

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



**ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE RESULTADOS EN
ANÁLISIS DE MUESTRAS GEOQUÍMICAS EN EL LABORATORIO
ALS PERÚ S.A. COTABAMBAS – APURÍMAC**

TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL

PRESENTADO POR:

Bach. EDISON ROBERT ZAPANA ROQUE

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:
INGENIERO QUÍMICO**

PUNO – PERÚ

2019

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO - PUNO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA

ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE RESULTADOS EN
ANÁLISIS DE MUESTRAS GEOQUÍMICAS EN EL LABORATORIO
ALS PERÚ S.A. COTABAMBAS-APURÍMAC

TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL

PRESENTADA POR:

BACH. EDISON ROBERT ZAPANA ROQUE

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:
INGENIERO QUÍMICO

APROBADA POR EL JURADO REVISOR CONFORMADO POR:



PRESIDENTE

.....
Dr. MOISES PEREZ CAPA

PRIMER MIEMBRO

.....
Dr. TEÓFILO DONAIRES FLORES

SEGUNDO MIEMBRO

.....
Mg. HIGINIO ALBERTO ZUÑIGA SANCHEZ

DIRECTOR DE TESIS

.....
M.Sc. GERMAN QUILLE CALIZAYA

ÁREA: Trabajo de Suficiencia Profesional

TEMA: Aseguramiento de la Calidad

LINEA: Ciencias e Ingeniería de Materiales

FECHA DE SUSTENTACIÓN: 11 de Noviembre del 2019

DEDICATORIA

A mi Dios

Por guiarme a conseguir mis objetivos, ayudándome y dándome voluntad para continuar en este trayecto de la vida.

A mi familia

Por el apoyo incondicional que me dan todos los días para alcanzar mis objetivos profesionales, por motivarme a continuar y cumplir con las metas que me trazaba, por ser pacientes y entender mis necesidades, mi carácter y aun así estar conmigo.

A mis amigos

A pesar de no contar con numerosas amistades siempre considere a esos pocos como las mejores personas con las que se puede confiar, esas personas que te tienden las manos cuando necesitas una mano amiga.

AGRADECIMIENTOS

Primeramente, agradecer a mi familia por todo su apoyo.

A la Universidad Nacional del Altiplano, a la escuela profesional de Ingeniería Química, a los docentes por ayudarme a forjarme profesionalmente para alcanzar una meta más en mi vida, y así salir satisfecho para mi siguiente objetivo.

A la empresa ALS PERU S.A. que en su laboratorio aprendí a desarrollarme y a crecer profesionalmente y como persona enseñándome mucho sobre los diferentes análisis en el mundo de la minería.

A todas las personas que conocí durante todo este tiempo que dedicaron un poco de su tiempo a enseñarme, a todos muchas ellos gracias, siempre los tendré presente.

ÍNDICE GENERAL

| | |
|--|----|
| ÍNDICE GENERAL | 5 |
| ÍNDICE DE TABLAS | 11 |
| ÍNDICE DE FIGURAS | 12 |
| ÍNDICE DE DIAGRAMAS | 13 |
| ÍNDICE DE ACRONIMOS..... | 14 |
| RESUMEN | 15 |
| ABSTRAC | 16 |
| INTRODUCCIÓN | 17 |
| CAPÍTULO I | 18 |
| 1. ASPECTOS GENERALES DE LA EMPRESA..... | 18 |
| 1.1. UBICACIÓN GEOGRÁFICA | 18 |
| 1.2. VÍAS DE ACCESO | 20 |
| 1.3. ANTECEDENTES | 20 |
| 1.3.1. Datos principales de la empresa..... | 20 |
| 1.3.2. Línea de producción..... | 20 |
| 1.3.2.1. Diagrama de línea de producción | 21 |
| 1.3.3. Visión..... | 21 |
| 1.3.4. Misión | 21 |
| 1.3.5. Valores | 21 |
| 1.3.6. Políticas..... | 22 |
| 1.3.7. Organigrama Institucional | 23 |
| CAPÍTULO II | 24 |
| 2.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA | 24 |
| 2.1.1. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA..... | 24 |

| | |
|---|----|
| 2.1.2. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA GENERAL..... | 25 |
| 2.1.3. FORMULACIÓN DE PROBLEMAS ESPECÍFICOS..... | 25 |
| 2.2. OBJETIVOS..... | 25 |
| 2.2.1. OBJETIVOS GENERALES..... | 25 |
| 2.2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS..... | 25 |
| CAPÍTULO III..... | 26 |
| 3. MARCO TEÓRICO..... | 26 |
| 3.1. CALIDAD: DEFINICIONES, EVOLUCIÓN Y SISTEMA..... | 26 |
| 3.1.1. CONCEPTOS GENERALES..... | 26 |
| 3.1.1.1. Enfoque trascendente..... | 27 |
| 3.1.1.2. Enfoque basado en el producto..... | 27 |
| 3.1.1.3. Enfoque basado en el cliente..... | 27 |
| 3.1.1.4. Enfoque basado en la producción..... | 27 |
| 3.1.1.5. Enfoque basado en el valor..... | 27 |
| 3.1.2. EVOLUCIÓN DEL ENFOQUE DE CALIDAD..... | 28 |
| 3.1.2.1. Inspección..... | 28 |
| 3.1.2.2. Control de la calidad..... | 29 |
| 3.1.2.3. Aseguramiento de la calidad..... | 29 |
| 3.1.2.4. Gestión de la Calidad Total..... | 29 |
| 3.2. SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD..... | 31 |
| 3.3. NORMAS ISO 9000..... | 31 |
| 3.3.1. NORMA ISO 9001:2008..... | 32 |
| 3.3.2. ESTRUCTURA DE LA NORMA NTP ISO/IEC 17025:2006..... | 32 |
| 3.4. BENEFICIOS INTERNOS DE IMPLEMENTAR UN SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD..... | 34 |

| | |
|--|----|
| 3.5. BENEFICIOS EXTERNOS DE IMPLEMENTAR UN SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD | 35 |
| 3.6. RAZONES PARA CERTIFICARSE Y/O ACREDITARSE..... | 35 |
| 3.7. PRINCIPIOS DE LA GESTIÓN DE CALIDAD..... | 36 |
| 3.8. ENFOQUE DEL SISTEMA BASADO EN PROCESOS | 37 |
| 3.9. ACREDITACIÓN DE LABORATORIOS DE ENSAYO..... | 38 |
| 3.10. NTP ISO/IEC 17025:2006..... | 39 |
| 3.11. PROGRAMA DE CONTROL DE CALIDAD | 40 |
| 3.11.1. CERTIFICACIÓN DE LA COMPETENCIA DEL OPERADOR..... | 40 |
| 3.11.2. ANÁLISIS DE DUPLICADOS..... | 40 |
| 3.11.3. MANTENIMIENTO DE GRÁFICOS DE CONTROL | 41 |
| 3.11.3.1. Cartas de control de precisión..... | 41 |
| 3.11.4. GLOSARIO | 42 |
| 3.12. PARAMETROS DE VALIDACION | 43 |
| CAPITULO IV | 45 |
| 4. OPERACIONES DEL LABORATORIO | 45 |
| 4.1. GENERALIDADES | 45 |
| 4.2. PERSONAL DE LABORATORIO..... | 45 |
| 4.2.1. OPERACIONES FÍSICAS | 45 |
| 4.2.1.1. Secado de la muestra..... | 45 |
| 4.2.1.2. Chancado de la muestra | 46 |
| 4.2.1.3. Cuarteo de la muestra | 46 |
| 4.2.1.4. Pulverizado de la muestra..... | 46 |
| 4.2.1.5. Tamizado de muestra | 46 |
| 4.2.2. OPERACIONES QUÍMICAS | 47 |

| | |
|---|----|
| 4.2.2.1. Digestión acida | 47 |
| 4.3. IDENTIFICACION DE MUESTRAS Y TRAZABILIDAD | 48 |
| 4.4. ETIQUETADO DE MUESTRAS | 49 |
| 4.5. SEGUIMIENTO DE LAS MUESTRAS EN EL LABORATORIO Y ALMACENES | 49 |
| 4.6. METODOS ALS Y PROCEDIMIENTOS | 49 |
| 4.6.1. DETERMINACIÓN DE SULFATO DE AZUFRE LIXIVABLE EN CARBONATO DE SODIO. | 50 |
| 4.6.1.1. Aplicación | 50 |
| 4.6.1.2. Responsabilidades | 50 |
| 4.6.1.3. Principio | 50 |
| 4.6.1.4. Requisitos de seguridad | 51 |
| 4.6.1.5. Reactivos | 51 |
| 4.6.1.6. Equipos | 51 |
| 4.6.1.7. Procedimiento | 52 |
| 4.6.1.8. Cálculo | 53 |
| 4.6.2. DIGESTIÓN TOTAL CON CUATRO ÁCIDOS EN TUBO DE ENSAYO “ANÁLISIS GEOQUÍMICO” | 53 |
| 4.6.2.1. Aplicación | 53 |
| 4.6.2.2. Principio | 54 |
| 4.6.2.3. Requisitos de seguridad | 55 |
| 4.6.2.4. Reactivos | 55 |
| 4.6.2.5. Equipos | 56 |
| 4.6.2.6. Procedimiento | 56 |
| 4.6.2.7. Control de Calidad de Muestras | 57 |
| 4.6.2.8. Diagrama de Flujo Método GEO-4ACID | 58 |

| | |
|--|----|
| 4.6.3. DETERMINACIÓN DE MINERALES Y MATERIALES DE ALTA CALIDAD UTILIZANDO AAS DESPUÉS DE UNA DIGESTIÓN DE CUATRO ÁCIDOS..... | 60 |
| 4.6.3.1. Aplicación..... | 60 |
| 4.6.3.2. Responsabilidades..... | 60 |
| 4.6.3.3. Principio..... | 60 |
| 4.6.3.4. Requisitos de Seguridad..... | 60 |
| 4.6.3.5. Reactivos..... | 61 |
| 4.6.3.6. Equipos | 61 |
| 4.6.3.7. Procedimiento | 61 |
| 4.6.4. DETERMINACIÓN DE DENSIDAD DE MUESTRAS A PARTIR DE LA GRAVEDAD ESPECÍFICA..... | 61 |
| 4.6.4.1. Alcance | 61 |
| 4.6.4.2. Principio..... | 61 |
| 4.6.4.3. Requerimientos de Seguridad | 62 |
| 4.6.4.4. Reactivos..... | 62 |
| 4.6.4.5. Equipos | 62 |
| 4.6.4.6. Procedimiento | 62 |
| 4.6.4.7. Cálculos | 63 |
| 4.6.4.8. Conversiones de gravedad específica a densidad | 64 |
| 4.6.4.9. Control de Calidad | 64 |
| 4.6.4.10. Acciones..... | 65 |
| 4.6.4.11. Diagrama de flujo del método OA-GRA09as..... | 66 |
| 4.6.5. LECTURA Y REPORTE ANALIZADOR DE CARBONO Y AZUFRE LECO CS230 Y CS844. | 66 |
| 4.6.5.1. Alcance | 66 |

| | |
|--|----|
| 4.6.5.2. Objetivos | 67 |
| 4.6.5.3. Principio | 67 |
| 4.6.5.4. Requerimientos de Seguridad | 67 |
| 4.6.5.5. Reactivos | 67 |
| 4.6.5.6. Equipos | 67 |
| 4.6.5.7. Procedimientos | 68 |
| 4.6.5.8. Lectura y reporte de muestras Analizador de Carbono y Azufre CS230. | 69 |
| 4.6.5.9. Limpieza | 71 |
| CAPITULO V | 74 |
| 5. RESULTADOS Y DISCUSIONES | 74 |
| 5.1. RESULTADOS DE ANÁLISIS | 74 |
| 5.1.1. DATOS DEL PROCEDIMIENTO: | 74 |
| CONCLUSIONES | 96 |
| RECOMENDACIONES | 97 |
| REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 98 |
| ANEXOS | 99 |

ÍNDICE DE TABLAS

| | |
|---|----|
| Tabla 1: Coordenadas UTM – Las Bambas..... | 19 |
| Tabla 2: Comparación entre los enfoques de la gestión de la Calidad | 30 |
| Tabla 3: Estructura de la Calidad..... | 33 |
| Tabla 4: Rango Analítico Aplicable para método AA61..... | 57 |
| Tabla 5: Rango analítico aplicable para método AA62..... | 61 |
| Tabla 6: Conversiones de Temperatura – Densidad del Agua..... | 64 |
| Tabla 7: Control de calidad según estándares de referencia internos | 65 |
| Tabla 8: Límites de control según materiales de referencia | 65 |
| Tabla 9: Condiciones para el pesado de muestras | 75 |
| Tabla 10: Condiciones para la digestión de muestras..... | 76 |
| Tabla 11: Condiciones estándar en absorción atómica..... | 76 |
| Tabla 12: Parámetros de trabajo del AAS | 77 |
| Tabla 13: Parámetros para el equipo analizador de C y S | 77 |
| Tabla 14: Lecturas de cobre soluble (AA05)..... | 77 |
| Tabla 15: Lecturas de cobre total (AA62) | 79 |
| Tabla 16: Lecturas de plata, plomo, hierro, zinc y molibdeno (AA61)..... | 80 |
| Tabla 17: Lecturas de Azufre (IR08)..... | 81 |
| Tabla 18: Reporte de resultados..... | 94 |
| Tabla 19: Resultados estadísticos | 95 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 1: Ubicación geográfica Las Bambas | 19 |
| Figura 2: Evolución del enfoque de calidad | 28 |
| Figura 3: Requisitos de Calidad..... | 34 |
| Figura 4: Modelo de un sistema de gestión de la calidad basado en procesos | 38 |
| Figura 5: Run lote | 69 |
| Figura 6: Run lote – Menú..... | 70 |
| Figura 7: Run lote - reporte C-IR07, S-IR08 y FUS-LEC07..... | 70 |
| Figura 8: Run lote - calculo al Starlims | 71 |
| Figura 9: Resultados Starlims | 71 |
| Figura 10: Horno de Combustión | 72 |
| Figura 11: Trampa de reactivos | 72 |
| Figura 12: Trampa de reactivo que contiene el equipo..... | 73 |
| Figura 13: Carta de control de calidad método Cu-AA05 (GBM999-8)..... | 83 |
| Figura 14: Carta de control de Calidad método Cu-AA05 (OREAS 907) | 83 |
| Figura 15: Carta de control de Calidad método Cu-AA62 (GBM306-12)..... | 84 |
| Figura 16: Carta de control de Calidad método Cu-AA62 (OGGeo08)..... | 84 |
| Figura 17: Carta de control de Calidad método Ag-AA61 (MRGeo08) | 85 |
| Figura 18: Carta de control de Calidad método Ag-AA61 (OREAS 502b) | 85 |
| Figura 19: Carta de control de Calidad método Pb-AA61 (MRGeo08)..... | 86 |
| Figura 20: Carta de control de Calidad método Pb-AA61 (OREAS 502b)..... | 86 |
| Figura 21: Carta de control de Calidad método Fe-AA61 (MRGeo08) | 87 |
| Figura 22: Carta de control de Calidad método Fe-AA61 (OREAS 502b)..... | 87 |
| Figura 23: Carta de control de Calidad método Zn-AA61 (MRGeo08)..... | 88 |
| Figura 24: Carta de control de Calidad método Zn-AA61 (OREAS 502b)..... | 88 |
| Figura 25: Carta de control de Calidad método Mo-AA61 (MRGeo08)..... | 89 |
| Figura 26: Carta de control de Calidad método Mo-AA61 (OREAS 502b) | 89 |
| Figura 27: Carta de control de Calidad método S-IR08 (GS398-2) | 90 |
| Figura 28: Carta de control de Calidad método S-IR08 (GS900-5) | 90 |

ÍNDICE DE DIAGRAMAS

| | |
|---|----|
| Diagrama 1: Línea de producción en el laboratorio geoquímico..... | 21 |
| Diagrama 2: Organigrama institucional de ALS S.A. | 23 |
| Diagrama 3: Flujo método GEO-4ACID (A) | 58 |
| Diagrama 4: Flujo método GEO-4ACID (B) | 59 |
| Diagrama 5: Flujo del método OA-GRA09as | 66 |

ÍNDICE DE ACRONIMOS

EIA: Evaluación impacto ambiental

EPPs: Elementos de protección personales

IEC: International electrochnical comisión

INDECOPI: Instituto nacional de defensa de la competencia y de la protección de la propiedad intelectual.

ISO: International organization for standardization

MINEM: Ministerio de energía y minas

MSDS: Material safety data sheet (ficha de datos de seguridad de materiales)

NTP: Normas técnicas peruanas

PHVA: planifica, hacer, verificar y actuar

S.A.: Sociedad anónima

UTM: sistema de coordenadas universal transversal de mercator

RESUMEN

El presente trabajo de titulación tuvo como objetivo principal el aseguramiento de calidad de resultados en los análisis de muestras geoquímicas bajo un sistema de Gestión de Calidad basado en la NTP-ISO/IEC 17025:2006 en el laboratorio ALS PERÚ S.A. es por ello que las muestras analizadas están basadas en estándares internos de la empresa para la cuales cuenta con Blancos de proceso, Material de Referencia Certificado, Material de Referencia, Estándares y Cartas de Control en el laboratorio ALS PERÚ S.A., el laboratorio de la empresa realiza ensayos de análisis de muestras geoquímicas y brinda servicios a la empresa minera Las Bambas, el cual ha visto necesario emitir resultados confiables de los análisis para la competencia del laboratorio con fines de mejora y posterior acreditación en base a la NTP-ISO/IEC 17025:2006 de tal manera que se pueda cumplir con las expectativas de sus clientes internos y externos en el mercado globalizado del sector. Finalmente se describe el trabajo que se realiza en el Laboratorio ALS PERÚ S.A. bajo un sistema de Gestión de Calidad en muestras geoquímicas y siguiendo los manuales de procedimientos ya que de esto depende la fluidez de la producción de la empresa.

Palabras clave: aseguramiento, calidad, muestras geoquímicas.

ABSTRAC

The main objective of this research work was to ensure the quality of the results in the analysis of geochemical samples under a Quality Management system based on the NTP-ISO / IEC 17025: 2006 in the ALS PERÚ S.A. laboratory, this is why the analyzed samples are based on the company internal standards for which ALS PERÚ S.A. laboratory has process blanks, certified reference material, reference material, standards and control cards. The laboratory of the company performs tests of geochemical sample analysis and provides its services to Las Bambas mining company, because of this the laboratory has found it necessary to issue reliable results of the analyzes for the competitiveness of the laboratory, for its improvement and subsequent accreditation based on the NTP-ISO / IEC 17025 : 2006 in such a way that it can meet the expectations of its internal and external clients in the globalized market of the sector. Finally, the work carried out at the ALS PERÚ S.A. laboratory is described, which is done under a Quality Management System in geochemical samples and following the procedures manuals, since the fluency of the production of the company depends on this.

Keywords: Assurance, quality, geochemical samples.

INTRODUCCIÓN

El informe a continuación presenta la importancia de cumplir con el Aseguramiento de la Calidad en los resultados en el Laboratorio es por eso que el laboratorio geoquímico certificado es muy importante tanto para el país como para las empresas mineras ya que es capaz de analizar muestras de minerales o mejor llamada geoquímicas, ofreciendo resultados de calidad, siguiendo técnicas, procedimiento y metodologías validadas por entidades correspondientes. En la empresa el manejo del equipo instrumental AA es la actividad más importante por sus grandes ventajas y beneficios en el análisis. En el laboratorio geoquímico se desarrolla diversas actividades desde el tratamiento del mineral desde su estado natural hasta el análisis e identificación de las concentraciones de los analitos presentes en las unidades de ppm, ppb y ppt. Cada una de estas actividades es de total cuidado y de vital importancia ya que de esto depende la calidad de los resultados y la fluidez de la producción de la empresa

La única forma de lograr que cualquier producto elaborado o servicio prestado por una organización (empresa, laboratorio o institución), cumpla con la calidad esperada, es que dicha organización posea un sistema adecuado y eficaz de gestión de la calidad. Desde la adopción de la calidad total por la industria japonesa en los años sesenta y desde los ochenta en los Estados Unidos, la gestión de la calidad, se ha convertido actualmente en un “modus vivendi”.

