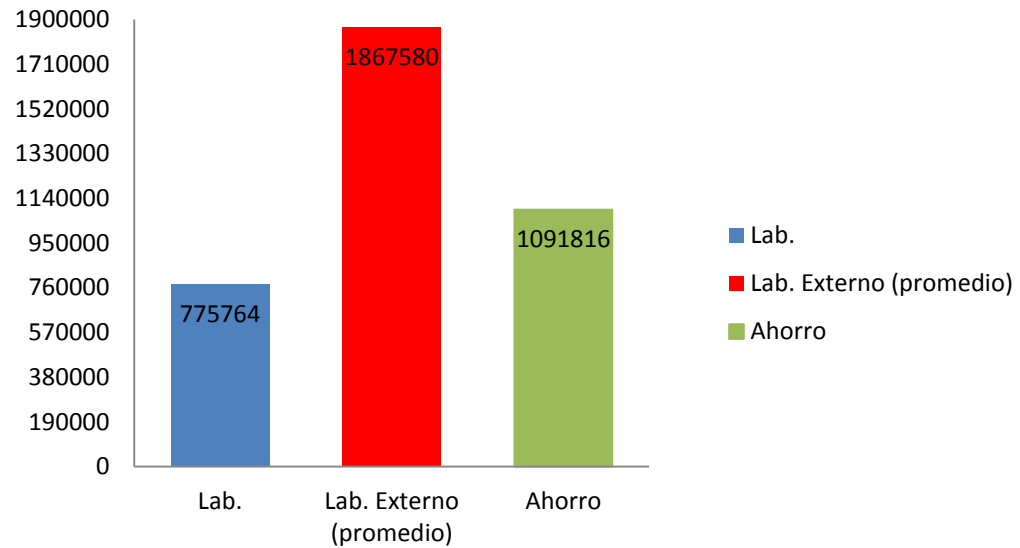
	Lab. (US\$)	Lab. Externo (promedio) (US\$)	Ahorro (US\$)
Anual	775764	1867580	1091816

**Tabla 6.11: Ahorro en US\$ por realizar los análisis en el Laboratorio de la Compañía**

Fuente: Elaboración propia



Para visualizar mejor estas cifras, en la Figura 6.7, se evidencia como el ahorro anual supera los gastos anuales del laboratorio.



**Figura 6.7: Grafica comparativa de costos**  
**Fuente: Elaboración propia**

---

*CONCLUSIONES*

Algunos de los espectrofotómetros de absorción atómica en la actualidad, realizan el alineamiento del sistema quemador automáticamente, sin embargo se debe realizar cada vez que se va a trabajar con un método diferente, como es el caso del sector minero donde se analiza en promedio 5-6 elementos diarios indistintamente. Muchas compañías medianas y pequeñas del sector cuentan con equipos antiguos que deben hacer este proceso manual. El resto de parámetros de control sugeridos se realizan manualmente y deben realizarse cuando se establece el método de trabajo por primera vez y cuando se varía el medio de las muestras como en nuestro caso que se analiza soluciones cianuradas y acidas en un mismo equipo.

Se establece en la medición del trabajo 35 minutos fijos por elemento a analizar que comprende calentamiento de equipo, quemador y realización de la curva de calibración, el resto de tiempo varia por el número de muestras.

Los tiempos muertos establecidos disminuirán siempre y cuando el equipo sea utilizado a su capacidad máxima, y no solo por espacios cortos de tiempo.

Ya que ningún método de trabajo del laboratorio, sobre todo para el sector minero, cuenta con la respectiva validación que garantice los resultados y al ser métodos internos, se procedió a realizar la validación como parte de la propuesta.

Con relación a la validación del método se constató que mediante el uso de un nebulizador de alta sensibilidad (Pt/Ir) y perla de impacto de cerámica se mejora la sensibilidad en 5 veces.

Para la obtención de la linealidad, el rango establecido se basa en el cumplimiento de la Ley de Lamber-Beer ya que la absorbancia que presenta el estándar de 3ppm es de 0.479 unidades de absorbancia.

En cuanto al coeficiente de correlación de la curva se establece que la curva de calibración en el modo no lineal cumple con el criterio de linealidad al presentar mayor pendiente.

La determinación del Límite de Detección está basada en el procedimiento recomendado por el proveedor para cada elemento a analizar y al no haber sido realizado en su debida oportunidad cuando el equipo fue adquirido, nos da un panorama claro de las condiciones del equipo.