Existen dos tipos de normas por las cuales un laboratorio se puede regir: las norma ISO 9001:2008 y la ISO/IEC 17025:2006. El primero se enfoca al Sistema de Gestión basada en el esquema de proceso, donde se destaca el ciclo que va desde la responsabilidad de la Dirección, la gestión de los recursos, el proceso de transformación, análisis y mejora, hasta la satisfacción del cliente. En tanto que la norma ISO/IEC 17025:2006, se enfoca en la competencia técnica que tienen los laboratorios para realizar ensayos y brindar a sus clientes resultados de calidad: exactos, precisos y confiables

CAPÍTULO I

1. ASPECTOS GENERALES DE LA EMPRESA

1.1. UBICACIÓN GEOGRÁFICA

La empresa contratista ALS PERU S.A. se sitúa en el distrito minero Las Bambas que se encuentra ubicado a 565 Km al SE de la ciudad de Lima, 300 km al noroeste de la ciudad de Arequipa, 75 Km al SO de la ciudad de Cusco, en parte de los distritos de Challhuahuacho y Coyllurqui (provincia de Cotabambas) y Progreso (Provincia de Grau) en el departamento de Apurímac en los andes de la zona centro-sur del Perú. Las altitudes dentro del proyecto varían desde los 3700 hasta los 4650 msnm.

Se ubica en el sector norte del cuadrángulo de Santo Tomás (29-r) de la carta geológica nacional.

El Proyecto Las Bambas cuenta con un derecho especial denominado “Área de no admisión de petitorios” de 33,063 ha, dentro de la cual existen cuatro concesiones mineras que corresponden a Activos Mineros (antes Centromín) que tienen una extensión total de 1,800 ha.

- Ferrobamba 400 ha
- Chalcobamba 600 ha
- SulFOBamba 400 ha
- Charcas 400 ha

Proyecto comprende instalaciones que se ubicarán en tres áreas distintas tal como se lista a continuación:

- Área Las Bambas (consistente en la mina)
- La planta concentradora.
- Instalaciones auxiliares).

Está delimitado por la poligonal que se describe con los Sigüientes vértices:

Tabla 1: Coordenadas UTM – Las Bambas

| Punto | Norte | Este |
|-------|-----------|---------|
| P1 | 8 438 500 | 796 000 |
| P2 | 8 438 500 | 794 000 |
| P3 | 8 440 500 | 791 000 |
| P4 | 8 441 700 | 790 000 |
| P5 | 8 441 700 | 789 000 |
| P6 | 8 440 500 | 789 000 |
| P7 | 8 440 500 | 778 500 |
| P8 | 8 446 500 | 778 500 |
| P9 | 8 446 500 | 792 000 |
| P10 | 8 443 000 | 792 000 |
| P11 | 8 443 000 | 796 000 |

Fuente: EIA – Las Bambas

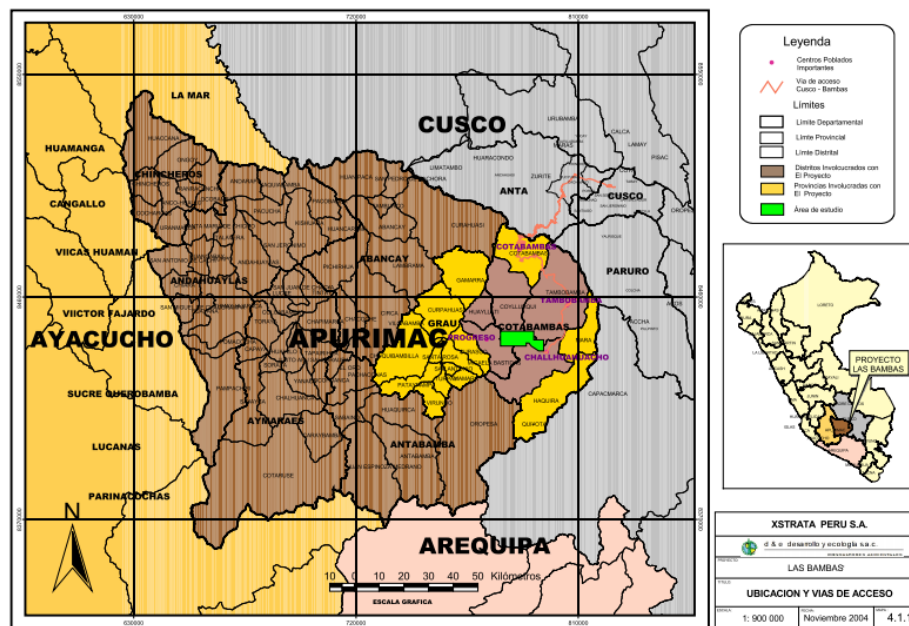


Figura 1: Ubicación geográfica Las Bambas

Fuente: MINEM – Proyecto de exploración minera Las Bambas

1.2. VÍAS DE ACCESO

Desde Lima a Cusco, vía aérea, para continuar por carretera afirmada usando una de las siguientes rutas:

- a) Cusco – Cotabambas – Ñahuinlla – Pamputa – Fuerabamba – Campamento Las Bambas.
- b) Cusco – Anta – Cotabambas – Tambobamba – Challhuahuacho – Campamento Las Bambas.
- c) Cuzco – Yaurisque – Pacarectambo – Ccoyabamba – Ccapacmarca – Sayhua – Pitiq – Mara – Pisacasa – Congota – Challhuahuacho – Campamento Las Bambas.
- d) Tintaya – Santo Tomás – Haquira – Challhuahuacho – Campamento Las Bambas.

La distancia aproximada desde la ciudad del Cusco hasta la zona de estudio es de 225 Km, de los cuales 42 Km pertenecen al trayecto de Mara - Campamento Las Bambas, el tiempo de recorrido en camioneta se estima en 6 horas.

Otra vía para acceder a la zona es usando la carretera asfaltada Lima – Nazca – Puquio – Chalhuanca, debiéndose tomar un desvío de carretera afirmada antes de Abancay, en el distrito de Lambrana (sur) para llegar a la provincia de Cotabambas.

1.3. ANTECEDENTES

1.3.1. Datos principales de la empresa.

- Nombre comercial: ALS LABORATORY GROUP
- Razón social: ALS PERU S.A.
- Dirección legal: Calle 1 Lt. 1-A Mz. D, Urb. Industrial Bocanegra, Distrito y provincia Constitucional del Callao.
- Tipo de empresa: Sociedad Anónima
- RUC: 20220964869

1.3.2. Línea de producción

- Ensayos y análisis de muestras geoquímicas

1.3.2.1. Diagrama de línea de producción



Fuente: Elaboración propia

1.3.3. Visión

Obtener un crecimiento sostenido de las utilidades anuales a través de nuestros servicios integrales de laboratorio con mayor confiabilidad, consistencia y variedad en el mercado, con precios y tiempos de entrega razonables.

1.3.4. Misión

Proveer servicios de Química Analítica y Ensayos que ayuden a nuestros clientes (compañías mineras y de exploración) a tomar decisiones informadas.

1.3.5. Valores

Nuestra empresa defiende los valores que son la base de nuestra orgullosa tradición de excelencia.

- La seguridad como prioridad
- Honestidad e integridad
- Exceder las expectativas del cliente

- Creencia en nuestra habilidad
- Trabajo duro y mejora continua
- Haciéndolo mejor
- Celebrando el éxito

Estos valores centrales son parte integral de todo lo que ALS hace y cada decisión que tomamos. Es la piedra angular de lo que nos distingue de otras compañías de servicios técnicos y son la base para el continuo crecimiento y desarrollo de la compañía.

Durante más de 40 años, el negocio de servicios de laboratorio de ALS ha estado brindando servicios a clientes de todo el mundo, ayudándolos a tomar mejores decisiones informadas.

1.3.6. Políticas

ALS es una organización comprometida con alcanzar sus metas mediante la satisfacción continua de las necesidades y expectativas de sus clientes, su personal y sus accionistas, este compromiso se materializa con las siguientes acciones:

- Proporcionando a los clientes servicios de calidad que alcanzan o exceden sus expectativas.
- Manteniendo altos estándares de ética profesional y de prácticas de laboratorio
- Revisando regularmente las operaciones para asegurar que mantienen una posición dominante en sus mercados.
- Buscando continuamente la manera de hacer nuestros procedimientos actuales más eficientes y efectivos
- Manteniendo un servicio totalmente independiente con los ítems de ensayo

CAPÍTULO II

2.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

2.1.1. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA.

El Perú, es un país que cuenta con grandes recursos mineros no renovables en toda su extensión territorial (costa, sierra y selva), los cuales son explotados por las diversas empresas mineras privadas nacionales e internacionales. Dentro del sector Minero, subsector Minería Metálica, la minería polimetálica presenta operaciones mineras que comprende la explotación y la exploración; el desarrollo de las operaciones requiere de la valorización económica de los minerales que se realizan a través del análisis químico de Au, Ag, Cu, Zn, Pb, Mo y Fe contenidas en las muestras de mineral y que representan a las zonas o lotes de mineral de tratamiento. Al ver la problemática de querer contar con resultados confiables y cada vez más exactos es necesario adoptar nuevos métodos para cumplir con las demandas que requiere el mercado de la minería y para ello es provechoso contar con las certificaciones que te brindan estas instituciones a nivel mundial.

La evaluación de los resultados en el laboratorio es un mecanismo diseñado para detectar, reducir y corregir posibles deficiencias analíticas internas, antes de emitir un resultado, también tomando en cuenta la competencia del personal en el uso y manipulación adecuada de los equipos y reactivos. Teniendo como finalidad incrementar la confiabilidad y calidad de los resultados emitidos por el laboratorio para un determinado método de ensayo considerando la temperatura y el tiempo; así mismo reducir el tiempo de espera de los resultados emitidos, que serán datos verídicos y confiables.

Es por ello que se debe realizar los procedimientos adecuados de análisis de muestras geoquímicas bajo un sistema de Gestión de Calidad y basado en la Norma Técnico Peruana NTP ISO/IEC 17025:2006 con base en la Norma Internacional ISO 9001:2008.

2.1.2. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA GENERAL

- ¿De qué manera se asegura la calidad de los resultados en los análisis de muestras geoquímicas en el laboratorio ALS PERU S.A. – Fuerabamba, Apurímac?

2.1.3. FORMULACIÓN DE PROBLEMAS ESPECÍFICOS

- ¿Por qué realizar lecturas de los análisis de muestras geoquímicas con la técnica instrumental?
- ¿De qué manera los resultados de los análisis de las muestras geoquímicas obtenidos serán confiables?
- ¿De qué manera se adaptará las actividades actuales a los requisitos requeridos por Norma Técnico Peruana NTP-ISO/IEC 17025:2006, relacionados a los laboratorios de ensayo y calibración?

2.2. OBJETIVOS

2.2.1. OBJETIVOS GENERALES

- Asegurar la calidad de los resultados en los análisis de muestras geoquímicas en el laboratorio ALS PERU S.A. – Fuerabamba, Apurímac.

2.2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar lecturas de los análisis de muestras geoquímicas por la técnica instrumental.
- Comparar los resultados obtenidos con respecto a los valores de los estándares establecidos en el laboratorio.
- Adaptar las actividades actuales a los requisitos requeridos por Norma Técnico Peruana NTP-ISO/IEC 17025:2006, relacionados a los laboratorios de ensayo y calibración.

CAPÍTULO III

3. MARCO TEÓRICO

Hoy en día las empresas peruanas viven un desarrollo moderno enmarcado en un proceso de globalización en donde se busca romper barreras económicas tanto en el mercado local como internacional. Es por este motivo que las empresas buscan métodos y herramientas para cubrir las expectativas del cliente como también contar con ventajas sobre sus competidores, el cual la implantación de un sistema de gestión de calidad es el camino que están siguiendo la mayoría de las organizaciones.

Por lo tanto, previamente a nuestro estudio, es necesario exponer los conceptos que se relacionan con este sistema.

3.1. CALIDAD: DEFINICIONES, EVOLUCIÓN Y SISTEMA

3.1.1. CONCEPTOS GENERALES

La calidad tiene diferentes definiciones o enunciados que han ido evolucionando de acuerdo a la percepción de los gurús de la calidad. Algunos la definen como un proceso que comienza por el conocimiento de las necesidades de los clientes, para la satisfacción de las mismas. Otros manifiestan que es una propiedad o conjunto de propiedades relacionados a algo, que permiten juzgar su valor.

Deming (1989) dice que la calidad es la satisfacción del cliente y no es otra cosa más que una serie de cuestionamientos hacia una mejora continua; mientras que para (Crosby, 1991) la calidad es simplemente el cumplimiento de requisitos. Esto también nos lleva a la definición planteada por la norma ISO 9000 como la integración de las características que determinan en qué grado un producto satisface las necesidades de su consumidor.

De las múltiples definiciones del término, ninguna puede considerarse como la mejor, sino más bien cada una de estas definiciones se debe de adaptar a diferentes objetivos estratégicos de la empresa. Por ello, según lo expuesto en el libro “Introducción a la Gestión de la Calidad”, podemos agrupar estas definiciones en cinco categorías:

3.1.1.1. Enfoque trascendente

En este enfoque el libro “Introducción a la Gestión de la Calidad” (Miranda, 2007) dice que “El concepto más antiguo y utilizado de calidad es el de “excelencia”; es decir, “lo mejor”, remontándose ya a los filósofos griegos (para Platón la excelencia era algo absoluto, la más alta idea de todo). Este concepto es el más genérico ya que puede aplicarse a productos, proceso, empresas, etc.

La calidad como excelencia tiene como objetivo lograr una integración de esfuerzo entre los miembros de una organización, para el mejor producto en cuanto a sus características.

3.1.1.2. Enfoque basado en el producto

En este enfoque, el libro “Introducción a la Gestión de la Calidad” dice que “la calidad es función de una variable específica y medible, de forma que las diferencias en calidad reflejan diferencias en la cantidad de algún ingrediente o atributo del producto”.

3.1.1.3. Enfoque basado en el cliente

En este enfoque, el libro “Introducción a la Gestión de la Calidad” dice que “un producto será de calidad si satisface o excede las expectativas del cliente”.

3.1.1.4. Enfoque basado en la producción

En este enfoque, “Introducción a la Gestión de la Calidad” se consideran que la calidad es la conformidad con los requerimientos, con las especificaciones de fabricación (Crosby, 1992 y Deming, 1989).

3.1.1.5. Enfoque basado en el valor

En este enfoque, (Miranda, 2007) nos menciona que la calidad de un determinado producto no se puede desligar de su precio y costo.

De lo expuesto anteriormente, podemos llegar a la conclusión, que el concepto de calidad es el grado de cumplimiento de las necesidades y expectativas para el cliente, cuya finalidad es la satisfacción. Este logro permitirá a la empresa contar con una gran ventaja sobre sus competidores.

3.1.2. EVOLUCIÓN DEL ENFOQUE DE CALIDAD

Bounds (1994) nos menciona que el enfoque de calidad ha evolucionado a través de cuatro eras: La inspección (siglo XIX), la era de control estadístico del proceso (década de los treinta), la del aseguramiento de la calidad (década de los cincuenta) y la era de la administración estratégica de la calidad total (década de los noventa).

Miranda (2007) dice que la evolución del enfoque de la calidad, al igual que (Bounds, 1994), se da a través de cuatro eras: Inspección, Control de calidad, Aseguramiento de calidad y Gestión de la calidad total.

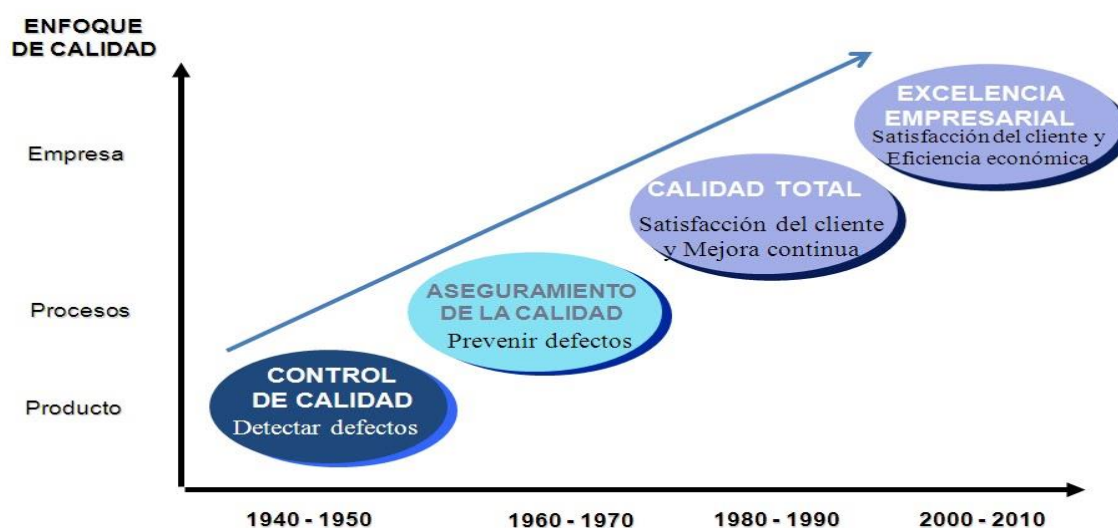


Figura 2: Evolución del enfoque de calidad

Fuente: Miranda 2007

3.1.2.1. Inspección

Miranda (2007) menciona que la gestión de calidad comienza con la inspección, cuyo propósito es la medición de ciertas características de un determinado producto, podamos identificar defectos del mismo.

Además, dice que “este enfoque surge con la revolución industrial, existiendo personas responsables de inspeccionar la calidad de los productos, así como una separación entre las labores de producción y de inspección, siendo el inspector de calidad el único responsable de la calidad”.

James (1997) dice que este enfoque surgió durante la revolución industrial, ya que se contaban con especialistas para encontrar defectos en los productos que se fabricaban.

3.1.2.2. Control de la calidad

Miranda (2007) dice que a medida que el volumen de producción y el grado de complejidad de los productos se incrementaba, la inspección de los productos resultaba más complicada y mucho más costosa, lo que condujo a la aparición de un nuevo enfoque: El control de calidad, en el que se recurrió técnicas estadísticas basadas en el muestreo.

Por ello, Walter Shewhart, desarrollo en 1924 los conceptos básicos del control estadístico de la calidad.

3.1.2.3. Aseguramiento de la calidad

Juran (1990) dice que este enfoque surgió a principios de los años cincuenta, y (Cantú, 2006) nos menciona que el concepto del aseguramiento de la calidad se fundamentaba en que el proceso de manufactura requiere de servicios de soporte de calidad, por lo que se debían coordinar esfuerzos entre las áreas de producción y diseño de producto, ingeniería de proceso, abastecimiento, laboratorio, entre otras.

Miranda (2007) dice que el control estadístico de la calidad también tiene implicancias fuera del departamento de producción, afectando a la totalidad de la organización; es así que surge un nuevo enfoque de gestión de la calidad que se denomina aseguramiento de la calidad.

3.1.2.4. Gestión de la Calidad Total

James (1997) menciona en su libro, que la primera vez que se habló sobre este enfoque fue alrededor de los años cincuenta, cuando un grupo de expertos, encabezado por Deming, lo mencionaron. Además, define la gestión de la calidad total como una filosofía de dirección generada por una orientación práctica que ilustra el compromiso de crecimiento y de supervivencia organizativa.

Miranda (2007) menciona que la gestión de calidad total engloba todos los procesos de la organización y a todas las personas que la componen tratando de obtener una mejora continua en los procesos que lleve a una satisfacción del cliente.

En la Tabla 2 se detalla el resumen y la comparación de los distintos enfoques de la gestión de calidad:

Tabla 2: Comparación entre los enfoques de la gestión de la Calidad

| Características | Enfoques de la gestión de la calidad | | | |
|-----------------------------|--|--|--|--|
| | Inspección | Control | Aseguramiento | Calidad total |
| Objetivo | Detección de defectos. | Control de productos y procesos. | Organización y coordinación. | Impacto estratégico de la calidad. |
| Visión de la calidad | Problema a resolver. | Problema a resolver. | Problema a resolver de forma activa. | Oportunidad para alcanzar una ventaja competitiva. |
| Énfasis | En el suministro informe de componentes. | En el suministro informe de componentes. | En la totalidad de la cadena de valor añadido. | En el mercado y en las necesidades del cliente. |
| Métodos | Fijación de estándares y medición. | Muestras y técnicas estadísticas. | Programas y sistemas. Planificación estratégica. | Planificación estratégica. |
| Responsabilidad | Departamento de inspección. | Departamento de producción. | Todos los departamentos. | La dirección de forma activa, y con ella, el resto de la organización. |
| Orientación | Producto. | Proceso. | Sistema. | Personas. |
| Enfoque | La calidad se comprueba. | La calidad se comprueba. | La calidad se produce. | La calidad se gestiona. |

Fuente: Miranda, Chamorro & Rubio (2007)

3.2. SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD

Los Sistemas de Gestión de Calidad son un conjunto interrelacionado de elementos (métodos, procedimiento, instrucciones, etc.), mediante los que la organización planifica, ejecuta y controla determinadas actividades relacionadas con los objetivos que desea alcanzar. Es así que una estrategia de toda organización es crear una misión, visión, valores y políticas que les permita una guía a seguir en el logro de sus propósitos según (Miranda, 2007).

Durante las últimas décadas, organizaciones de todo el mundo se han preocupado cada vez más en satisfacer eficazmente las necesidades de sus clientes, pero las empresas no contaban en general con literatura sobre calidad que les indicara de qué forma exactamente podían alcanzar y mantener la calidad de sus productos y servicios. De forma paralela, las tendencias crecientes del comercio entre naciones reforzaban la necesidad de contar con estándares universales de la calidad. Sin embargo, no existía una referencia estandarizada para que las organizaciones de todo el mundo pudieran demostrar sus prácticas de calidad o mejorar sus procesos de fabricación o de servicio.

Es por ello, que las normas son un modelo, un patrón, ejemplo o criterio a seguir. Una norma es una fórmula que tiene valor de regla y tiene por finalidad definir las características que debe poseer un objeto y los productos que han de tener una compatibilidad para ser usados a nivel internacional según (Miranda, 2007).

3.3. NORMAS ISO 9000

Vértice (2010) nos menciona que la familia de Normas ISO 9000 son normas de calidad y gestión continua de calidad, establecidas por la Organización Internacional para la Estandarización (International Standard Organization - ISO) que se pueden aplicar en cualquier tipo de organización o actividad sistemática, que esté orientada a la producción de bienes o servicios. Se componen de estándares y guías relacionados con sistemas de gestión y de herramientas específicas como los métodos de auditoría, proceso que consiste en verificar que los sistemas de gestión cumplan con lo especificado en la norma.

Su implantación en estas organizaciones, aunque supone un duro trabajo, ofrece una gran cantidad de ventajas para las empresas, entre los que se cuentan:

- Mejorar la satisfacción del cliente.

- Mejorar continuamente los procesos relacionados con la calidad.
- Reducción de rechazos e incidencias en la operación o prestación del servicio.
- Aumento de la productividad.

La serie de norma ISO 9000 consta de:

- ISO 9000, que establece los conceptos, principios, fundamentos y vocabulario de sistema de gestión de calidad.
- ISO 9001, que establece los requisitos por cumplir y es la única norma de certificación.
- ISO 9004, que proporciona una guía para mejorar el desempeño en el sistema de gestión de calidad.

3.3.1. NORMA ISO 9001:2008

Nava (2009) menciona que la Norma ISO 9001:2008 elaborada por la (ISO), especifica los requisitos para un Sistema de gestión de la calidad (SGC) que pueden utilizarse para su aplicación interna por las organizaciones, sin importar si el producto o servicio lo brinda una organización pública o empresa privada, cualquiera sea su tamaño, para su certificación o con fines contractuales. La Norma ISO 9001 tiene origen en la Norma BS 5750, publicada en 1979 por la Entidad de Normalización Británica, British Standards Institution (BSI). La versión actual de ISO 9001 (la quinta) ya se encuentra aprobada por el comité ISO/TC 176, se expresa como ISO 9001:2015.

Versiones ISO 9001 hasta la fecha:

- Quinta versión: la actual DIS ISO 9001:2015 (23-09-16)
- Cuarta versión: ISO 9001:2008 (15/11/2008)
- Tercera versión: ISO 9001:2000 (15/12/2000)
- Segunda versión: ISO 9001:94 - ISO 9002:94 - ISO 9003:94 (01/07/1994)

NOTA: Esta norma es la única que puede certificar dentro de la familia ISO 9000.

3.3.2. ESTRUCTURA DE LA NORMA NTP ISO/IEC 17025:2006

La calidad de un Laboratorio de Ensayo y Calibración, basada en la norma NTP ISO 17025, se fundamenta en cuatro aspectos fundamentales: Política de calidad, Garantía de calidad, Evaluación de calidad y Control de calidad; además de apoyarse en

una serie de recursos y herramientas técnicas. En la siguiente tabla se visualiza esta estructura.

Tabla 3: Estructura de la Calidad

| Requisitos de Gestión | Requisitos Técnicos |
|---|--|
| 4.1. Organización | 5.1. Generalidades |
| 4.2. Sistema de gestión de la calidad | 5.2. Personal |
| 4.3. Control de la documentación | 5.3. Instalaciones y condiciones ambientales |
| 4.4. Revisión de pedidos, ofertas y contratos | 5.4. Métodos de ensayo y calibración y validación de métodos |
| 4.5. Servicios de subcontratación | 5.5. Equipos |
| 4.6. Compra de servicios y suministros | 5.6. Trazabilidad de las medidas |
| 4.7. Servicio al cliente | 5.7. Muestreo |
| 4.8. Quejas | 5.8. Manipulación de objetos de ensayo |
| 4.9. Control de ensayo no conformes | 5.9. Aseguramiento de la calidad |
| 4.10. Mejora | 5.10. Informe de los resultados |
| 4.11. Acciones correctivas | |
| 4.12. Acciones preventivas | |
| 4.13. Control de registros | |
| 4.14. Auditorías internas | |
| 4.15. Revisión por la dirección | |

Fuente: NTP ISO 17025

Esta norma tiene cinco capítulos: *Ámbito de Aplicación*, *Referencias normativas*, *Términos y definiciones*, *Requisitos Relativos a la Gestión* y *Requisitos Técnicos*.

Contempla una serie de requisitos agrupados en 25 secciones: Las 15 primeras relativos a la *Gestión* y otras 10 secciones que tienen enfoque técnico y contienen los requisitos que el laboratorio debe cumplir para demostrar su competencia técnica y asegurar la validez de sus resultados.

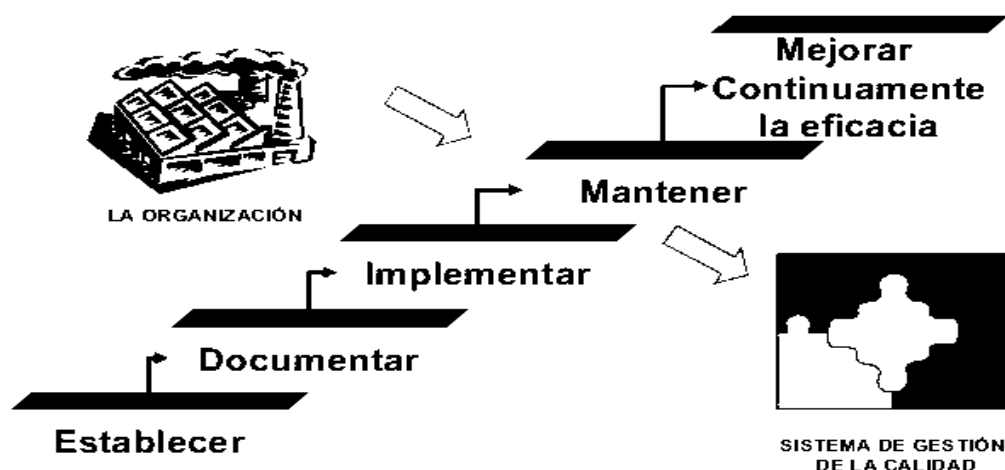


Figura 3: Requisitos de Calidad

Fuente: ISO 9001:2015

Cada uno de las secciones está basado en el “Círculo de Deming o PHVA”; acrónimo de Planificar, Hacer, Verificar, Actuar.

3.4. BENEFICIOS INTERNOS DE IMPLEMENTAR UN SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD

Conseguir la acreditación ISO 17025 impulsará la reputación del laboratorio, demostrando compromiso con la eficiencia operativa y las prácticas de gestión de la calidad. Al verificar la calidad, capacidad y conocimientos de su laboratorio, esta norma también elimina la necesidad de auditorías de proveedores independientes, ahorrándoles a ambas partes tiempo y dinero. Además de hacerle ganar en confianza sobre sus decisiones; la ISO 17025 también les da a los clientes y a su cadena de suministro una garantía absoluta de su integridad, mejorando su reputación y abriendo las oportunidades de presentación a licitaciones a escala global. La ISO 17025 ayuda a su laboratorio a mejorar los estándares de calidad de las siguientes maneras:

- Establece determinados estándares y controles de calidad, para autenticar los métodos, analizar las estadísticas y controlar los datos.
- Evaluación del personal, los métodos, el equipamiento, la calibración y la elaboración de informes, para garantizar la validez de los resultados de pruebas
- Aumenta la atribución de responsabilidades entre el personal y acota claramente las responsabilidades individuales

- Miranda (2007) expone los siguientes beneficios que una organización obtendrá al implementar un sistema de gestión de calidad:
- Mejora de la eficiencia.
- La mejora de los documentos.
- El incremento de la conciencia sobre las acciones correctivas y preventivas.
- La mayor concienciación por la calidad.
- El reforzamiento de la comunicación interna.
- El incremento de la motivación de los empleados.
- La mejora de la responsabilidad.
- La disminución de los conflictos entre los empleados.

3.5. BENEFICIOS EXTERNOS DE IMPLEMENTAR UN SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD

También (Miranda, 2007) expone en su libro los siguientes beneficios externos que una organización obtendrá al implementar un sistema de gestión de calidad:

- El mantenimiento en el mercado.
- El incremento de la satisfacción de los clientes y su fidelización.
- La captación de nuevos clientes.
- Reducción de auditorías realizadas por los clientes.
- La mejora de la imagen de la organización.
- Mayor calidad percibida y ventaja competitiva.
- Reducción de quejas.
- Mejores relaciones con los proveedores.

3.6. RAZONES PARA CERTIFICARSE Y/O ACREDITARSE

Vértice (2010), nos dice que las razones por el cual las empresas quieren obtener una certificación ISO son las siguientes:

- Distinción de los competidores: Las compañías implantan estas normas a fin de mantenerse a la par de los competidores certificados, y para distinguirse de los que no lo están.
- Exigencia a proveedores: Hoy en día es muy común que los clientes esperen que sus proveedores estén certificados en dicha norma. Los clientes exigen como condición que las compañías se certifiquen por lo menos en la norma

ISO 9001 antes de hacerles una orden de compra. Como consecuencia de esto y a pesar de que las normas ISO 17025 no estipulan de manera específica la certificación del sistema de calidad de los subcontratistas, cada vez son más las compañías que solicitan a éstos que lo hagan.

- **Barreras legales o estímulos:** Por ejemplo, para las compañías extranjeras cuyos productos están sujetos a las directrices de las normas internacionales de calidad, la certificación en las normas ISO 9000 es un requisito legal que deben cumplir a fin de poder entrar en el mercado internacional. La certificación también puede ayudar a que una compañía satisfaga una orden reglamentaria de su propio país.
- **Mejora interna:** Aunque la presión externa del mercado ha estimulado a muchas compañías para certificarse en las normas ISO 9000 y acreditarse en la norma ISO 17025, otras organizaciones han adoptado dichas normas con el fin de obtener beneficios internos. Con frecuencia, las compañías que han implantado las normas descubren que las mejoras internas alcanzadas en el trabajo y en la calidad de sus productos o servicios.

3.7. PRINCIPIOS DE LA GESTIÓN DE CALIDAD

Vértice (2010) nos dice que los principios de gestión de la calidad, de acuerdo a lo indicado en la norma ISO 9001:2008 son los siguientes:

1) Enfoque al cliente: Las organizaciones dependen de sus clientes, por lo tanto, deben comprender sus necesidades actuales y futuras, satisfacer sus requisitos y esforzarse en exceder sus expectativas.

2) Liderazgo: Los líderes establecen la unidad de propósito y la orientación de la organización. Deben crear y mantener un ambiente interno, en el cual el personal pueda llegar a involucrarse en el logro de los objetivos de la organización.

3) Participación del personal: El personal, a todos los niveles, es la esencia de la organización, y su total compromiso posibilita que sus habilidades sean usadas para el beneficio de la organización.

4) Enfoque basado en procesos: Un resultado deseado se alcanza más eficientemente cuando las actividades y los recursos relacionados se gestionan como un proceso. En el punto 3.8 detallaremos más sobre este enfoque.

5) Enfoque de sistema para la gestión: Identificar, entender y gestionar los procesos interrelacionados como un sistema, contribuye a la eficacia y eficiencia de la organización en el logro de sus objetivos.

6) Mejora continua: La mejora continua del desempeño global de la organización, debe de ser un objetivo permanente de esta.

7) Enfoque basado en hechos para la toma de decisiones: Las decisiones eficaces se basan en el análisis de los datos y en la información previa.

8) Relaciones mutuamente beneficiosas con el proveedor: Una organización y sus proveedores son interdependientes, y una relación mutuamente beneficiosa aumenta la capacidad de ambos para crear valor.

3.8. ENFOQUE DEL SISTEMA BASADO EN PROCESOS

Se ha presentado los principios fundamentales de calidad y cómo estos se convierten en los pilares que soportan un sistema de gestión de calidad, los mismos que de manera conjunta con un enfoque basado en procesos, permite que la organización inicie una estructura organizacional nueva que repercuta en el logro de sus objetivos.

Se dice que el proceso es una actividad o conjunto de actividades que utiliza recursos y que se gestiona con el fin de permitir que los elementos de entrada se transformen en resultados. Este concepto permite identificar las tareas en donde las áreas interactúan entre sí y genera una valorización del resultado, ya que se interioriza un comportamiento de trabajo en equipo y un compromiso por la calidad y la satisfacción del cliente interno.

De ahí que la norma ISO 9001:2008 indica que la aplicación de un sistema que se gestiona por procesos y que de manera conjunta se interactúa entre ellos puede denominarse como un “enfoque basado en procesos”.

El significado del enfoque basado en procesos en adición a la interacción de los procesos suma también los principios de calidad y toma en cuenta el concepto de la mejora continua como pieza fundamental para la eficacia del sistema.

Para conseguir el enfoque de un sistema de gestión de la calidad basado en procesos, la organización debe de mapear sus actividades basados en el ciclo de la mejora continua o también conocido como el “Circulo de Deming” (Ver Figura 4).

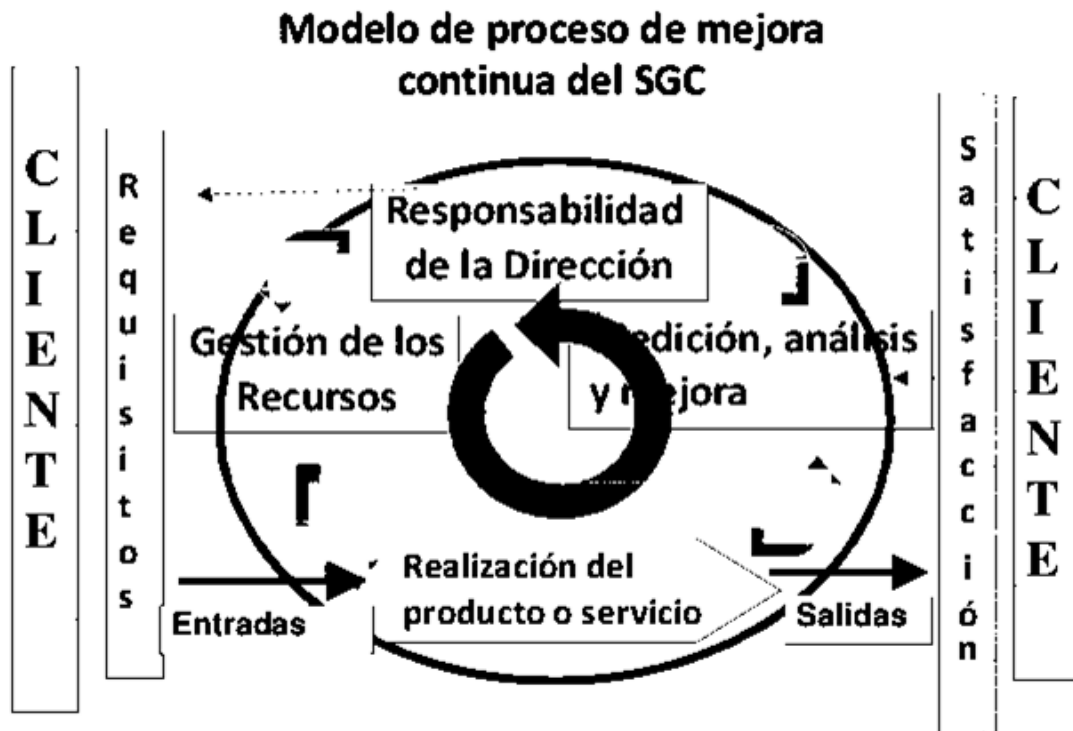


Figura 4: Modelo de un sistema de gestión de la calidad basado en procesos

Fuente: ISO 9001:2008

Se puede apreciar que el sistema se describe como un proceso. En primer lugar, la entrada está conformada por las partes interesadas llamados clientes en donde se identifica sus requerimientos correctamente y con el compromiso de cumplir con la calidad, tiempo y valor agregado que se espera. Luego, como segundo lugar, la salida en donde se indica la satisfacción de las partes interesadas y que corrobora que el sistema se centra en la calidad del servicio que se brinda al cliente.

3.9. ACREDITACIÓN DE LABORATORIOS DE ENSAYO

Es un reconocimiento legal de que un laboratorio es competente para ejecutar pruebas o ensayos específicos. Esta acreditación es otorgada a un laboratorio después de una evaluación de campo del sistema de gestión implementando, así como de la evaluación de la aptitud específica de analistas para producir resultados confiables.

El proceso de acreditación se sustenta en los resultados obtenidos en la evaluación, a cargo de un equipo evaluador, que consta de un evaluador líder y de expertos técnicos por campos de prueba a los que aplica el laboratorio. La evaluación del laboratorio incluye tanto la competencia técnica como su integración con el sistema

de gestión ISO/IEC 17025:2006. También deben de ser evaluados los requerimientos técnicos de cada método en particular.

Una vez que se ha reconocido la competencia técnica de un laboratorio de ensayo para un determinado número de pruebas o ensayos, el laboratorio puede emitir los denominados “informes de ensayo oficiales”, que son informes de ensayo que aparte del logo que identifica a la organización aplicante, disponen del logo de INACAL como signo que la competencia técnica está garantizada por éste. Cabe señalar al respecto que INACAL dispone de directrices específicas para la forma tamaño, información y letra que debe contener su logo en un informe de ensayo en particular (INACAL, 2015).