A partir de los resultados experimentales de las muestras de estudio se determina que el criterio de repetibilidad y de reproducibilidad se cumple.

Después de evaluar las acciones planteadas en el trabajo de investigación se optimiza el sistema de análisis de muestras por Espectrofotometría de Absorción Atómica, en virtud de lo cual la hipótesis planteada se cumple.

Con la propuesta se logra reducir el tiempo muerto de 55 minutos/hr a solo 10 minutos/hr y con relación al número de muestras se obtiene un ahorro anual de US\$1'091,816 (un millón noventa y un mil ochocientos dieciséis dólares americanos).

---

*BIBLIOGRAFIA*

1. Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry, Perkin Elmer, Inc, 2000, Singapore. Pág. 49-54.
2. AREVALO Ortiz, Ciro (1992). La perforación diamantina en la exploración geotécnica de macizos rocosos: Seminario Taller de Mecánica de Suelos y Exploración Geotécnica. Primera edición. CISMID-FIC-UNI. Perú. Pag.5
3. BEATY, Richard D. and Kerber, Jack D. (1993). Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry. Second edition. The Perkin – Elmer Corporation. USA. Pág. 1.3-1.8.
4. CARDONA, D. (2008). Análisis de Procesos Empresariales: Enfrentando el reto de la Productividad y Competitividad.
5. Cia. Minera Poderosa S.A., 2011, [www.poderosa.com.pe](http://www.poderosa.com.pe)
6. Como formar una empresa en el centro de cómputo. Venezuela: Universidad Nacional Experimental Politécnica de la Fuerza Armada, Almerida, A. y otros, 2010
7. FAO (2005). “Desarrollo de un sistema integral de aseguramiento de calidad para laboratorios de análisis de alimentos en América del Sur”, Taller Subregional sobre Aseguramiento de Calidad y Validación de Metodología para Análisis Químicos. Colombia. Pág. 1-85.

[Http://www.slideshare.net/MAKLG/nombre-de-la-empresa11-6748242](http://www.slideshare.net/MAKLG/nombre-de-la-empresa11-6748242)  
<http://www.slideshare.net/tutorcread/diapositivas-de-analisis-de-procesos-1204344>

8. Memoria Anual 2010, Compañía Minera Poderosa S.A.
9. Prepare su Laboratorio para Absorción Atómica Perkin-Elmer, Beco Internacional Ltda., Bolivia, 2010
10. QUINO, Israel; Ramos, Oswaldo y Guisbert, Elvira (2007). Determinación del Límite de Detección Instrumental (LDI) y Límite de Cuantificación Instrumental (LCI) en elementos traza de aguas subterráneas. Revista Boliviana de Química, Vol 24, N°1, 2007. Bolivia. Pág. 53-57.
11. VALLARMO, José (2011). Inversiones mineras para el 2011: Soluciones Avanzadas Facilitando la acción. Consulta: 20 de febrero 2012.  
<http://www.solucionesavanzadas.cl/blog/gestion/91-gestion/1455-inversiones-mineras-para-2011>





## **ANEXO 1**

### **Visión**

Llegar a ser líderes en la industria minera aurífera subterránea nacional y ser reconocidos a nivel mundial.

### **Misión**

- Hacer que nuestros procesos sean eficaces, eficientes y flexibles, generando productos con Calidad Total.
- Ser los más seguros, proteger la salud de nuestros trabajadores y conservar el medio ambiente.
- Producir oro en la forma más eficiente, mediante un continuo proceso de reducción de costos, generando valor para nuestros accionistas y trabajadores.
- Contribuir, dentro del ámbito de nuestras actividades, al desarrollo de las personas y al engrandecimiento del Perú”.

### **Políticas**

Poderosa es una empresa minera subterránea socialmente responsable que obtiene recursos minerales, mina, procesa y comercializa minerales con contenido de oro y está comprometida a:

- Mejorar continuamente el sistema integrado de gestión, cumpliendo las leyes y las normas voluntariamente aceptadas.
- Mantener un producto de calidad, contando para ello con personal competente (con los conocimientos, experiencia y habilidades

necesarias), procesos eficaces, asegurando la satisfacción de nuestros clientes.