3.10. NTP ISO/IEC 17025:2006

La norma ISO/IEC 17025:2005 es la versión internacional vigente de la norma específica aplicable a laboratorios de ensayo. El comité técnico de normalización de evaluación de la conformidad emitió la correspondiente norma técnica peruana en el año 2006, haciendo uso o adopción del sistema, de manera tal que el equivalente al estándar internacional es la NTP-ISO/IEC 17025:2006 denominada “Requisitos para la competencia de Laboratorios de calibración y ensayo” (INDECOPI, 2006)

Esta norma es un instrumento de adhesión voluntaria, perteneciente al campo de evaluación de la conformidad, que contiene los requisitos mínimos que deberían cumplir los laboratorios de ensayo y de calibración que deseen demostrar que son técnicamente competentes y que son capaces de generar resultados técnicamente válidos.

Panorámicamente la NTP-ISO/IEC 17025 comprende 5 cláusulas:

- Cláusula 1: Objetivo y campo de aplicación (de la norma NTP-ISO/IEC 17025: 2006).
- Cláusula 2: Referencias Normativas (detalla referencias de otras normas o documentos normativos que deben ser consultados para una interpretación de la norma).
- Cláusula 3: Términos y definiciones (donde por lo general las normas definen conceptos específicos relacionados o necesarios en el contexto de su alcance).

- Cláusula 4: Requisitos de Gestión (donde se establecen los requisitos mínimos a considerar para que un laboratorio organice su forma de administrar sus procesos).
- Cláusula 5: Requisitos Técnicos (donde se establecen los requisitos específicos relacionado a los factores que influyen en el resultado del ensayo o calibración).

La cláusula 4 establece los requisitos para una gestión sólida. La cláusula 5 establece los requisitos para la competencia técnica en los tipos de ensayos o de calibraciones que el laboratorio lleva a cabo.

Los laboratorios de ensayo y calibración que cumplen esta norma internacional funcionarán también de acuerdo a la norma ISO 9001 ya que la NTP-ISO/IEC 17025:2006 se encuentra armonizada con la norma ISO 9001.

3.11. PROGRAMA DE CONTROL DE CALIDAD

Un Programa Consistente de Control de Calidad comprende los siguientes aspectos:

3.11.1. CERTIFICACIÓN DE LA COMPETENCIA DEL OPERADOR

Es conveniente que el laboratorio cuente con un procedimiento que defina las actividades a efectuar para declarar, certificar o autorizar que un analista es competente para la ejecución de un determinado ensayo. Para ello debería tener en cuenta lo siguiente:

- Exactitud
- Precisión
- Diferentes muestras del producto
- Diferentes niveles de concentración

3.11.2. ANÁLISIS DE DUPLICADOS

Cuando la mayoría de muestras poseen niveles medibles del constituyente a determinar, el análisis de las muestras por duplicado es efectivo para evaluar la precisión.

Es recomendable efectuar el análisis de duplicados y de adiciones conocidas en matrices representativas de las muestras que se analizan en el laboratorio.

3.11.3. MANTENIMIENTO DE GRÁFICOS DE CONTROL

Básicamente una carta de control es una representación gráfica de los resultados obtenidos de un material de control introducido en el análisis de rutina con una frecuencia preestablecida, para evidenciar deficiencias en el proceso analítico e incorporar las acciones correctivas pertinentes tan pronto como sea posible.

Se puede utilizar como muestra de control los siguientes materiales:

- Material de Referencia (Certificado); material natural o sintético cuyo contenido es determinado a través de estrictos procesos de validación (estudios colaborativos).
- Solución estándar; solución de un patrón de pureza conocida en un disolvente adecuado, también de pureza conocida. El patrón debe pesarse con una precisión de al menos 0.1%.
- Blanco reactivo; material libre de los componentes que se quieren determinar y que se somete al mismo proceso que las muestras de rutina.

Seleccionar los gráficos de control que se consideren necesarios para el control completo del proceso analítico y determinar el periodo de control.

Se recomienda que para la construcción de los gráficos de control se emplee 25 datos aproximadamente obtenidos en un periodo de tiempo razonable.

3.11.3.1. Cartas de control de precisión

La variabilidad del proceso puede monitorearse con una carta de control para la desviación estándar, o llamada carta S, o bien con una carta de control para el rango, llamada carta R. La carta R se usa con mayor frecuencia.

a) Carta R (rango):

La variabilidad del proceso puede monitorearse graficando los valores del rango muestral R en una carta de control. Se consideran algunos criterios para definir estados fuera de control de este tipo de gráficos:

- Un punto por encima de la línea de control.
- Siete puntos consecutivos mostrando una tendencia positiva o negativa.
- Siete puntos consecutivos por encima de la línea de R.
- Cuando se observen ciclos.

b) Carta S (desviación estándar):

Aun cuando es muy común la utilización de las cartas X y R, en ocasiones es deseable estimar la desviación estándar del proceso directamente en vez de indirectamente mediante el uso del rango R.

Esto lleva a las cartas de control X y S, donde S es la desviación estándar muestral. En general, las cartas X y S son preferibles a sus contrapartes más familiares, las cartas X y R, cuando el tamaño de la muestra n es moderadamente grande.

3.11.4. GLOSARIO

A fin de poder establecer como mayor claridad el Plan para la Implementación del sistema de gestión de la calidad, es importante conocer cada una de las terminologías aplicadas en la norma NTP ISO/IEC 17025:2006, que permitirá una aplicación eficiente y eficaz del sistema. Para ello, las definiciones se basan en lo descrito en la norma ISO 9000 “Términos y Definiciones” y en la norma ISO 17000.

- “Estandarización: Es el proceso de elaboración, aplicación y mejora de las normas que se aplican a distintas actividades científicas, industriales o económicas con el fin de ordenarlas y mejorarlas”.
- “ISO: Organización internacional para la normalización”.
- “Auditoria: Proceso sistemático, independiente y documentado para obtener evidencias de la auditoria y evaluarlas de manera objetiva con el fin de determinar la extensión en que se cumplen los criterios de auditoría”.
- “Control de Calidad: Conjunto de técnicas y actividades de carácter operativo, utilizadas para verificar los requisitos relativos a la calidad del producto o servicio”.
- “Desempeño: Grado de eficacia de la prestación de servicios y eficiencia en la asignación y utilización de recursos para proporcionar esos recursos”.
- “Efectividad: Es el logro de los objetivos planeados”.
- “Eficacia: Es la medida del grado de cumplimiento de los objetivos propuestos, también se puede decir que la eficacia es el cumplimiento al ciento por ciento de los objetivos planeados”.
- “Eficiencia: Es la relación entre los resultados alcanzados y los recursos utilizados”.

- “Gestión de la calidad: Actividades coordinadas para dirigir y controlar una organización en lo relativo a calidad”.
- “Sistema de gestión: Sistema para establecer la política y los objetivos para lograr dichos objetivos”.
- “Sistema de Gestión de la Calidad: Sistema de gestión para dirigir y controlar una organización respecto a la calidad”.
- “Servicio: Organización y personal destinado a satisfacer necesidades del público o de alguna entidad pública o privada”.
- “Norma: Es por definición un documento establecido por consenso y aprobado por un organismo reconocido que provee, para el uso común y repetitivo, reglas, directrices o características para actividades o resultados, dirigidos a alcanzar el nivel óptimo de orden en un concepto dado”.

3.12. PARAMETROS DE VALIDACION

La estadística aplicada y los conceptos generales de Gestión de Calidad, integran la base indispensable para la construcción del Sistema de Calidad de Laboratorio. Puede decirse entonces que esta rama de las matemáticas es el instrumento que “mide” la Calidad de los resultados analíticos, siguiendo siempre los lineamientos generales de la norma Internacional ISO/IEC 17025, máximo referente en cuanto a requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.

A continuación, definimos los conceptos de los parámetros de validación de ensayos.

Para el presente trabajo se estará desarrollando solo dos de ellos.

a) **Veracidad**

Grado de concordancia existente entre el valor medio obtenido de una gran serie de resultados y un valor aceptado como referencia.

b) **Precisión**

Grado de concordancia existente entre los resultados independientes de un ensayo, obtenidos en condiciones estipuladas.

c) **Selectividad/especificidad**

Es el grado por el cual un método puede determinar un analito particular dentro de una mezcla compleja, sin ser interferido por otros componentes de la mezcla.

1. Límite de detección

Es la menor cantidad de un analito en una muestra la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada con un valor exacto.

2. Límite de cuantificación

Es la concentración mínima que puede determinarse con un nivel aceptable de exactitud.

3. Linealidad.

Es la relación entre la concentración de un analito y respuesta del método, denominada comúnmente curva patrón o curva de calibración.

4. Rango de trabajo

Es el intervalo entre la más alta y más baja concentración del analito de la muestra, para la cual se ha demostrado que el método analítico tiene un nivel apropiado de precisión, veracidad y linealidad.

5. Sensibilidad

Es el cambio en la respuesta de un instrumento de medida dividido por el cambio correspondiente en el estímulo.

6. Robustez

Es la medida de la resistencia de un método al cambio de respuesta cuando se introducen pequeñas variaciones en el procedimiento.

7. Incertidumbre

Un parámetro asociado con el resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser atribuidos razonablemente al resultado.

CAPITULO IV

4. OPERACIONES DEL LABORATORIO

4.1. GENERALIDADES

Control de las operaciones de laboratorio ALS es un grupo consultor de laboratorio cuya función principal es proveer a los clientes con análisis químico de muestras geológicas y productos de su procesamiento industrial. Los principales clientes del grupo son compañías de recursos, consultores, servicios públicos, productores y compañías pertenecientes a la industria minero metalúrgica.

La experiencia técnica de la compañía está concentrada predominantemente en las áreas de análisis de minerales. Algunos laboratorios tienen capacidades multifuncionales, mientras que otros están limitados a una sola área de experiencia. Los laboratorios multifuncionales se aseguran que exista efectiva separación de actividades incompatibles y que se tomen medidas apropiadas para prevenir la contaminación cruzada.

4.2. PERSONAL DE LABORATORIO

Competencia del personal a través de capacitaciones y cursos que se dan de forma estricta para las diversas áreas del laboratorio. Todo el personal de laboratorio tiene responsabilidades específicas en las siguientes áreas:

4.2.1. OPERACIONES FÍSICAS

Las operaciones de preparación de muestras de minerales van a ir en función del tipo de muestra que se considere ya sea suelo, sedimento, roca, pulpa, etc.

4.2.1.1. Secado de la muestra

Todas las muestras que requieren preparación previamente son secadas antes de comenzar el trabajo, esto previene que el material se adhiere al equipo de chancado y pulverizado. Secar a altas temperaturas puedes causar pérdida parcial de Hg en muestras de tipo suelos, sedimentos, pulpas.

En las pulpas la temperatura de secado no debe exceder $60^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$. Y para las rocas, suelos y sedimentos son secadas a $110^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$.

4.2.1.2. Chancado de la muestra

La muestra es chancada antes de proceder a realizar cualquier subdivisión. El tamaño de la partícula debe ser reducida al tamaño nominal de 2mm. Es particularmente crítico para la muestra que puede contener oro grueso, molibdenita casiterita. Se puede utilizar una chancadora Terminator o Rhino u otro tipo que sea apropiada.

4.2.1.3. Cuarteo de la muestra

El cuarteo se realiza con la finalidad de homogenizar la muestra, dividiendo en dos o más fracciones de idéntica composición. Se puede realizar usando un cuarteador de Riffle o un cuarteador rotatorio.

Para obtener una muestra representativa uniforme es importante que la carga de muestra caiga sobre toda la longitud del cuarteador. Esto asegura que cada partícula tenga la misma opción de caer a la derecha o izquierda de las bandejas. Por eso la bandeja de muestras debe ser igual tamaño del cuarteador y la muestra debe distribuir en la bandeja antes de cuartear.

4.2.1.4. Pulverizado de la muestra

Usualmente este es el paso final en el proceso de la preparación de la muestra. El objetivo es producir un producto homogéneo de un tamaño de partícula muy fina que sean usadas para los análisis químicos.

4.2.1.5. Tamizado de muestra

El tamizado es utilizado para separar muestras en varias fracciones usando una malla hecha de nylon o de acero inoxidable. Las mallas de bronce (color amarillo) no deben ser usadas debido a la contaminación por Cu y Zn.

El análisis de una fracción de tamaño específico es algunas veces especificado por el cliente para las muestras de suelo o sedimentos. El requerimiento usual es para un producto de mal 180 micrones (malla 80), algunas se requieren para 75 micrones (malla 200)

El tamizado en seco de muestras es satisfactorio para todas las fracciones de tamaño que 106 micrones (malla 150).

4.2.2. OPERACIONES QUÍMICAS

Las muestras solidas homogenizadas son sometidas a disolución o digestión acida siendo una de las operaciones más comunes en el laboratorio de química analítica.

En la digestión se utilizan ácidos minerales fuerte para la disolución de la muestra y generalmente se realiza en capsula o tubos que resisten los incrementos de presión, temperatura y ataque de los ácidos. Un método alternativo es la fusión de la muestra con álcalis seguido por la disolución en un ácido diluido. Este método es eficaz en la digestión de minerales refractarios, tierras raras y minerales de mena.

4.2.2.1. Digestión acida

La muestra es pesada en tubos o vasos de vidrio, para luego ser sometida al proceso de digestión en la campana extractor de gases.

El proceso de digestión es la disolución de la muestra sólida, utilizando ácidos fuertes tales como HF, HNO₃ y HCl, rompiendo los enlaces de los metales de tal modo de obtener formas químicas en disolución.

El HNO₃ (16M o 68 %) es una agente oxidante que libera la mayor parte de los elementos trazas de muchos materiales debido a la alta solubilidad de las sales de nitrato.

El HF es el único ácido que disuelve silicatos formando un hexafluoruro de silicio SiF₆ en solución acida. El más concentrado es 48% o 29 M. tiene un bajo punto de ebullición 112°C. Esto hace que sea fácilmente volatilizable. Si la digestión se hace abierta, se pueden perder los fósiles de SiF₄ durante la digestión. Por supuesto otros fluoruros y cloruros también se pierden.

Incluso a bajas concentraciones, el HF ataca el vidrio, haciendo preferible el ataque con saviilex o plástico. Cualquier residuo de HF en la muestra puede atacar la parte interna del AA.

El HCl (12M o 36%) es un excelente solvente para muchos metales, los cuales son más fácilmente oxidables que hidrogeno, aunque da matrices complejas. Bajo altas temperaturas y presiones, sulfatos, óxidos, fluoruros y silicatos son atacados por el HCl para producir sales solubles.

Iones poliátómicos de Cl (ArCl^+ , ClO^+ , ClOH^+) causa interferencias principales sobre isotopos de As y V (^{75}As , ^{51}V) y en menor extensión a otros elementos como Cr, Fe, Ga, Ge, Se, Ti y Zn.

Agua regia (una parte de HNO_3 y tres de HCl) es también un útil agente. Generalmente este método funciona para rocas básicas, ácidas e intermediarias, partes silicatadas de suelo, etc.

Los ácidos utilizados son de alta pureza. En general el costo de estos ácidos es alto, pero van a reducir las interferencias y también los límites de detección.

4.3. IDENTIFICACION DE MUESTRAS Y TRAZABILIDAD

Todas las muestras recibidas por ALS se etiquetan con las descripciones proporcionadas por el cliente, y cualquier tipo de identificación original del cliente tales como etiquetas de ensayo y las etiquetas son mantenidas en la medida como sea razonablemente posible. La retención de la identificación original del cliente, puede ser vital para la resolución de problemas si se produjeran.

Luego que las muestras han sido dispuestas en orden alfanumérico y contadas, el personal de preparación de muestras comparara las descripciones de muestras contra la lista proporcionada por el cliente. Cualquier discrepancia u omisión se resolverá antes de proceder. Si no se recibió ninguna lista de muestras del cliente, se generará una en aquel momento.

Un numero de orden de trabajo es asignado para un grupo de muestras, y las etiquetas de muestra tipo “Raw” son generados para cada muestra. La etiqueta “Raw” incluye el número de orden de trabajo, numero de secuencia de la muestra y de código de barras, y está pegada en la bolsa que contiene las muestras sin procesar. Este es el enlace inicial de las muestras originales del cliente a la orden de trabajo asignado en el sistema “GEMS”.

Las descripciones de muestras se ingresan en las ordenes de trabajo a partir de la lista recibida del cliente cualquiera de las etiquetas impresas subsiguientes originadas por la Orden de trabajo, son consideradas.

4.4. ETIQUETADO DE MUESTRAS

Las etiquetas de muestras, se imprimen mediante el sistema GEMS a partir de las descripciones ingresadas en las órdenes de trabajo. Las etiquetas de muestras incluyen:

- Descripción de la muestra del cliente.
- Número de orden de trabajo, donde las dos primeras letras del número de orden de trabajo indican el laboratorio de recepción de muestras.
- Código de cliente
- # de muestras, # total de muestras y # orden de trabajo.
- El tipo de fracción de muestras (por ejemplo: Master, Split, etc.)
- Código de barras

Las muestras se agrupan en cajas para el traslado a través de los procesos del laboratorio y almacenamiento.

Las etiquetas de cajas contendrán como mínimo:

- Código de cliente
- Numero de orden de trabajo
- Código de barras

4.5. SEGUIMIENTO DE LAS MUESTRAS EN EL LABORATORIO Y ALMACENES

El seguimiento del movimiento de las muestras en el laboratorio y almacén de muestras, se realiza a través del sistema GEMS, utilizando etiquetas de códigos de barras en las cajas de muestras y escáneres en varias estaciones de computador. La ubicación de la muestra e historial de movimiento pueden ser vistos en Webview.

4.6. METODOS ALS Y PROCEDIMIENTOS

ALS usara métodos de ensayo que cumplan con las necesidades de los clientes o de las autoridades reguladoras. Siempre que sea posible estos métodos estarán basados en normas internacionales o nacionales vigentes. Estas normas pueden ser complementadas con información adicional para facilitar la aplicación consistente de los métodos de ensayo. El mantenimiento de estos estándares es discutido en la instrucción de trabajo de control de documentos.

Copias actualizadas de todos los métodos de ensayos pertinentes y de los procedimientos de operación se mantendrán accesibles al personal. El departamento de Aseguramiento de Calidad mantendrá copias actualizadas de estos documentos. Las desviaciones de los métodos de ensayo oficiales ocurrirán solo si la variación ha sido documentada, validada y autorizada por la gerencia del laboratorio y aceptada por el cliente.

Si se solicita el uso de un método de ensayo obsoleto o inadecuado el laboratorio avisara al cliente de este hecho y recomendara una alternativa adecuada. Si un método de ensayo no está especificado el laboratorio seleccionara el procedimiento más adecuado para satisfacer las necesidades del cliente.

4.6.1. DETERMINACIÓN DE SULFATO DE AZUFRE LIXIVIABLE EN CARBONATO DE SODIO.

Para la determinación de Sulfatos en el laboratorio ALS Perú, se desarrolla un método estandarizado el cual se encuentra detallado en (ALS Geochemistry, 2013).

4.6.1.1. Aplicación

Este método es adecuado para la determinación de sulfato lixiviable en carbonato de sodio en muestras de sulfato de azufre mayor al 0.01%.

4.6.1.2. Responsabilidades

Los analistas que manejan los procedimientos son responsables de lo siguiente:

- Usar los EPPs adecuados (gafas de seguridad, mandil de laboratorio y guantes)
- Seguir los procedimientos y reportar cualquier problema relacionado con la calidad al supervisor o jefe.

4.6.1.3. Principio

Este método implica la lixiviación de sulfatos con solución de carbonato de sodio, con el sulfato lixiviable separada por filtración, el hierro férrico si está presente se reduce y el filtrado se precipita con una solución de cloruro de bario, se filtra nuevamente y finalmente se calcina y se pesa como sulfato de bario.

4.6.1.4. Requisitos de seguridad

Los analistas deben tener EPPs adecuados y leer todas las MSDS correspondientes antes de realizar el análisis.

Los operadores deben familiarizarse con la información detallada en la hoja de seguridad del material para el manejo de los reactivos utilizados en estos análisis y el procedimiento de acciones correctivas en el caso de derrame o accidente.

4.6.1.5. Reactivos

Todos los reactivos deben de ser de grado analítico, y agua desionizada o de pureza equivalente porque se usará durante todo el procedimiento y para la preparación de soluciones.

- Carbonato de Sodio
- Solución de Carbonato de Sodio 1%(W/V): disolver 1g Na₂CO₃ en 100ml de agua
- Ácido Clorhídrico (HCl; S.G. 1.19g/ml); 50% (V/V)
- Hidroxilamina (NH₂OH.HCl)
- Cloruro de Bario (BaCl₂) 10% (W/V)
- Solución de 0.1% (W/V) anaranjado de Metilo: pesar 0.1g de indicador anaranjado de metilo en 100ml de agua desionizada.

4.6.1.6. Equipos

- Balanza analítica capaz de leer 0.0001g
- Vasos precipitados de 250ml y 400ml
- Probeta
- Papel filtro Whatman #1, #5 y #42
- Embudos de filtración
- Varilla de goma
- Pissetas
- Planchas de calentamiento

4.6.1.7. Procedimiento

- Pesar 1.0g de muestra (0- 0.1mg y registrar peso) en un vaso precipitado de 250ml. También realice el procedimiento en un vaso vacío (como blanco del método)
- Adicionar 5.0g de Carbonato de Sodio y 75ml de agua desionizada
- Hervir en la plancha durante 30min.
- Dejar enfriar un poco y filtrar la solución caliente utilizando Whatman #1 sobre Whatman #5 y filtrar la pulpa en un vaso de 400ml
- Lavar el precipitado de 6-8 veces con solución caliente de NaCO_3 al 1% y descartar luego
- Neutralizar la solución con HCl concentrado y luego adicionar 1ml de exceso
- Diluir hasta 200ml con agua desionizada
- Hervir por 15min.
- Diluir a un volumen de 250 ml con agua desionizada y adicionar una pizca (aproximadamente 0.5g) de Hidroxilamina
- Calentar para reducir el hierro férrico (la solución va de amarillo a descolorido un amarillo persistente puede ser debido al cromo)
- Remover de la plancha caliente y mientras se agita vigorosamente, agregar lentamente (gota a gota para los primeros 2ml) 15ml de una solución tibia de BaCl_2 al 10% (W/V)
- Poner de nuevo la muestra en una plancha caliente durante 30min
- Dejar que la solución enfrié a temperatura ambiente por lo menos durante 4 horas.
- Filtrar usando Whatman #42 en un vaso de plástico, lavar el papel filtro con solución tibia de 1% HCl y 10 veces con agua desionizada tibia
- Adicionar 8 gotas de solución de BaCl_2 al 10% para comprobar la precipitación completa. (si se detecta precipitado en el filtrado reensayar usando menor peso)
- Transfiera el papel filtro con el precipitado a un crisol de arcilla.
- Calcinar el papel filtro en una mufla a 850°C por 30min, regulando lentamente el aumento de temperatura.
- Enfriar en un desecador y pesar el BaSO_4

4.6.1.8. Cálculo

$$\%S(\text{sulfato}) = \frac{[(W_{BaSO_4} - W_{Blanco})(g)] * 13.739}{W_{muestra}(g)}$$

$$\%SO_4 = \frac{[(W_{BaSO_4} - W_{Blanco})(g)] * 41.16}{W_{muestra}(g)}$$

Dónde:

S = %Sulfato de Azufre

W_{BaSO_4} = peso de Sulfato de Bario (g)

W_{Blanco} = peso de la muestra en blanco (g)

4.6.2. DIGESTIÓN TOTAL CON CUATRO ÁCIDOS EN TUBO DE ENSAYO “ANÁLISIS GEOQUÍMICO”.

Para la digestión total para el análisis Geoquímico con cuatro ácidos en el laboratorio ALS Perú, se desarrolla un método estandarizado el cual se encuentra detallado en (ALS Geochemistry, 2015)

4.6.2.1. Aplicación

Este procedimiento de digestión se ha desarrollado como la base de varios paquetes analíticos para el análisis geoquímico. El método proporciona una combinación de buena sensibilidad para la detección de anomalías sutiles y buena precisión en un amplio rango de concentraciones elementales. El límite superior de informe para la cantidad de elementos es de 10000 ppm, pero los procedimientos químicos no se consideran suficientemente precisos para la evaluación de recursos

Este compendio incorpora el uso de ácido fluorhídrico para disolver la mayoría de los silicatos y silicatos de aluminio que son los principales constituyentes de la mayoría de los tipos de roca. Esto hace que el método basado en este resumen sea razonablemente adecuado para el análisis lito – geoquímico. La sílice se volatiliza como tetra fluoruro de silicio. La digestión puede no ser completa para minerales como el corindón (Al_2O_3) y los silicatos más complejos como el granate, estauroлита, topacio y turmalina. El potasio puede tener un bajo sesgo debido a la información del perclorato insoluble, que puede no estar completamente descompuesto durante el proceso de

lixiviación. Pueden producirse bajas recuperaciones de Al y Ca si sus insolubles no se descomponen completamente durante el proceso de lixiviación

La precisión de este método depende predominantemente de la solubilidad de varios minerales presentes en la muestra. La digestión proporciona una disolución casi completa de los minerales comunes de Ag, As, Bi, Ca, Cd, Co, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, Sb y Zn. El antimonio puede formar sales básicas insolubles a menos que haya un exceso considerable de ácido clorhídrico presente

El cromo soluble se volatilizará parcialmente como cloruro si está presente en el estado hexavalente. Los fluoruros de boro, germanio, niobio, tantalio y titanio pueden perderse parcialmente por volatilización.

Esta digestión no disolverá cantidades significativas de la mayoría de los minerales refractarios principales (cromita columbita-tantalita, casiterita, magnetita, rutilo, wolframita y zircón).

La solubilidad de ciertos elementos como Ba y Sr dependerá de la mineralización en la que se produzcan. Los sulfatos de estos elementos (barita y celestita) son básicamente insolubles, mientras que los carbonatos son fácilmente solubles. La formación de iones sulfato durante la reacción reducirá la solubilidad de Ba y Sr

La recuperación de las tierras raras (REE) es variable utilizando esta digestión como muchas de ellas; especialmente los miembros más pesados de este grupo, comúnmente residen en minerales refractarios como el circón y el granate que pueden ser completamente digeridos.

Nota: La muestra que contiene alto C (> 10%) se debe medir antes de la digestión para evitar la explosión debido a la reacción con HF. Estos tipos de muestras incluyen carbón, humus y vegetación. Debido a que los elementos del paso de incineración, como As, Sb, Se & Te, se volatilizarán, los cuales deben comunicarse al cliente.

4.6.2.2. Principio

La muestra (0,25 g) se pesa en tubos de ensayo de teflón y se digiere en tres etapas utilizando bloques de digestión con una mezcla de ácidos nítrico, perclórico y fluorhídrico. Se realiza una etapa de pre – oxidación con ácidos nítrico y perclórico para convertir el arsénico al estado pentavalente, en el que es menos volátil en la presencia

de fluoruro. Se agrega ácido fluorhídrico y la segunda etapa de la reacción se continúa a 115°C para permitir que el ataque sobre los silicatos y los aluminosilicatos proceda sin una rápida volatilización de la HF.

La solución se evapora luego a sequedad incipiente a 185°C . A esta temperatura, se elimina cualquier HF restante y la mayoría de los fluoruros se disocian. El residuo se lixivia con ácido clorhídrico diluido y se diluye a volumen. Las soluciones se analizan utilizando la instrumentación apropiada.

4.6.2.3. Requisitos de seguridad

- Se debe tener mucho cuidado al manejar el ácido fluorhídrico, ya que es capaz de causar quemaduras graves e incluso puede causar la muerte.
- El personal que usa este ácido debe conocer las precauciones de seguridad que deben tomarse y tener un buen conocimiento de los procedimientos de primeros auxilios que se deben usar en caso de una quemadura de ácido fluorhídrico (para mayor relevancia ver los detalles de las MSDS)
- El personal que manipula el ácido fluorhídrico debe usar el siguiente equipo de protección personal: un protector facial completo, guantes de neopreno o caucho natural, protectores de fundas de plástico, botas de goma (o protectores de botas de goma) y un delantal de goma que se extiende por debajo de la parte superior de las botas
- Se deben usar gafas de seguridad y guantes de goma al manipular cualquier ácido. Se debe usar ropa protectora. El personal debe estar familiarizado con las MSDS relevantes
- El manejo de los ácidos y la digestión de las muestras se debe realizar en una vitrina de ventilación con ventilación mecánica y continua

4.6.2.4. Reactivos

- Todos los reactivos deberán ser de grado reactivo analítico reconocido. Se utilizará agua destilada o agua de pureza equivalente a lo largo del procedimiento.
- Ácido Fluorhídrico concentrado ($\rho_{20} 1.16 - 1.18\text{g/ml}$)
- Ácido Clorhídrico diluido (50% V/V). Agregue cuidadosamente 1 litro de ácido clorhídrico concentrado a 1 litro de agua destilada con agitación constante
- Ácido Clorhídrico diluido (11% V/V)

- Ácido Nítrico concentrado (ρ_{20} 1.42g/ml)
- Ácido Fluorhídrico concentrado (ρ_{20} 1.20g/ml)
- Acido perclórico concentrado (ρ_{20} 1.70g/ml)
- Solución de cloruro de aluminio (275g/L)

4.6.2.5. Equipos

- Tubos de teflón (20x100mm)
- Rack para tubos de teflón, capacidad 40 tubos
- Balanza analítica, sensibilidad 0.001g
- Bloque de digestión, operativo a 115°C \pm 5°C
- Bloque de digestión, operativo a 185°C \pm 10°C
- Estante de transferencia de metal
- Dispensadores ajustables para Ácido Nítrico, Perclórico, Fluorhídrico y Ácido Clorhídrico al 50%
- vaso, equipado con un temporizador y capaz de mezclar uno o más bastidores de tubos de ensayo, o mezclador de vórtice o baño de ultrasonidos capaz de mezclar adecuadamente la muestra

4.6.2.6. Procedimiento

- Pese con precisión aproximadamente 0.20 - 0.25 g de la muestra de prueba en un tubo de ensayo de teflón y colóquelo en la gradilla para tubos
- Agregue 1,5 ml de ácido nítrico concentrado y 1,0 ml de ácido perclórico concentrado a cada tubo de ensayo utilizando los dispensadores apropiados. Agite suavemente la rejilla para humedecer las muestras y deje reposar durante aproximadamente 5 minutos.
- Transfiera los tubos al bloque de digestión a 115 ° C y digiera las muestras durante 5 minutos, esta etapa de pre oxidación es esencial para prevenir la pérdida de arsénico como AsF, durante la siguiente etapa de la digestión
- Retire los tubos del bloque de digestión y deje enfriar durante 5 minutos.
- agregue 2,0 ml de ácido fluorhídrico a cada tubo con un dispensador. devolver los tubos al bloque de digestión a 115 ° C y digerir durante 30 minutos más.
- Transfiera los tubos al bloque de digestión de 185 ° C y digiera durante 145-180 minutos.
- Retire los tubos del bloque de digestión y deje enfriar durante 5 minutos.

- Agregue 5,0 ml de ácido clorhídrico a cada tubo con un dispensador y devuelva los tubos al bloque de digestión de 185 ° C. digestar las muestras durante exactamente 15 minutos. use un temporizador, ya que este tiempo de lixiviación es crítico para el volumen final de la solución.
- Mientras aún está caliente, retire los tubos del bloque de digestión e inmediatamente agrupe la solución con 9.5 ml de HCl diluido (11% V / V) hasta un volumen final de 12.5 ml.
- Agregue 4 gotas de solución de cloruro de aluminio a cada tubo antes de mezclar.
- Devuelva los tubos de teflón al bastidor de muestra original con las herramientas proporcionadas. cubrir los tubos con envoltura de plástico.

4.6.2.7. Control de Calidad de Muestras

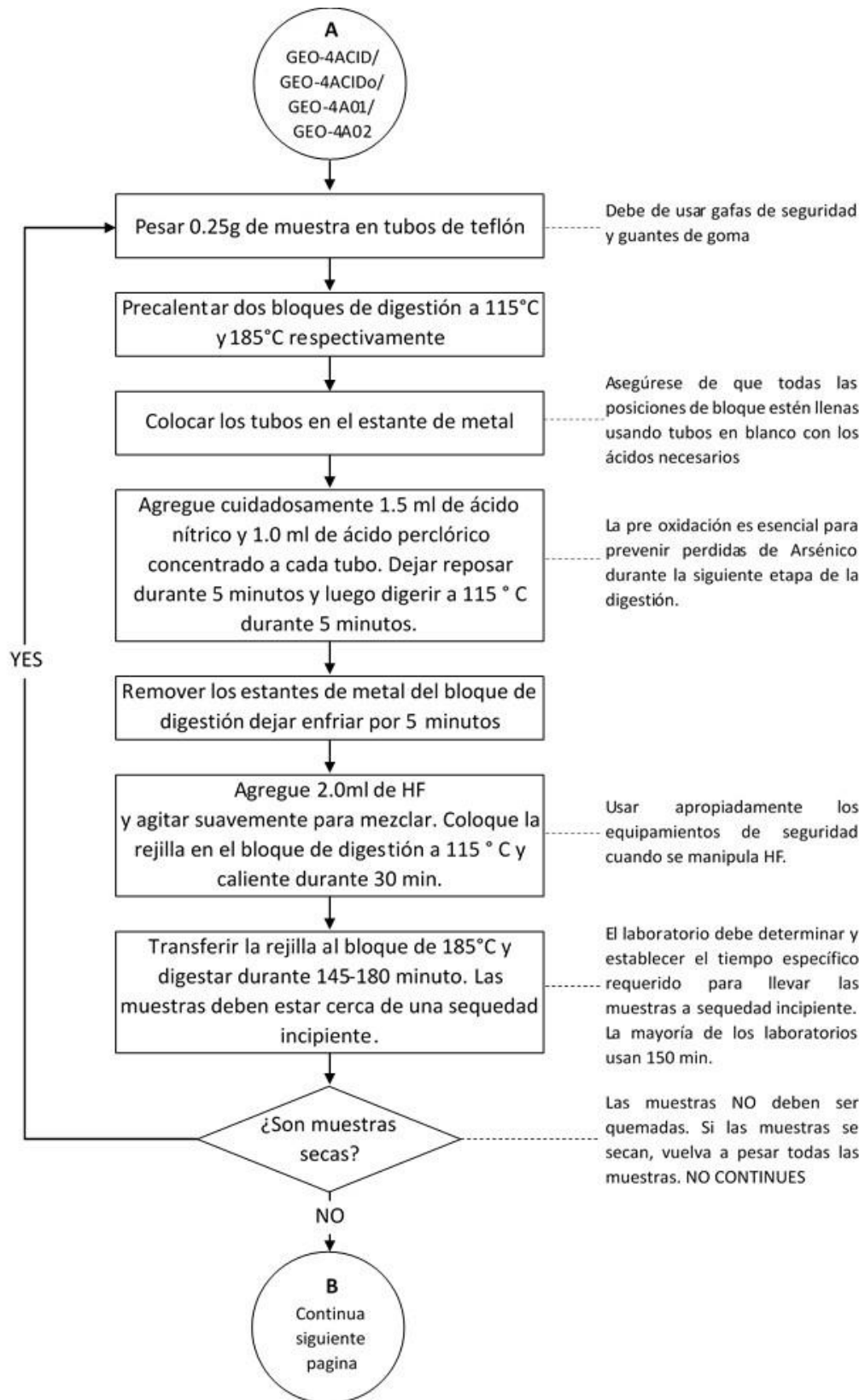
- Se incluye un procedimiento en blanco como el primer tubo de cada muestra de muestras y se realiza durante todo el procedimiento de digestión
- Las muestras de control de calidad de lotes se pesan, se digieren y se analizan con las muestras de los clientes de acuerdo con el protocolo de GEMS.
Seleccione los estándares apropiados para incluir en cada lote de muestras.

Tabla 4: Rango Analítico Aplicable para método AA61

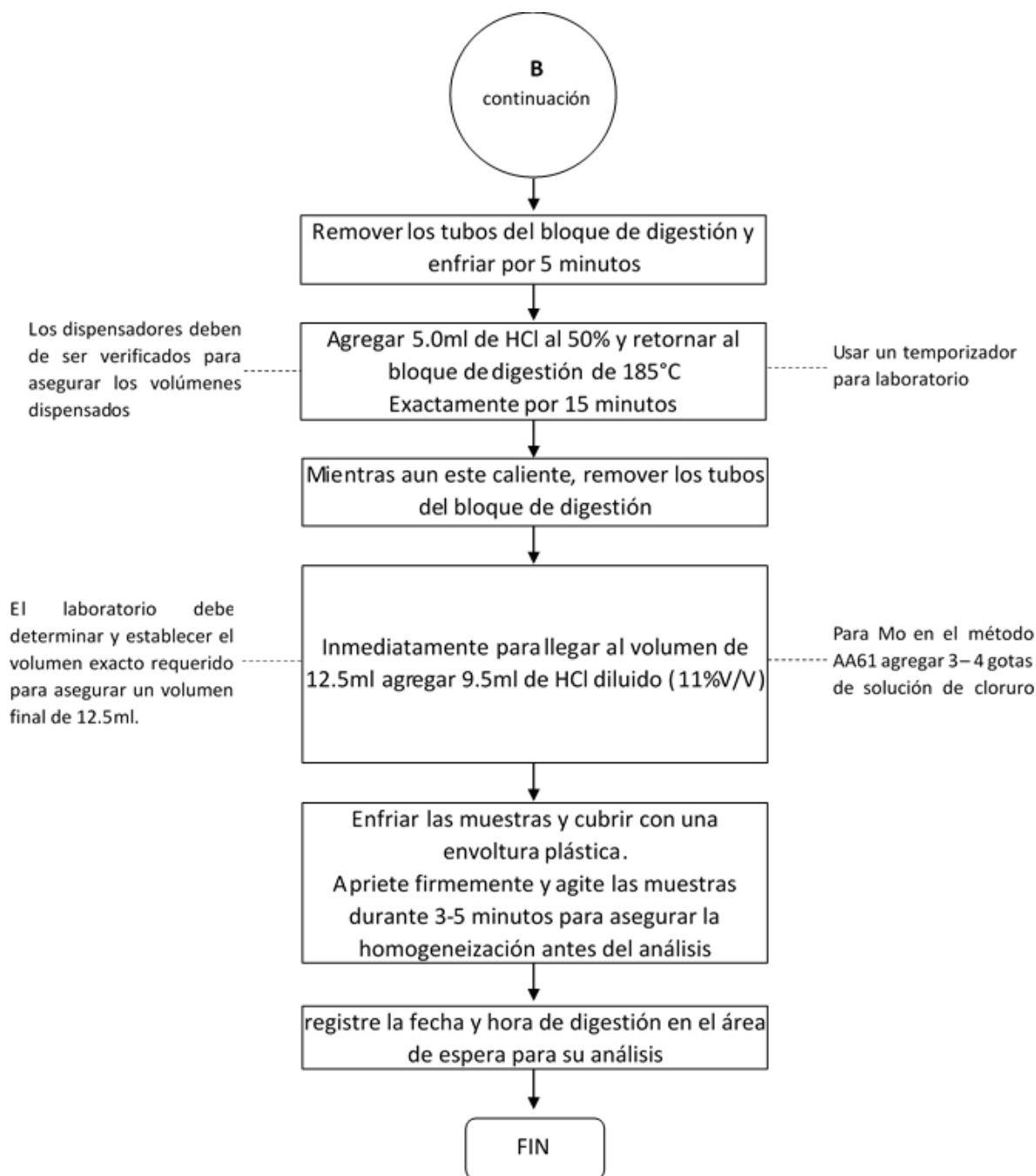
| CODIGO METODO | Ag-AA61 | Pb-AA61 | Fe-AA61 | Zn-AA61 | Mo-AA61 |
|-------------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| LIMITE DETECCION | <0.1ppm | <5ppm | <1.0% | <5ppm | <5ppm |
| LIMITE SUPERIOR | 40ppm | 200ppm | 25% | 400ppm | 2000ppm |

Fuente: Elaboración propia.