- Prevenir lesiones y enfermedades para sus colaboradores, contratistas y visitas, comunicándoles los riesgos, estableciendo controles en todas nuestras actividades, manteniendo instalaciones y labores seguras.
- Identificar y comunicar los aspectos ambientales a sus colaboradores y otras partes interesadas para prevenir la contaminación.
- Desarrollar el trabajo en equipo a través de los círculos de mejoramiento continuo y la práctica del COLPA (Clasificar, Ordenar, Limpiar, Prevenir y Autodisciplina) en el trabajo diario.
- Reconocer en los grupos de interés de nuestra operación, el derecho a su progreso y contribuir para que sean ellos mismos gestores de su propio desarrollo, con calidad de vida.

**ANEXO 2**



**ANEXO 3**


**BUREAU VERITAS**  
Certification

*Certification*  
Awarded to

**COMPAÑÍA MINERA PODEROSA S.A.**

OFICINA PRINCIPAL: AV. PRIMAVERA 834/854 – CHACARILLA DEL ESTANQUE SURCO, LIMA.  
OFICINA ADMINISTRATIVA TRUJILLO: JR. CORONEL GÓMEZ 409 – TRUJILLO, LA LIBERTAD.  
OFICINA ADMINISTRATIVA Y ACTIVIDADES MINERAS EN EL CASERÍO VIJUS – DISTRITO Y  
PROVINCIA DE PATAZ, LA LIBERTAD. PERÚ

*Bureau Veritas Certification, certifies that the Management System of the above organization has been assessed and found to be in accordance with the requirements of the standards detailed below.*

STANDARD

---

**BS EN ISO 14001:2004**

SCOPE OF SUPPLY

---

OBTENCIÓN DE RECURSOS MINERALES A TRAVÉS DEL EMPLEO DE MÉTODOS DE EXPLORACIÓN COMO: ACTIVIDADES DE PROSPECCIÓN, PERFORACIÓN DIAMANTINA Y LABORES DE EXPLORACIÓN, MINADO SUBTERRÁNEO DESARROLLANDO LABORES CON MÉTODOS CONVENCIONALES Y MECANIZADOS, PROCESAMIENTO DEL MINERAL POR CIANURACIÓN, RECUPERACIÓN DEL ORO POR EL MÉTODO MERRYL CROWE Y, FINALMENTE FUNDICIÓN PARA LA COMERCIALIZACIÓN DE BULLONES DE ORO.

OBTAIN MINERAL RESOURCES BY: EXPLORATION METHODS LIKE PROSPECTIVE ACTIVITIES, DIAMOND DRILLING AND OTHER WORKS; UNDERGROUND MINING BY DEVELOPING MINING LABORS WITH CONVENTIONAL AND TRACKLESS METHODS; MINERAL PROCESSING BY CYANIDE LEACHING, GOLD RECOVERING BY MERRYL CROWE METHOD AND FINALLY SMELTING TO OBTAIN GOLD BULLIONS WHICH ARE TRADED.

Original evaluation date: **JANUARY 23, 2009**  
Original approval date: **MARCH 20, 2009** Certificate valid until: **MARCH 19, 2012**

Subject to the continual satisfactory operation of the organization's Management System.  
To check this certificate validity please call (511) 422 9000  
Further clarifications regarding the scope of this certificate and the applicability of the Management System requirements may be obtained by consulting the organization

Certificate number: **228805** Date: **MARCH 20, 2009**

*Lucas Peschiera*  
Operations Manager

Using UKAS Accreditation covered by the accreditation certificate number 008



**UKAS**  
ENVIRONMENTAL  
MANAGEMENT  
008

Certification Authority: BVQI do Brasil Sociedade Certificadora Ltda  
Praça Pio X, 17, 8º andar, 20040-020- Rio de Janeiro - RJ Brasil  
Managing Office: Bureau Veritas Certification - Perú  
Av. Camino Real 390 - Torre Central del Centro  
Comercial Camino Real, Piso 14, Oficina 1402 - Lima 27 - Perú

**ANEXO 4**


**BUREAU VERITAS**  
Certification

*Certification*  
Awarded to

**COMPAÑÍA MINERA PODEROSA S.A.**

OFICINA PRINCIPAL: AV. PRIMAVERA 834/854 – CHACARILLA DEL ESTANQUE SURCO, LIMA.  
OFICINA ADMINISTRATIVA TRUJILLO: JR. CORONEL GÓMEZ 409 – TRUJILLO, LA LIBERTAD.  
OFICINA ADMINISTRATIVA Y ACTIVIDADES MINERAS EN EL CASERÍO VIJUS – DISTRITO Y  
PROVINCIA DE PATAZ, LA LIBERTAD. PERÚ

*Bureau Veritas Certification, certifies that the Management System of the above organization has been assessed and found to be in accordance with the requirements of the standards detailed below.*

STANDARD

---

**OHSAS 18001:2007**

SCOPE OF SUPPLY

---

OBTENCIÓN DE RECURSOS MINERALES A TRAVÉS DEL EMPLEO DE MÉTODOS DE EXPLORACIÓN COMO: ACTIVIDADES DE PROSPECCIÓN, PERFORACIÓN DIAMANTINA Y LABORES DE EXPLORACIÓN, MINADO SUBTERRÁNEO DESARROLLANDO LABORES CON MÉTODOS CONVENCIONALES Y MECANIZADOS, PROCESAMIENTO DEL MINERAL POR CIANURACIÓN, RECUPERACIÓN DEL ORO POR EL MÉTODO MERRYL CROWE Y, FINALMENTE FUNDICIÓN PARA LA COMERCIALIZACIÓN DE BULLONES DE ORO.

OBTAIN MINERAL RESOURCES BY: EXPLORATION METHODS LIKE PROSPECTIVE ACTIVITIES, DIAMOND DRILLING AND OTHER WORKS; UNDERGROUND MINING BY DEVELOPING MINING LABORS WITH CONVENTIONAL AND TRACKLESS METHODS; MINERAL PROCESSING BY CYANIDE LEACHING, GOLD RECOVERING BY MERRYL CROWE METHOD AND FINALLY SMELTING TO OBTAIN GOLD BULLIONS WHICH ARE TRADED.

Original evaluation date: **JANUARY 23, 2009**

Original approval date: **MARCH 20, 2009**      Certificate valid until: **MARCH 19, 2012**

Subject to the continual satisfactory operation of the organization's Management System.

To check this certificate validity please call (511) 422 9000  
Further clarifications regarding the scope of this certificate and the applicability of the Management System requirements may be obtained by consulting the organization

Certificate number: **BR228806**      Date: **MARCH 20, 2009**

*Lucas Reschiera*  
Operations Manager



Certification Authority: BVQI do Brasil Sociedade Certificadora Ltda  
Praça Pio X, 17, 8º andar, 20040-020- Rio de Janeiro - RJ Brasil  
Managing Office: Bureau Veritas Certification - Peru  
Av. Camino Real 390 - Torre Central del Cuatro  
Comercial Camino Real - Piso 14, Oficina 1402 - Lima 27 - Peru