4.6.2.8. Diagrama de Flujo Método GEO-4ACID



Fuente: ALS Geochemistry, 2014



Fuente: ALS Geochemistry, 2014

4.6.3. DETERMINACIÓN DE MINERALES Y MATERIALES DE ALTA CALIDAD UTILIZANDO AAS DESPUÉS DE UNA DIGESTIÓN DE CUATRO ÁCIDOS

Para la digestión total para el análisis Geoquímico con cuatro ácidos y lectura directa con equipo de AAS en el laboratorio ALS Perú, se desarrolla un método estandarizado el cual se encuentra detallado en (ALS Geochemistry, 2015)

4.6.3.1. Aplicación

Este método es adecuado para la determinación de los elementos de grado mineral enumerados en los rangos analíticos definidos, donde la mineralización presente requiere un fuerte ataque de ácido mixto, de este método se puede obtener una digestión completa, pero la recuperación de algunos de estos elementos puede depender de la mineralización presente en la muestra.

4.6.3.2. Responsabilidades

Es responsabilidad del analista de AAS asegurar que todos los parámetros y condiciones de los métodos aplicables se utilicen en el análisis de (As, Cd, Al, Ca, Co, Fe, Mg, Mn, Mo) – AA62 y Cu-AA62.

4.6.3.3. Principio

La muestra se disuelve en ácidos clorhídrico, nítrico, fluorhídrico y perclórico. La solución digerida se transfiere a un matraz volumétrico, se diluye a volumen y se mezcla completamente.

En AAS, la muestra se nebuliza mediante un flujo de oxidante gaseoso, se mezcla con un combustible gaseoso y se transporta a una llama de aire acetileno u óxido nitroso donde se produce la atomización y se mide la absorbancia atómica. Esta absorbancia se compara con la absorbancia de una serie Soluciones de calibración estándar de concentración conocida.

4.6.3.4. Requisitos de Seguridad

Los operadores deben familiarizarse con la información detallada en la MSDS para la seguridad en el manejo de reactivos y soluciones ácidas en este análisis y el procedimiento adecuado para la acción correctiva en caso de derrame o accidente

4.6.3.5. Reactivos

Consulte los métodos de digestión ASY-4ACD y ASY-4A03 (SOP)

4.6.3.6. Equipos

- Quemador marca 7
- Cámara ensamble Spray Geo-Assay
- Agilent AAS 240 Instrument
- lámpara de cátodo de hueco

4.6.3.7. Procedimiento

Tabla 5: Rango analítico aplicable para método AA62

| Código método | As-AA62 | Cd-AA62 | Al-AA62 | Ca-AA62 | Co-AA62 | Cu-AA62 |
|------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| Límite detección | 0.01% | 0.0001% | 0.01% | 0.05% | 0.001% | 0.001% |
| Límite superior | 30% | 10% | 50% | 50% | 30% | 50% |

| Código método | Fe-AA62 | Mg-AA62 | Mn-AA62 | Mo-AA62 |
|------------------|---------|---------|---------|---------|
| Límite detección | 0.01% | 0.01% | 0.01% | 0.001% |
| Límite superior | 100% | 50% | 50% | 10% |

Fuente: Elaboración propia.

4.6.4. DETERMINACIÓN DE DENSIDAD DE MUESTRAS A PARTIR DE LA GRAVEDAD ESPECÍFICA.

Para la densidad en el laboratorio ALS Perú, se desarrolla un método estandarizado el cual se encuentra detallado (ALS Geochemistry, 2014)

4.6.4.1. Alcance

Método aplicado a la determinación de gravedad específica en muestras de roca de forma irregular, grande y pesada en las cuales no es posible determinar el volumen mediante la medición de sus dimensiones.

4.6.4.2. Principio

La determinación se realiza aplicando el “Principio de Arquímedes” donde se establece que, al sumergirse un sólido en un líquido, este experimenta una pérdida aparente de peso directamente proporcional al volumen del líquido desplazado

(volumen que ocupa). Si el líquido usado es agua destilada, entonces al ser su densidad igual a uno “1” el volumen de agua desplazada es igual a la pérdida aparente de peso.

Esta propiedad del agua ha sido ampliamente usada para determinar la Gravedad Especifica (GE) de los minerales. Se conocen dos métodos, que se diferencian por la forma como determinar el “volumen de agua desplazado” los cuales se describen a continuación.

4.6.4.3. Requerimientos de Seguridad

- Usar EPPs adecuados
- Seguir todas las reglas de seguridad al realizar el análisis
- Leer los MSDS para todos los productos químicos utilizados en este procedimiento antes de la ejecución de esta tarea analítica.

4.6.4.4. Reactivos

- Agua desionizada
- Parafina o cera (S.G. 0.89g/cm^3)

4.6.4.5. Equipos

- Balanza analítica con sensibilidad de 0.01g
- Depósitos apropiados
- Depósito lleno de agua a temperatura ambiente
- Soporte para la muestra
- Una pieza de cordel.

4.6.4.6. Procedimiento

Se puede aplicar dos tipos de procedimientos:

a. OAGRA09s: muestras sin cera

- Secar la muestra a 105°C y enfriar a temperatura ambiente
- Pesar la muestra en la balanza (peso en el aire) con una precisión de dos decimales y registrar como peso (A)
- Colocar en la balanza el aditamento para pesar por la parte inferior (soporte para la muestra el cual debe ser atado con una pieza de cordel a la parte inferior de la balanza). Poner justo debajo de la balanza un depósito lleno de agua a

temperatura ambiente y el soporte para la muestra suspendido en el agua. Tarar a cero la balanza y colocar la muestra en el soporte, remover cualquier burbuja, dejar que cese cualquier turbulencia, medir la masa de la muestra inmersa en el agua registrar el peso como (C).

- Realizar los cálculos utilizando la **ecuación 7.1**

b. OAGRA09as: muestras cubiertas con cera

- Secar la muestra a 105°C y enfriar a temperatura ambiente
- Pesar la muestra en la balanza (peso en el aire) con una precisión de dos decimales y registrar como peso (A)
- Sumergir la muestra en el depósito que contiene la cera fundida, removerla inmediatamente y dejarlo enfriar a temperatura ambiente.
- Nota: evitar que la parafina pase más de 10°C sobre el punto de fusión, porque provocaría que se introduzcan en los poros de la muestra.
- Pesar la muestra cubierta con cera en la balanza analítica (peso en el aire de la muestra con cera), registrar el peso como (B).
- Colocar en la balanza el aditamento para pesar por la parte inferior (soporte para la muestra el cual debe ser atado con una pieza de cordel a la parte inferior de la balanza). Poner justo debajo de la balanza un depósito lleno de agua a temperatura ambiente y el soporte para la muestra suspendido en el agua. Tarar a cero la balanza y colocar la muestra en el soporte, remover cualquier burbuja, dejar que cese cualquier turbulencia, medir la masa de la muestra inmersa en el agua y registrar el peso como (C).
- Realizar los cálculos utilizando la **ecuación 7.2**

4.6.4.7. Cálculos

Para el OA-GRA09s, **ecuación 7.1**

$$SG = \frac{A}{A - C}$$

Para el OA-GRA09as, **ecuación 7.2**

$$SG = \frac{A}{B - C - \{(B - A)/(d_{CERA})\}}$$

Dónde:

d_{CERA} = Densidad de la cera 0.89g/cm³

4.6.4.8. Conversiones de gravedad específica a densidad

Desde que la gravedad específica es una medición en términos del agua a determinada temperatura, se puede convertir a densidad mediante el uso de las tablas de densidad del agua a varias temperaturas. La tabla 6, es una lista abreviada con densidades con aproximaciones de cuatro decimales.

Densidad = S.G x densidad del agua a determinada temperatura en g/cm³

Tabla 6: Conversiones de Temperatura – Densidad del Agua

| Temperatura (°C) | Densidad (g/cm ³) | Temperatura (°C) | Densidad (g/cm ³) |
|---------------------|----------------------------------|---------------------|----------------------------------|
| 10 | 0.999728 | 21 | 0.998022 |
| 11 | 0.999634 | 22 | 0.997801 |
| 12 | 0.999526 | 23 | 0.997569 |
| 13 | 0.999406 | 24 | 0.997327 |
| 14 | 0.999273 | 25 | 0.997075 |
| 15 | 0.999129 | 26 | 0.996814 |
| 16 | 0.998972 | 27 | 0.996544 |
| 17 | 0.998804 | 28 | 0.996264 |
| 18 | 0.998625 | 29 | 0.995976 |
| 19 | 0.998435 | 30 | 0.995678 |
| 20 | 0.998234 | | |

Fuente: CRC, Handbook of chemistry and physics

4.6.4.9. Control de Calidad

- Analizar un material de referencia previsto para este fin en el mismo lote que las muestras siguiendo el mismo protocolo de control de calidad.

Tabla 7: Control de calidad según estándares de referencia internos

| | Tamaño del Rack – 50 |
|--|-----------------------------|
| Estándares de referencia internos | 4 |

Fuente: Elaboración propia

- Los límites de Control aceptables para cada elemento son fijados en la siguiente tabla:

Tabla 8: Límites de control según materiales de referencia

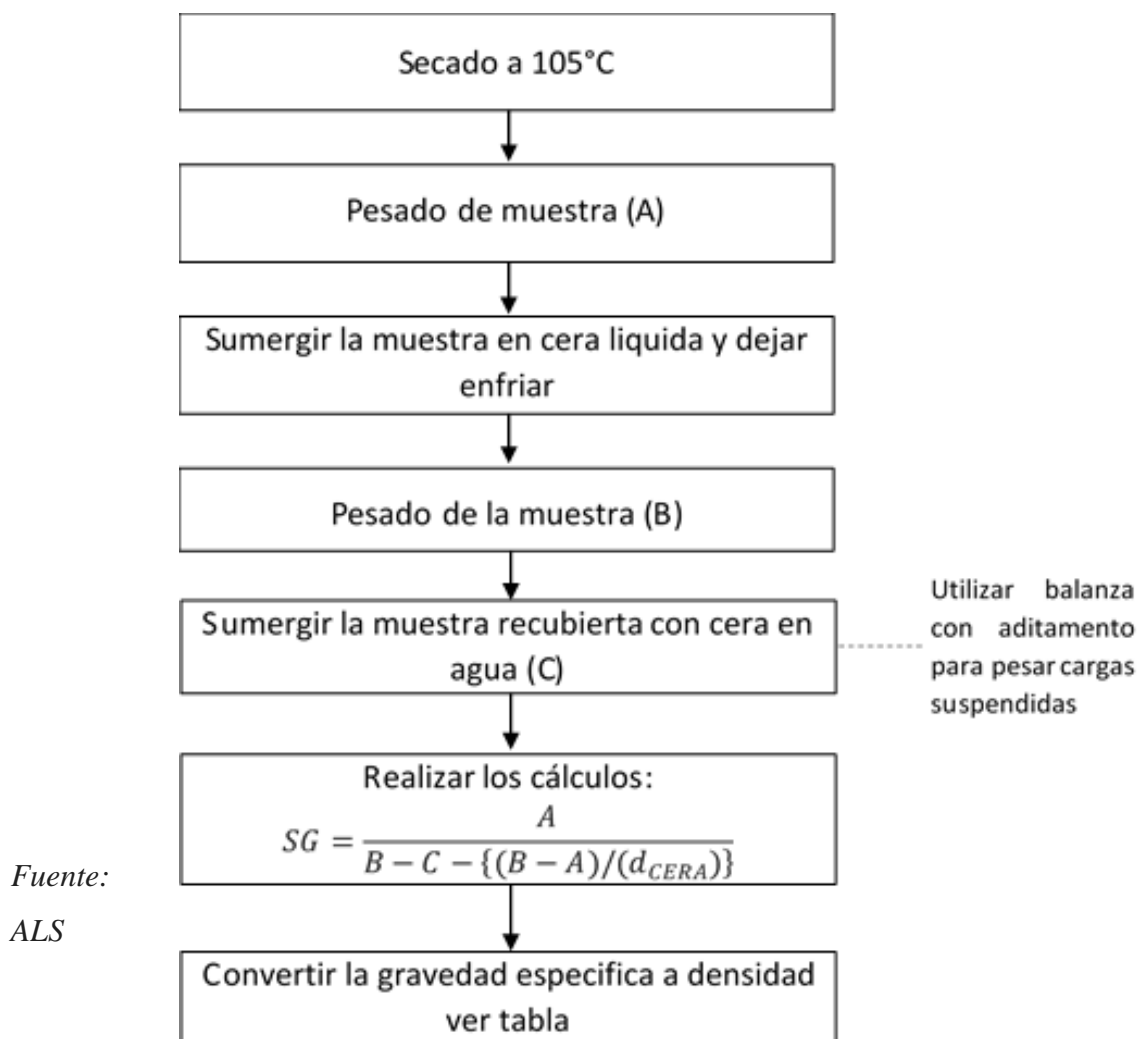
| | Límite de Control |
|---------------------------------|--|
| Materiales de Referencia | $\pm((0.0707 \times \text{Concentración}) + \text{LOR})$ |

Fuente: Elaboración propia

4.6.4.10. Acciones

Cuando hay fallos en los materiales de referencia volver a pesar las muestras, para el caso de las muestras cubiertas con cera si los resultados de los materiales de referencia continuaran fuera de los límites de aceptación, entonces disolver la cera de la muestra y repetir los ensayos de las muestras en cuestión.

4.6.4.11. Diagrama de flujo del método OA-GRA09as



Geochemistry, 2014

4.6.5. LECTURA Y REPORTE ANALIZADOR DE CARBONO Y AZUFRE LECO CS230 Y CS844.

Para la Lectura y Reporte en el Equipo analizador de C y S en el laboratorio ALS Perú, se desarrolla un método estandarizado el cual se encuentra detallado (ALS Geochemistry, 2016)

4.6.5.1. Alcance

Esta instrumentación de trabajo aplica para lectura y reporte de órdenes de trabajo (RUN) procesadas en el Analizador Simultaneo de Carbono y Azufre marca LECO CS230 y CS844.

4.6.5.2. Objetivos

Definir los lineamientos para la lectura y reporte de órdenes de trabajo procesadas en el Analizador Simultaneo de Carbono y Azufre marca LECO CS230 y CS844 y que pueda ser utilizada como guía por los responsables de lectura y reporte de resultados en cumplimiento de las políticas de calidad de ALS.

4.6.5.3. Principio

Los Analizadores de Carbón / Azufre CS230 y CS844 son equipos para la medición del contenido de Carbón y Azufre en metales, minerales, cerámicos y otros materiales inorgánicos. El CS230 y CS844 utiliza un horno de inducción que mide el carbón y azufre por la absorción infrarroja.

4.6.5.4. Requerimientos de Seguridad

- Lentes de seguridad
- Guardapolvo

4.6.5.5. Reactivos

- Crisoles refractarios
- Colector de crisoles
- Espátula
- Cucharita medidora de fundente
- Pinza para crisoles
- Estándares de calibración
- Balanza analítica con precisión de 0.1mg
- Pesa de 0.1g, 0.2g y 1g calibrados y certificados
- Oxígeno de 99.5% mínimo de pureza
- Acelerador de hierro (iron chip)
- Acelerador de cobre o Lecocel

4.6.5.6. Equipos

- Analizador de Carbono Azufre marca LECO CS230
- Analizador de Carbono Azufre marca LECO CS844
- Balanza analítica con precisión de 0.1mg

4.6.5.7. Procedimientos

a. Verificación del instrumento CS230/CS844

Antes de iniciar las lecturas en el instrumento primero verificar y ajustar el blanco siguiendo los siguientes pasos:

b. Verificación del Blanco:

- Añadir 1 cucharadita de iron chip y una cucharadita de Lecocel o acelerador de cobre
- Coloque el crisol en el pedestal del horno e inicie el ciclo de análisis
- Repita un número suficiente de veces para establecer lecturas bajas y consistentes (el rango aceptable -0.005 a 0.005% S/C).
- Ejecutar al menos 5 lecturas de blanco para garantizar que el instrumento se estabilice, repetir cada vez que el instrumento se ha dejado de utilizar durante más de 4 horas o se ha realizado el mantenimiento.
- Si las lecturas del blanco son demasiado altas o inconsistentes, determinar la causa, corregirla y repetir el análisis. Ejecute al menos 5 lecturas en blanco para la calibración en blanco.

c. Verificación de las curvas para CS230, CS844:

- La verificación de las curvas debe realizarse antes de iniciar el análisis de muestras, después del mantenimiento y limpieza del equipo o si el equipo está inoperativo durante 4 horas
- Para CS230 y CS844, se utiliza la calibración multipunto. Utilice los resultados de CRM de al menos dos lecturas del mismo CRM para la verificación
- Evaluar que el CRM, replique sus resultados si no hay repetitividad, leer dos CRM adicionales.
- Evaluar los resultados y realizar los ajustes (DRIF) si lo requiere.
- También se puede analizar dos CRM después de 2 RUNs de lectura para verificar la calibración, si requiere ajustar con un nuevo DRIF asegúrese realizar el recálculo de las lecturas.

4.6.5.8. Lectura y reporte de muestras Analizador de Carbono y Azufre CS230

a. Recuperar pesos:

- Abrir el run del lote

| Sample | Material | Samp Desc | Client | Type | Method | D.Run | D.Pos | Run | Info | Pos | WT. SAMPLE |
|----------------|----------|---------------------|--------|------|-----------|----------|-------|----------|------|-----|------------|
| RR11760075-001 | | BLANK | | MB | WEI-CIR17 | 11760075 | 1 | 11760075 | | 1 | 0.1 |
| RR11760075-002 | | BLANK | | MB | WEI-CIR17 | 11760075 | 2 | 11760075 | | 2 | 0.1 |
| RR11760075-003 | | SRM1d | | STD | WEI-CIR17 | 11760075 | 3 | 11760075 | | 3 | 0.1008 |
| LI15117386-001 | Rock | 25239/2015 - 294013 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 4 | 11760075 | | 4 | 0.1064 |
| LI15117386-002 | Rock | 25239/2015 - 294014 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 5 | 11760075 | | 5 | 0.1075 |
| RR11760075-006 | | BXT-08 | | STD | WEI-CIR17 | 11760075 | 6 | 11760075 | | 6 | 0.1004 |
| LI15117386-003 | Rock | 25239/2015 - 294015 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 7 | 11760075 | | 7 | 0.1023 |
| LI15117386-004 | Rock | 25239/2015 - 294017 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 8 | 11760075 | | 8 | 0.1015 |
| LI15117386-005 | Rock | 25239/2015 - 294018 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 9 | 11760075 | | 9 | 0.1043 |
| LI15117386-006 | Rock | 25239/2015 - 294019 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 10 | 11760075 | | 10 | 0.1061 |
| LI15117386-007 | Rock | 25239/2015 - 294020 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 11 | 11760075 | | 11 | 0.1064 |
| LI15117386-008 | Rock | 25239/2015 - 294021 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 12 | 11760075 | | 12 | 0.1045 |
| LI15117386-009 | Rock | 25239/2015 - 294022 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 13 | 11760075 | | 13 | 0.1025 |
| LI15117386-010 | Rock | 25239/2015 - 294023 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 14 | 11760075 | | 14 | 0.1059 |
| LI15117386-011 | Rock | 25239/2015 - 294025 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 15 | 11760075 | | 15 | 0.1044 |
| LI15117386-012 | Rock | 25239/2015 - 294026 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 16 | 11760075 | | 16 | 0.1057 |
| LI15117386-013 | Rock | 25239/2015 - 294028 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 17 | 11760075 | | 17 | 0.1057 |
| LI15117386-014 | Rock | 25239/2015 - 294029 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 18 | 11760075 | | 18 | 0.1056 |
| LI15117386-015 | Rock | 25239/2015 - 294033 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 19 | 11760075 | | 19 | 0.1069 |
| LI15117386-016 | Rock | 25239/2015 - 294041 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 20 | 11760075 | | 20 | 0.1062 |
| RR11760075-021 | | SY-4 | | STD | WEI-CIR17 | 11760075 | 21 | 11760075 | | 21 | 0.1009 |
| LI15117386-017 | Rock | 25239/2015 - 294042 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 22 | 11760075 | | 22 | 0.1067 |
| LI15117386-018 | Rock | 25239/2015 - 294043 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 23 | 11760075 | | 23 | 0.1029 |
| LI15117386-019 | Rock | 25239/2015 - 294044 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 24 | 11760075 | | 24 | 0.1036 |
| LI15117386-020 | Rock | 25239/2015 - 294045 | AMCOLA | REG | WEI-CIR17 | 11760075 | 25 | 11760075 | | 25 | 0.1075 |
| LI15117386-010 | Rock | 25239/2015 - 294023 | | DUP | WEI-CIR17 | 11760075 | 26 | 11760075 | | 26 | 0.1071 |
| LI15117386-020 | Rock | 25239/2015 - 294045 | | DUP | WEI-CIR17 | 11760075 | 27 | 11760075 | | 27 | 0.1048 |
| RR11760075-028 | | BXBA-4 | | STD | WEI-CIR17 | 11760075 | 28 | 11760075 | | 28 | 0.1003 |

Figura 5: Run lote

Fuente: Analizador de Carbono y Azufre CS230CSH

- Copiar “samples” a la columna “Name” y “Wt- Sample” a la columna “Mass” de la plantilla Leco.