**ANEXO 5:**

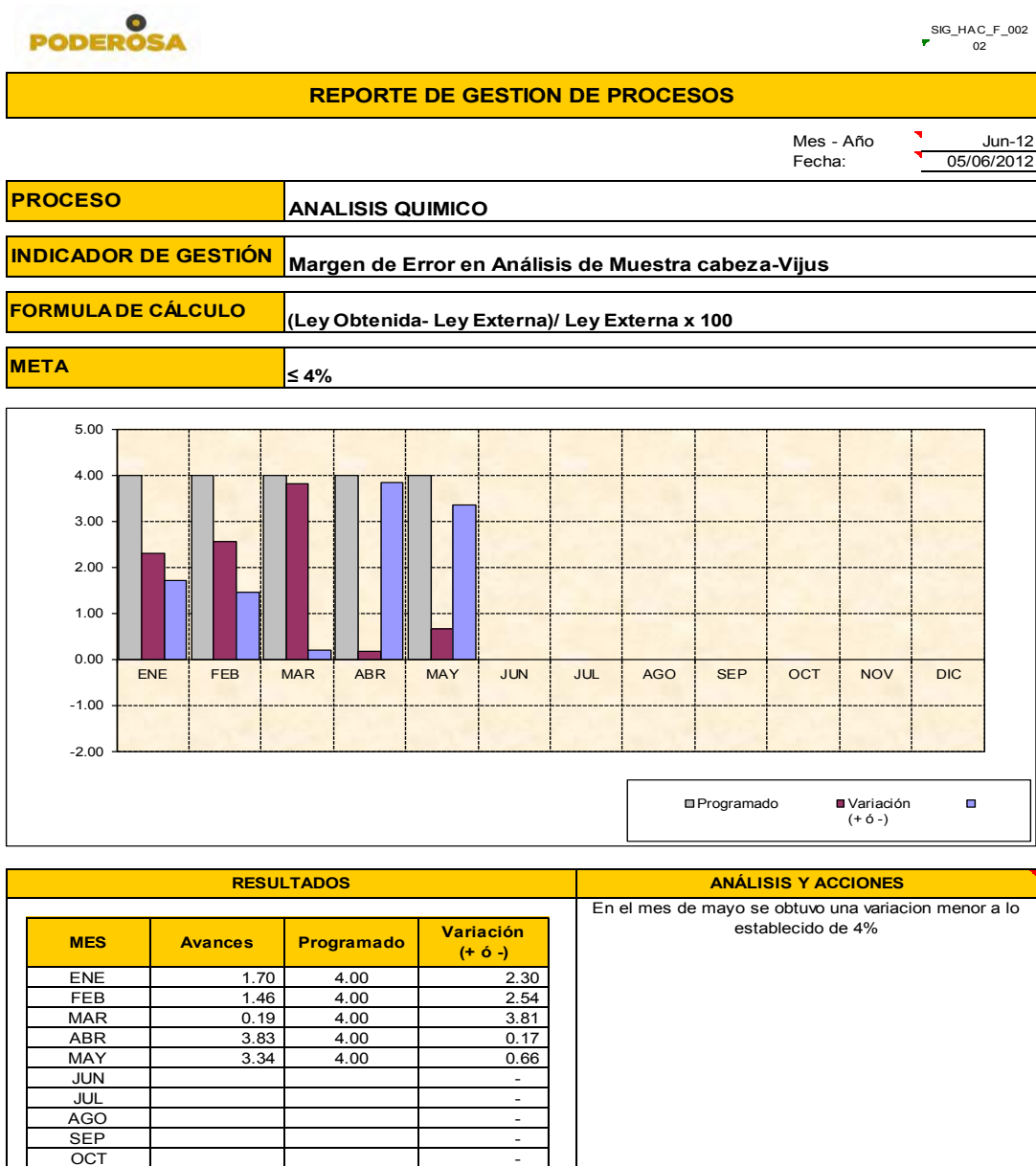
**PROGRAMA ANUAL DE MANTENIMIENTO**

**AREA DE INSTRUMENTACION**

ITEM	01.L.Q.	INTRUMENTACION	MARCA	FRECUENCIA POR ANO	ENE	FEB	MAR	ABR	MAY	JUN	JUL	AGO	SEP	OCT	NOV	DIC
1	L.Q.1	ESPECTROFOTOMETRO DE ABSORCION ATOMICA AAANAYST 300	PERKINELMER	4												
2	L.Q.2	HORNO DE GRAFITO HGA-800	PERKINELMER	2												
3	L.Q.3	SISTEMA DE INYECCION DE FLUJO FIAS 400	PERKINELMER	2												
4	L.Q.4	AUTOMUESTREADORAS-80	PERKINELMER	2												
5	L.Q.5	FUENTE DE PODER EDL	PERKINELMER	2												