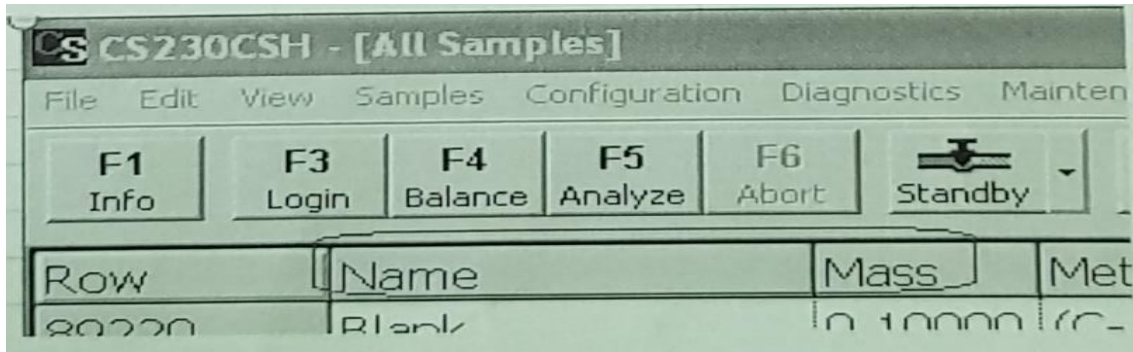


Figura 6: Run lote – Menú

Fuente: Analizador de Carbono y Azufre CS230CSH

- Proceder con la lectura

b. Reporte de resultados

Para el reporte de resultados hay que utilizar la plantilla para cambiar el peso nominal que requiera el sistema.

| seq | DESCRIPCION | PESOS | ESCALA | % AZUFRE | % CARBONO | PARA SUBIR AZUFRE | PARA SUBIR CARBONO |
|-----|-------------|-------|--------|----------|-----------|-------------------|--------------------|
| 1 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 2 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 3 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 4 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 5 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 6 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 7 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 8 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 9 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 10 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 11 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 12 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 13 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 14 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 15 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 16 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 17 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 18 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 19 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 20 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 21 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 22 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 23 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 24 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 25 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 26 | | | | | | 0.000 | 0.000 |
| 27 | | | | | | 0.000 | 0.000 |

Figura 7: Run lote - reporte C-IR07, S-IR08 y FUS-LEC07

Fuente: Analizador de Carbono y Azufre CS230CSH

Luego copiamos el cálculo al Webview o Starlims, el sistema usara los pesos reales para hacer el cálculo.

| Method S-IR08 | | | | | Results for Run: 14613430 - Analyte: S | | | | | | | | |
|---------------|------|------|-------|--------|--|------|------------|-----|------------|-----------|-----------|-------|------|
| Analyte | Low | High | Units | Status | Pos | Type | Workorder | Seq | Samp Type | RAW Res | RRI | Final | Sts |
| S | 0.01 | 50 | % | Pass | 1 | MB | RR14605573 | 001 | | 0.0083022 | | 0.01 | Pass |
| S | 0.01 | 50 | % | ReWei | 2 | STD | RR14605573 | 002 | | 1.0 | 0.0083022 | 1.08 | Pass |
| MarkFor | 0 | 0 | N/A | MarkF | 3 | REG | CO17219862 | 001 | Drill Core | 0.26462 | | 0.26 | Pass |
| MarkFor | 0 | 0 | N/A | MarkF | 4 | STD | RR14605573 | 004 | | 3.2825 | | 3.27 | Pass |
| | | | | | 5 | REG | CO17219862 | 002 | Drill Core | 0.70902 | | 0.70 | Pass |
| | | | | | 6 | REG | CO17219862 | 003 | Drill Core | 0.10302 | | 0.10 | Pass |
| | | | | | 7 | REG | CO17219862 | 004 | Drill Core | 0.11514 | | 0.11 | Pass |
| | | | | | 8 | REG | CO17219862 | 005 | Drill Core | 0.076457 | | 0.07 | Pass |

Figura 8: Run lote - calculo al Starlims

Fuente: Analizador de Carbono y Azufre CS230CSH

Starlims

| Run # | ALS code | N | Pos | Type | Workorder | Seq | Samp Type | RAW Res | RRI | Final | Sts |
|----------|-----------|---|-----|------|------------|-----|------------|----------|-----|-------|------|
| 14632171 | FUS-LEC07 | N | 2 | STD | RR14605573 | 002 | | 1.0807 | | 1.08 | Pass |
| 14628589 | S-IR08 | N | 3 | REG | CO17219862 | 001 | Drill Core | 0.26462 | | 0.26 | Pass |
| 14625987 | FUS-LEC07 | N | 4 | STD | RR14605573 | 004 | | 3.2825 | | 3.27 | Pass |
| 14613430 | S-IR08 | N | 5 | REG | CO17219862 | 002 | Drill Core | 0.70902 | | 0.70 | Pass |
| | | N | 6 | REG | CO17219862 | 003 | Drill Core | 0.10302 | | 0.10 | Pass |
| | | N | 7 | REG | CO17219862 | 004 | Drill Core | 0.11514 | | 0.11 | Pass |
| | | N | 8 | REG | CO17219862 | 005 | Drill Core | 0.076457 | | 0.07 | Pass |
| | | N | 9 | REG | CO17219862 | 006 | Drill Core | 0.065448 | | 0.06 | Pass |
| | | N | 10 | REG | CO17219862 | 007 | Drill Core | 2.2624 | | 2.21 | Pass |

Figura 9: Resultados Starlims

Fuente: Sistema de gestión de información de laboratorio LIMS

4.6.5.9. Limpieza

a. Horno de Combustión:

Este mantenimiento se realiza cada 160 muestras leídas o dependiendo de las características de la muestra, ya que la combustión normal desprende polución (especialmente si la muestra es de tipo orgánica), obstruyendo al filtro del cabezal, deteriora los o-ring y genera toda una serie de problemas en el equipo. Esta parte por ser muy manipulada, muchas veces genera muchos puntos de fuga en el equipo, así que se debe realizar un correcto mantenimiento para evitar tener algún tipo de problemas.

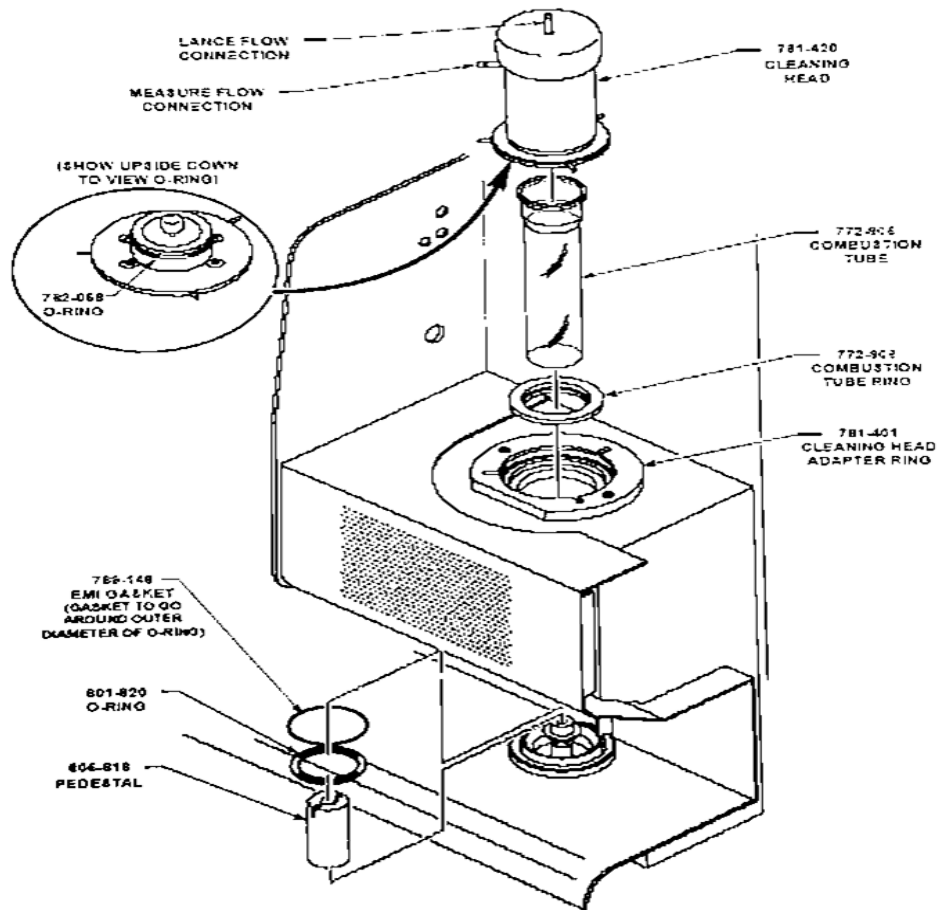


Figura 10: Horno de Combustión

Fuente: ALS Geochemistry, 2014

b. Trampa de Reactivos:

Todas las trampas del equipo tienen la misma dinámica y principio de manejo, el cual es mover el tubo de vidrio/cuarzo hacia arriba para desprender el o-ring inferior y seguidamente bajarlo de forma inclinada para poder sacarlo de su posición (como se indica en la figura del costado derecho)

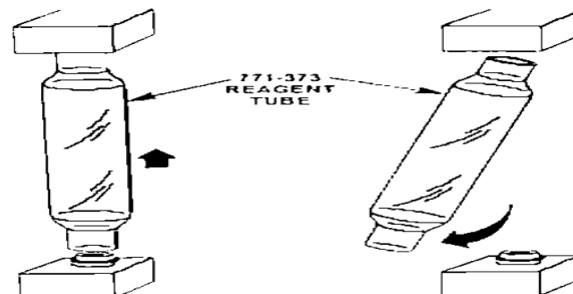


Figura 11: Trampa de reactivos

Fuente: ALS Geochemistry, 2014

Una vez con el tubo fuera se procede a desechar el contenido adecuadamente siguiendo especificaciones técnicas indicadas en cada HOJA DE DATOS DEL MATERIAL y luego se procede a llenarlo con material nuevo para ubicarlo en su respectiva posición.

Aquí se presenta todas las trampas que contiene el equipo, como se mencionó anteriormente todas tienen la misma forma de manejo para el cambio de reactivos.

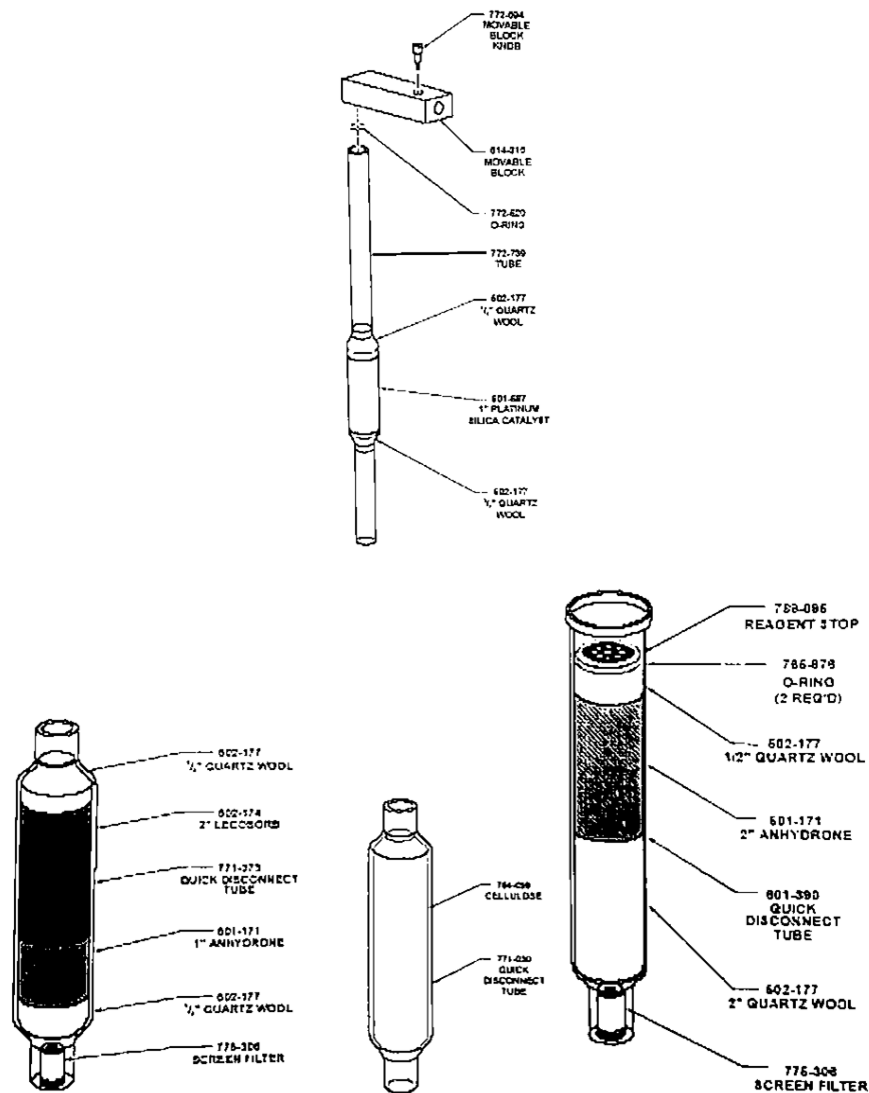


Figura 12: Trampa de reactivo que contiene el equipo

Fuente: ALS Geochemistry, 2014

CAPITULO V

5. RESULTADOS Y DISCUSIONES

Para validar el método de análisis de plomo por método instrumental de absorción atómica, se realizaron determinaciones del analito de una muestra geoquímicas y muestra referencial certificada (MRC) realizadas en el laboratorio ALS PERU S.A. por mi persona en diferentes etapas del proceso de análisis usando el equipo de absorción atómica y las mismas concentraciones de reactivos. Se realizaron en dos etapas y cada una de las etapas con 40 pruebas haciendo un total de 80 pruebas. Las corridas se realizaron con el objetivo de demostrar que los resultados analizados reportan datos confiables, también verificar que no existen diferencias significativas en los resultados de ensayo de los laboratorios. Los resultados se muestran a continuación.

5.1. RESULTADOS DE ANÁLISIS

5.1.1. DATOS DEL PROCEDIMIENTO:

Se ensayaron 40 muestras (o RUN) de las cuales: 1 es una muestra en blanco (BK), 2 son muestras con valor certificado (CMR), 2 son duplicados aleatoriamente de las muestras a analizar y 35 son muestras encomendadas por el cliente; los ensayos que se realizarán a dicho RUN serán los siguientes: determinar las concentraciones de Cobre (soluble y total), Plata, Plomo, Hierro, Zinc, Molibdeno y Azufre, para ello se contara con 1 equipo Espectrofotómetro de Absorción Atómica (Varian240) y 1 equipo Analizador de Carbono y Azufre (LECO CS230).

- Laboratorio: ALS PERU S.A. - Fuerabamba
- Muestras geoquímicas
- Analista: Edison Robert Zapana Roque
- Fecha: Julio – Agosto 2018

5.1.2. DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN

5.1.2.1. PESADO DE MUESTRAS:

Tabla 9: Condiciones para el pesado de muestras

| EQUIPO | | PESA | | PESA | | PESA | | CONFORMIDAD |
|--------------|--------|-----------|---------|-----------|---------|-----------|---------|-------------|
| | | PATRÓN | LBGEPE1 | PATRÓN | LBGEPE2 | PATRÓN | LBGEPE3 | |
| | | (0.2000g) | | (0.5000g) | | (1.0000g) | | |
| LBGEBA 1Q | Med. 1 | 0.1999 | | 0.5001 | | 1.0001 | | |
| | Med. 2 | 0.1999 | 0.19993 | 0.5000 | 0.50003 | 1.0001 | 1.00010 | OK |
| | Med. 3 | 0.2000 | | 0.5000 | | 1.0001 | | |
| LBGEBA 2Q | Med. 1 | 0.2001 | | 0.4999 | | 1.0000 | | |
| | Med. 2 | 0.2000 | 0.20006 | 0.4999 | 0.49990 | 1.0000 | 1.00003 | OK |
| | Med. 3 | 0.2001 | | 0.4999 | | 1.0001 | | |

Fuente. Elaboración propia

Interpretación: De la Tabla 9 se puede determinar que las pesas patrón varían en 0.035% con respecto a los pesos estándares, no llegando al 2% de diferencia que para que sea inaceptable; por lo tanto, se da una conformidad de aceptable y se procede a continuar con los procedimientos.

- 1) Pesado para Método AA05: Para determinación de Cobre Soluble (CuS) el rango de pesado es de 0.95g – 1.05g.
- 2) Pesado para Método AA62: Para determinación de Cobre Total (CuT) el rango de pesado es de 0.36g – 0.40g.
- 3) Pesado para método AA61: Para determinación de plata, plomo, hierro, zinc y molibdeno el rango de pesado es de 0.20g – 0.25g.
- 4) Pesado para método S-IR08: Para determinación de Azufre el rango de pesado es de 0.0950g – 0.1010g.

5.1.2.2. DIGESTION DE MUESTRAS:**Tabla 10: Condiciones para la digestión de muestras**

| REGISTROS | CICLO | CONFORMIDAD |
|---|---------|-------------|
| • Verificación de dispensadores | Diario | OK |
| • Verificación de HotBlock's | Diario | OK |
| • Verificación de Planchas de Ataque Químico | Diario | OK |
| • Verificación de materiales de vidrio | Mensual | OK |

Fuente. Elaboración propia

Interpretación: De la tabla 10 se resume el ciclo de las verificaciones que se hacen en el área de Digestión de Muestras antes de emprender un turno de trabajo nuevo.

- 1) Digestión para método AA05: El ataque químico se realiza con ácido sulfúrico al 5% durante 1 hora.
- 2) Digestión para método AA62: El ataque químico se realiza con ácido nítrico, ácido perclórico, ácido fluorhídrico y finalmente se afora en una fiola de volumen 100ml con una solución de ácido clorhídrico.
- 3) Digestión para método AA61: el ataque químico se realiza con ácido nítrico, ácido perclórico, ácido fluorhídrico para finalmente adicionarle ácido clorhídrico llegándose a tener un volumen final de 12.5ml.