**ANEXO 6:**

 <span style="float: right;"> <small>REPORTE DE GESTIÓN</small>  <small>de</small> </span>																																																									
REPORTE DE GESTIÓN DE PROCESOS																																																									
Mes - Año: <u>dic-10</u> Fecha: <u>08/01/2011</u>																																																									
<b>PROCESO</b>	ANÁLISIS QUÍMICO																																																								
<b>INDICADOR DE GESTIÓN</b>	Nº de Accidentes																																																								
<b>FORMULA DE CÁLCULO</b>	Frecuencia*Severidad/1000																																																								
<b>META</b>	≤ 1																																																								
RESULTADOS																																																									
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="background-color: yellow;">Mes</th> <th style="background-color: yellow;">Avanzada</th> <th style="background-color: yellow;">Programado</th> <th style="background-color: yellow;">Variación (+ o -)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>ENE</td><td>0</td><td>1</td><td>-100%</td></tr> <tr><td>FEB</td><td>0</td><td>1</td><td>-100%</td></tr> <tr><td>MAR</td><td>0</td><td>1</td><td>-100%</td></tr> <tr><td>ABR</td><td>0</td><td>1</td><td>-100%</td></tr> <tr><td>MAY</td><td>0</td><td>1</td><td>-100%</td></tr> <tr><td>JUN</td><td>0</td><td>1</td><td>-100%</td></tr> <tr><td>JUL</td><td>0</td><td>1</td><td>-100%</td></tr> <tr><td>AGO</td><td>0</td><td>1</td><td>-100%</td></tr> <tr><td>SEP</td><td>0</td><td>1</td><td>-100%</td></tr> <tr><td>OCT</td><td>0</td><td>1</td><td>-100%</td></tr> <tr><td>NOV</td><td>0</td><td>1</td><td>-100%</td></tr> <tr><td>DEC</td><td>0</td><td>1</td><td>-100%</td></tr> <tr style="background-color: yellow;"><td><b>TOTAL</b></td><td><b>0%</b></td><td><b>100%</b></td><td><b>-100%</b></td></tr> </tbody> </table>	Mes	Avanzada	Programado	Variación (+ o -)	ENE	0	1	-100%	FEB	0	1	-100%	MAR	0	1	-100%	ABR	0	1	-100%	MAY	0	1	-100%	JUN	0	1	-100%	JUL	0	1	-100%	AGO	0	1	-100%	SEP	0	1	-100%	OCT	0	1	-100%	NOV	0	1	-100%	DEC	0	1	-100%	<b>TOTAL</b>	<b>0%</b>	<b>100%</b>	<b>-100%</b>	<b>ANÁLISIS Y ACCIONES</b>  En el mes de diciembre del 2010 no hubo accidentes laborales.
Mes	Avanzada	Programado	Variación (+ o -)																																																						
ENE	0	1	-100%																																																						
FEB	0	1	-100%																																																						
MAR	0	1	-100%																																																						
ABR	0	1	-100%																																																						
MAY	0	1	-100%																																																						
JUN	0	1	-100%																																																						
JUL	0	1	-100%																																																						
AGO	0	1	-100%																																																						
SEP	0	1	-100%																																																						
OCT	0	1	-100%																																																						
NOV	0	1	-100%																																																						
DEC	0	1	-100%																																																						
<b>TOTAL</b>	<b>0%</b>	<b>100%</b>	<b>-100%</b>																																																						
Firma del Responsable: <u>Luz Mateu</u>	<b>ESTADO</b> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="background-color: yellow;">Malo</th> <th style="background-color: yellow;">Regular</th> <th style="background-color: yellow;">Bueno</th> <th style="background-color: yellow;">Excelente</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="background-color: red;">* 0%</td> <td style="background-color: yellow;">50-50%</td> <td style="background-color: green;">75-100%</td> <td style="background-color: blue;">*100%</td> </tr> </tbody> </table>	Malo	Regular	Bueno	Excelente	* 0%	50-50%	75-100%	*100%																																																
Malo	Regular	Bueno	Excelente																																																						
* 0%	50-50%	75-100%	*100%																																																						
Fecha de Aprobación: <u>10/01/2011</u>	Validación:																																																								

**ANEXO 7:**



### ANEXO 8: Hoja de cálculo del LDI y LC para el Cobre

	11/08/2012					
	<b>COBRE</b>					
	Estándar bajo	Blanco	Estándar alto	Blanco Promedio	Estándar bajo	Estándar alto
	0.020 mg/L		0.040 mg/L			
1		0.000				
2	0.005			0.002	0.003	
3		0.004				
4			0.010	0.0035		0.007
5		0.003				
6	0.006			0.0035	0.0025	
7		0.004				
8			0.009	0.004		0.005
9		0.004				
10	0.005			0.0035	0.0015	
11		0.003				
12			0.009	0.003		0.006
13		0.003				
14	0.005			0.003	0.002	
15		0.003				
16			0.008	0.003		0.005
17		0.003				
18	0.005			0.003	0.002	
19		0.003				
20			0.008	0.003		0.005
21		0.003				
22	0.005			0.003	0.002	
23		0.003				
24			0.008	0.0025		0.006
25		0.002				
26	0.004			0.002	0.002	
27		0.002				
28			0.008	0.002		0.006
29		0.002				
30	0.004			0.0015	0.0025	
31		0.001				
32			0.007	0.001		0.006
33		0.001				
34	0.004			0.001	0.003	
35		0.001				
36			0.008	0.001		0.007
37		0.001				
38	0.004			0.001	0.003	
39		0.001				
40			0.007	0.001		0.006
41		0.001				
				Prom	0.00235	0.0058
				SD	0.00052967	0.0006749
				LDI	0.014	0.014
				<b>LDI</b>	<b>0.014 ppm</b>	
				<b>LC</b>	<b>0.045 ppm</b>	

### Cálculos

- Primero se hace promedio entre blancos, por ejemplo:

$$\frac{0.000 + 0.004}{2} = 0.002 \text{ (fila 2)}$$

$$\frac{0.004 + 0.003}{2} = 0.0035 \text{ (fila 4)}$$

- El blanco promedio de la fila 2, se resta al estándar bajo (fila 2, columna 2):

$$0.005 - 0.002 = 0.003 \text{ (fila 2, columna 6)}$$

- El blanco promedio de la fila 4, se resta al estándar alto (fila y columna 4):

$$0.010 - 0.0035 = 0.0065 \text{ (fila 4, columna 7)}$$

- Así se continúa con la columna 6 y 7 de los estándares.
- Sacar promedio (X) y desviación estándar (DS) del estándar bajo (columna 6) y estándar alto (columna 7).
- Con estos datos calcularemos el límite de detección (LDI):

$$\text{LDI} = \frac{0.020 \times 3 \times 0.00052967}{0.00235} = 0.014 \text{ mg/L (estándar bajo)}$$

$$\text{LDI} = \frac{0.040 \times 3 \times 0.0006749}{0.0058} = 0.014 \text{ mg/L (estándar alto)}$$

$$\text{LDI} = \frac{0.128 + 0.139}{2} = 0.014$$

- Con el LDI, hallados el límite de cuantificación (LC):

$$\text{LC} = 3.3 \times 0.014 = 0.045$$

**ANEXO 9: Tabla de distribución t-student**

2 colas		80%	90%	95%	98%	99%
$\alpha$		0.10	0.05	0.025	0.01	0.0015
v						
1 cola		90%	95%	98%	99%	99.5%
$\alpha$		0.10	0.05	0.025	0.01	0.0015
v						
1	3.078	6.314	12.706	31.821	63.657	
2	1.886	2.920	4.303	6.965	9.925	
3	1.638	2.353	3.182	4.541	5.841	
4	1.533	2.132	2.776	3.747	4.604	
5	1.476	2.015	2.571	3.365	4.032	
6	1.440	1.943	2.447	3.143	3.707	
7	1.415	1.895	2.365	2.998	3.499	
8	1.397	1.860	2.306	2.896	3.355	
9	1.383	1.833	2.262	2.821	3.250	
10	1.372	1.812	2.228	2.764	3.169	
11	1.363	1.796	2.201	2.718	3.106	
12	1.356	1.782	2.179	2.681	3.055	
13	1.350	1.771	2.160	2.650	3.012	
14	1.345	1.761	2.145	2.624	2.977	
15	1.341	1.753	2.131	2.602	2.947	
16	1.337	1.746	2.120	2.583	2.921	
17	1.333	1.740	2.110	2.567	2.898	
18	1.330	1.734	2.101	2.552	2.878	
19	1.328	1.729	2.093	2.539	2.861	
20	1.325	1.725	2.086	2.528	2.845	
21	1.323	1.721	2.080	2.518	2.831	
22	1.321	1.717	2.074	2.508	2.819	
23	1.319	1.714	2.069	2.500	2.807	
24	1.318	1.711	2.064	2.492	2.797	
25	1.316	1.708	2.060	2.485	2.787	
26	1.315	1.706	2.056	2.479	2.779	
27	1.314	1.703	2.052	2.473	2.771	
28	1.313	1.701	2.048	2.467	2.763	
29	1.311	1.699	2.045	2.462	2.756	
30	1.310	1.697	2.042	2.457	2.750	
40	1.303	1.684	2.021	2.423	2.704	
60	1.296	1.671	2.000	2.390	2.660	
120	1.289	1.658	1.980	2.358	2.617	
$\infty$	1.282	1.645	1.960	2.326	2.576	



ASTM	American Society for Testing and Materials
AOAC	Association of Official Analytical Chemists
EPA	Environmental Protection Agency
Veta	Es el relleno de minerales que ha colmado una fisura en la corteza terrestre.
AA	Absorción atómica
ICP	Plasma acoplado inductivamente
Fire Assay	Ensayos al fuego
DDH	Diamond Drill Hold
EPP	Equipo de protección personal
Leyes	Concentración final del analito de interés (denominación utilizada en minería)