5.1.2.3. LECTURA DE MUESTRAS:**Tabla 11: Condiciones estándar en absorción atómica**

| Elemento | Longitud de onda (nm) | Slit (nm) | Ruido relativo | Flama | Corrección de Fondo (BG) | Quemador (cm) |
|----------|-----------------------|-----------|----------------|---------------------------|--------------------------|---------------|
| Cu | 324.8 | 0.7 | <1.00 | Aire – Acetileno | Off | 10 |
| Ag | 328.1 | 0.7 | <1.00 | Aire – Acetileno | On | 10 |
| Pb | 283.3 | 0.7 | 0.43 | Aire – Acetileno | On | 10 |
| Fe | 248.3 | 0.7 | <1.00 | Aire – Acetileno | Off | 5 |
| Zn | 213.9 | 0.7 | <1.00 | Aire – Acetileno | On | 10 |
| Mo | 313.3 | 0.5 | <1.00 | Óxido Nitroso - Acetileno | Off | 5 |

Fuente. Elaboración propia

Tabla 12: Parámetros de trabajo del AAS

| Medición | Time average |
|------------------------------|--------------|
| Tiempo de lectura (seg.) | 2 |
| Repeticiones | 3 |
| Combinación de gases: | |
| Acetileno (psi) | 11 |
| Aire (psi) | 50 |
| Óxido Nitroso (psi) | 40 |

Fuente. Elaboración propia

Tabla 13: Parámetros para el equipo analizador de C y S

| Elemento | Acelerador de Cu (g) | Acelerador de Fe (g) | Flow | Reacción | Tiempo de Lectura (s) | Resultado |
|---------------|----------------------|----------------------|----------------------------|---------------------------|-----------------------|-----------|
| Azufre | 1.0 | 1.0 | Aire – Óxido nitroso | Convección – Inducción | 40-60 | % |

Fuente. Elaboración propia

Tabla 14: Lecturas de cobre soluble (AA05)

| N° | Analito | Cu-AA05 |
|-----------|----------------|---------|
| | Unidades | % |
| 1 | BK | <0.001 |
| 2 | GBM999-8 | 0.183 |
| 3 | LB17284593M001 | 1.223 |
| 4 | LB17284593M002 | 0.084 |
| 5 | LB17284593M003 | 1.644 |
| 6 | LB17284593M004 | 1.126 |
| 7 | LB17284593M005 | 0.09 |
| 8 | LB17284593M006 | 0.877 |
| 9 | LB17284593M007 | 0.425 |
| 10 | LB17284593M008 | 3.457 |
| 11 | LB17284593M009 | 3.23 |
| 12 | LB17284593M010 | 2.402 |
| 13 | LB17284593M011 | 1.76 |
| 14 | LB17284593M012 | 1.152 |
| 15 | LB17284593M013 | 1.641 |

| N° | Analito | Cu-AA05 |
|----|----------------|---------|
| | Unidades | % |
| 16 | LB17284593M014 | 5.46 |
| 17 | LB17284593M015 | 4.953 |
| 18 | LB17284593M016 | 4.774 |
| 19 | LB17284593M017 | 3.04 |
| 20 | LB17284593M018 | 2.187 |
| 21 | OREAS 907 | 0.538 |
| 22 | LB17284593M019 | 0.001 |
| 23 | LB17284593M020 | 0.942 |
| 24 | LB17284593M021 | 0.957 |
| 25 | LB17284593M022 | 0.87 |
| 26 | LB17284593M023 | 0.076 |
| 27 | LB17284593M024 | 1.141 |
| 28 | LB17284593M025 | 0.094 |
| 29 | LB17284593M026 | 1.216 |
| 30 | LB17284593M027 | 0.974 |
| 31 | LB17284593M028 | 0.942 |
| 32 | LB17284593M029 | 0.533 |
| 33 | LB17284593M030 | 0.428 |
| 34 | LB17284593M031 | 1.941 |
| 35 | LB17284593M032 | 0.784 |
| 36 | LB17284593M033 | 0.442 |
| 37 | LB17284593M034 | 0.32 |
| 38 | LB17284593M035 | 1.484 |
| 39 | LB17284593M010 | 2.375 |
| 40 | LB17284593M020 | 0.956 |

Leyenda:

| | |
|--|-----------------------|
| | Blanco |
| | Muestras certificadas |
| | Muestras duplicadas |

Fuente: elaboración propia

Comentario: La tabla 14 muestra los resultados de los análisis con equipo de Absorción Atómica y se realiza la verificación de dichos resultados con las Cartas de Control de Calidad (QCC) que se muestran en las figuras 7 y 8.

Tabla 15: Lecturas de cobre total (AA62)

| N° | Analito | Cu-AA62 |
|----|----------------|---------|
| | Unidades | % |
| 1 | BK | <0.001 |
| 2 | GBM306-12 | 1.473 |
| 3 | LB17284593M001 | 2.114 |
| 4 | LB17284593M002 | 0.112 |
| 5 | LB17284593M003 | 1.958 |
| 6 | LB17284593M004 | 1.513 |
| 7 | LB17284593M005 | 0.124 |
| 8 | LB17284593M006 | 0.949 |
| 9 | LB17284593M007 | 0.644 |
| 10 | LB17284593M008 | 3.79 |
| 11 | LB17284593M009 | 3.553 |
| 12 | LB17284593M010 | 2.742 |
| 13 | LB17284593M011 | 2.017 |
| 14 | LB17284593M012 | 1.457 |
| 15 | LB17284593M013 | 1.885 |
| 16 | LB17284593M014 | 5.694 |
| 17 | LB17284593M015 | 5.213 |
| 18 | LB17284593M016 | 5.018 |
| 19 | LB17284593M017 | 3.442 |
| 20 | LB17284593M018 | 2.337 |
| 21 | OGGeo08 | 0.829 |
| 22 | LB17284593M019 | 0.002 |
| 23 | LB17284593M020 | 1.238 |
| 24 | LB17284593M021 | 1.304 |
| 25 | LB17284593M022 | 1.145 |
| 26 | LB17284593M023 | 0.116 |
| 27 | LB17284593M024 | 1.244 |
| 28 | LB17284593M025 | 0.219 |
| 29 | LB17284593M026 | 1.38 |
| 30 | LB17284593M027 | 1.419 |
| 31 | LB17284593M028 | 1.358 |
| 32 | LB17284593M029 | 0.871 |
| 33 | LB17284593M030 | 0.56 |
| 34 | LB17284593M031 | 2.049 |
| 35 | LB17284593M032 | 0.994 |
| 36 | LB17284593M033 | 0.591 |
| 37 | LB17284593M034 | 0.456 |
| 38 | LB17284593M035 | 1.642 |
| 39 | LB17284593M010 | 2.738 |
| 40 | LB17284593M020 | 1.231 |

Leyenda:

| | |
|--|-----------------------|
| | Blanco |
| | Muestras certificadas |
| | Muestras duplicadas |

Fuente: Elaboración propia

Comentario: La tabla 15 muestra los resultados de los análisis con equipo de Absorción Atómica y se realiza la verificación de dichos resultados con las Cartas de Control de Calidad (QCC) que se muestran en las figuras 9 y 10.

Tabla 16: Lecturas de plata, plomo, hierro, zinc y molibdeno (AA61)

| N° | Analito | Ag-AA61 | Pb- AA61 | Fe- AA61 | Zn-AA61 | Mo-AA61 |
|----|----------------|----------|-------------|-------------|---------|---------|
| | | Unidades | Ppm | Ppm | % | ppm |
| 1 | BK | <0.1 | <5 | <1 | <5 | <5 |
| 2 | MRGeo08 | 4.4 | 1074 | 3.95 | 801 | 16 |
| 3 | LB17284593M001 | 1.4 | <5 | 3.5 | 44 | 14 |
| 4 | LB17284593M002 | 3.5 | <5 | 3.45 | 30 | 3 |
| 5 | LB17284593M003 | 1.2 | <5 | 4.5 | 17 | 3 |
| 6 | LB17284593M004 | 0.1 | <5 | 1.74 | 16 | 4 |
| 7 | LB17284593M005 | 0.9 | 6 | 2.45 | 54 | 4 |
| 8 | LB17284593M006 | 1.5 | <5 | 2.64 | 25 | 10 |
| 9 | LB17284593M007 | 1.4 | <5 | 2.45 | 77 | 12 |
| 10 | LB17284593M008 | 2.5 | <5 | 4.21 | 23 | 65 |
| 11 | LB17284593M009 | 2.8 | <5 | 3.98 | 24 | 84 |
| 12 | LB17284593M010 | 3.5 | <5 | 2.29 | 21 | 121 |
| 13 | LB17284593M011 | 2.5 | <5 | 1.8 | 47 | 104 |
| 14 | LB17284593M012 | 1 | 6 | 1.49 | 36 | 32 |
| 15 | LB17284593M013 | 0.8 | 6 | 1.5 | 66 | 21 |
| 16 | LB17284593M014 | 3.4 | <5 | 1.51 | 24 | 12 |
| 17 | LB17284593M015 | 3.2 | <5 | 3.85 | 25 | 12 |
| 18 | LB17284593M016 | 3 | <5 | 4.21 | 17 | 10 |
| 19 | LB17284593M017 | 3.1 | <5 | 6.2 | 18 | 9 |
| 20 | LB17284593M018 | 1.1 | <5 | 1.77 | 39 | 4 |
| 21 | OREAS 502b | 2.1 | 31 | 5.55 | 131 | 240 |
| 22 | LB17284593M019 | 0 | 9 | 3.21 | 70 | 4 |
| 23 | LB17284593M020 | 0.8 | 5 | 0.74 | 55 | 3 |
| 24 | LB17284593M021 | 0.7 | 5 | 4.12 | 45 | 3 |
| 25 | LB17284593M022 | 0.5 | <5 | 3.17 | 47 | 3 |

| N° | Analito | Ag-AA61 | Pb-AA61 | Fe-AA61 | Zn-AA61 | Mo-AA61 |
|----|----------------|----------|---------|---------|---------|---------|
| | | Unidades | Ppm | Ppm | % | ppm |
| 26 | LB17284593M023 | 0 | 5 | 1.57 | 16 | 3 |
| 27 | LB17284593M024 | 1 | 7 | 1.64 | 13 | 3 |
| 28 | LB17284593M025 | 0.1 | 7 | 0.94 | 58 | 4 |
| 29 | LB17284593M026 | 0.1 | <5 | 1.56 | 59 | 3 |
| 30 | LB17284593M027 | 0.1 | 5 | 1.22 | 17 | 3 |
| 31 | LB17284593M028 | 0.1 | <5 | 3.84 | 15 | 3 |
| 32 | LB17284593M029 | 1 | 5 | 3.45 | 15 | 3 |
| 33 | LB17284593M030 | 0.1 | <5 | 3.78 | 67 | 3 |
| 34 | LB17284593M031 | 0.8 | <5 | 3.64 | 25 | 3 |
| 35 | LB17284593M032 | 0.8 | 6 | 3.47 | 31 | 3 |
| 36 | LB17284593M033 | 1 | <5 | 3.98 | 19 | 10 |
| 37 | LB17284593M034 | 0.4 | 6 | 3.44 | 34 | 11 |
| 38 | LB17284593M035 | 0.2 | <5 | 1.87 | 32 | 9 |
| 39 | LB17284593M010 | 3.5 | <5 | 2.31 | 20 | 120 |
| 40 | LB17284593M020 | 0.7 | 5 | 0.72 | 57 | 3 |

Leyenda:

| | |
|--|-----------------------|
| | Blanco |
| | Muestras certificadas |
| | Muestras duplicadas |

Fuente: Elaboración propia

Comentario: La tabla 16 muestra los resultados de los análisis con equipo de Absorción Atómica y se realiza la verificación de dichos resultados con las Cartas de Control de Calidad (QCC) que se muestran en las figuras del 11 al 20.

Tabla 17: Lecturas de Azufre (IR08)

| N° | Analito | S-IR08 |
|----|----------------|--------|
| | unidades | % |
| 1 | BK | <0.01 |
| 2 | GS398-2 | 1.12 |
| 3 | LB17284593M001 | 0.22 |
| 4 | LB17284593M002 | 0.08 |
| 5 | LB17284593M003 | 1.04 |
| 6 | LB17284593M004 | 1.26 |
| 7 | LB17284593M005 | 0.09 |
| 8 | LB17284593M006 | 0.87 |

| N° | Analito | S-IR08 |
|----|----------------|--------|
| | unidades | % |
| 9 | LB17284593M007 | 0.22 |
| 10 | LB17284593M008 | 0.01 |
| 11 | LB17284593M009 | 0.23 |
| 12 | LB17284593M010 | 0.02 |
| 13 | LB17284593M011 | 0.76 |
| 14 | LB17284593M012 | 0.02 |
| 15 | LB17284593M013 | 0.64 |
| 16 | LB17284593M014 | 1.46 |
| 17 | LB17284593M015 | 1.95 |
| 18 | LB17284593M016 | 1.77 |
| 19 | LB17284593M017 | 0.04 |
| 20 | LB17284593M018 | 0.18 |
| 21 | GS900-5 | 0.34 |
| 22 | LB17284593M019 | 0.01 |
| 23 | LB17284593M020 | 0.94 |
| 24 | LB17284593M021 | 0.95 |
| 25 | LB17284593M022 | 0.87 |
| 26 | LB17284593M023 | 0.07 |
| 27 | LB17284593M024 | 1.14 |
| 28 | LB17284593M025 | 0.09 |
| 29 | LB17284593M026 | 1.21 |
| 30 | LB17284593M027 | 0.97 |
| 31 | LB17284593M028 | 0.94 |
| 32 | LB17284593M029 | 0.23 |
| 33 | LB17284593M030 | 0.02 |
| 34 | LB17284593M031 | 1.04 |
| 35 | LB17284593M032 | 0.28 |
| 36 | LB17284593M033 | 0.14 |
| 37 | LB17284593M034 | 0.22 |
| 38 | LB17284593M035 | 0.78 |
| 39 | LB17284593M010 | 0.02 |
| 40 | LB17284593M020 | 0.95 |

Legenda:

| | |
|--|-----------------------|
| | Blanco |
| | Muestras certificadas |
| | Muestras duplicadas |

Fuente: Elaboración propia

Comentario: La tabla 17 muestra los resultados de los análisis con equipo Analizador de Carbono y Azufre (LECO) y se realiza la verificación de dichos resultados con las Cartas de Control de Calidad (QCC) que se muestran en las figuras 21 y 22.

5.1.2.4. CARTAS DE CONTROL PARA LA APROBACIÓN DE RESULTADOS:

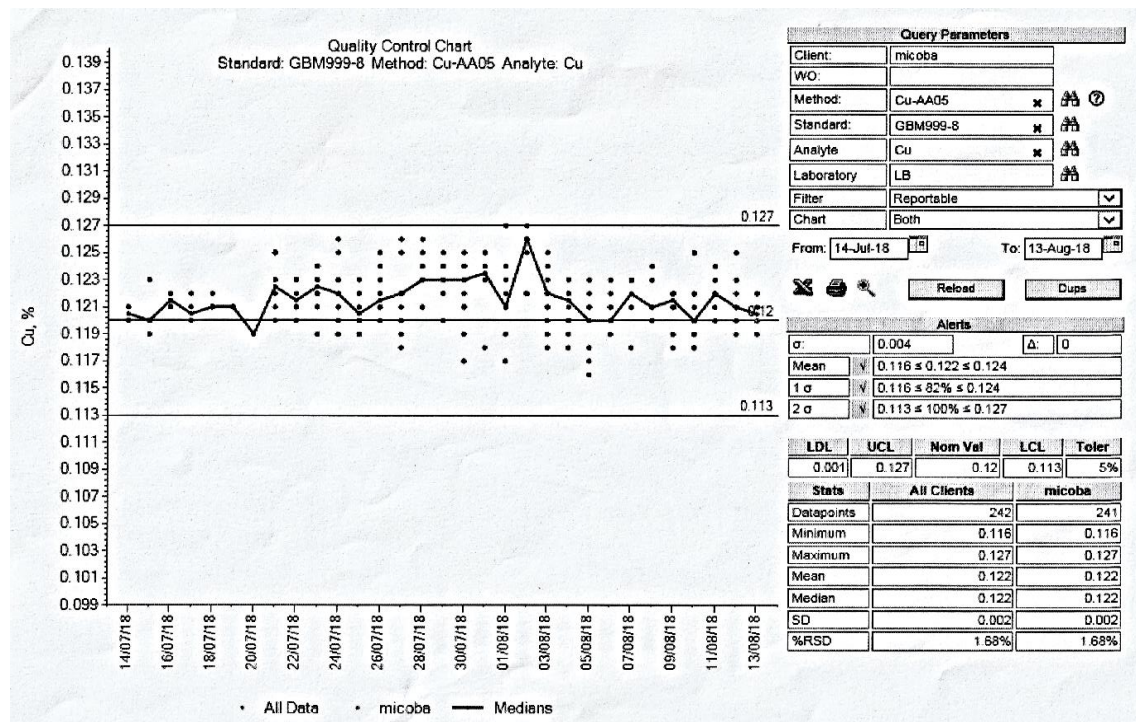


Figura 13: Carta de control de calidad método Cu-AA05 (GBM999-8)

Fuente: Quality control chart-Webview

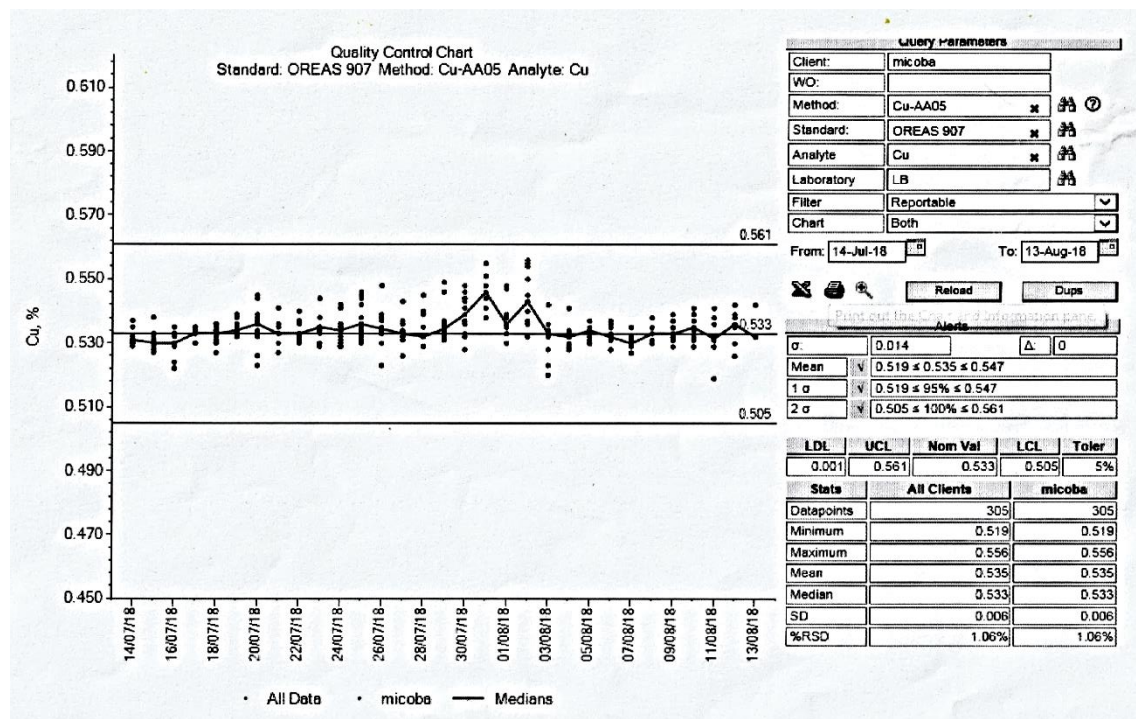


Figura 14: Carta de control de Calidad método Cu-AA05 (OREAS 907)

Fuente: Quality control chart-Webview

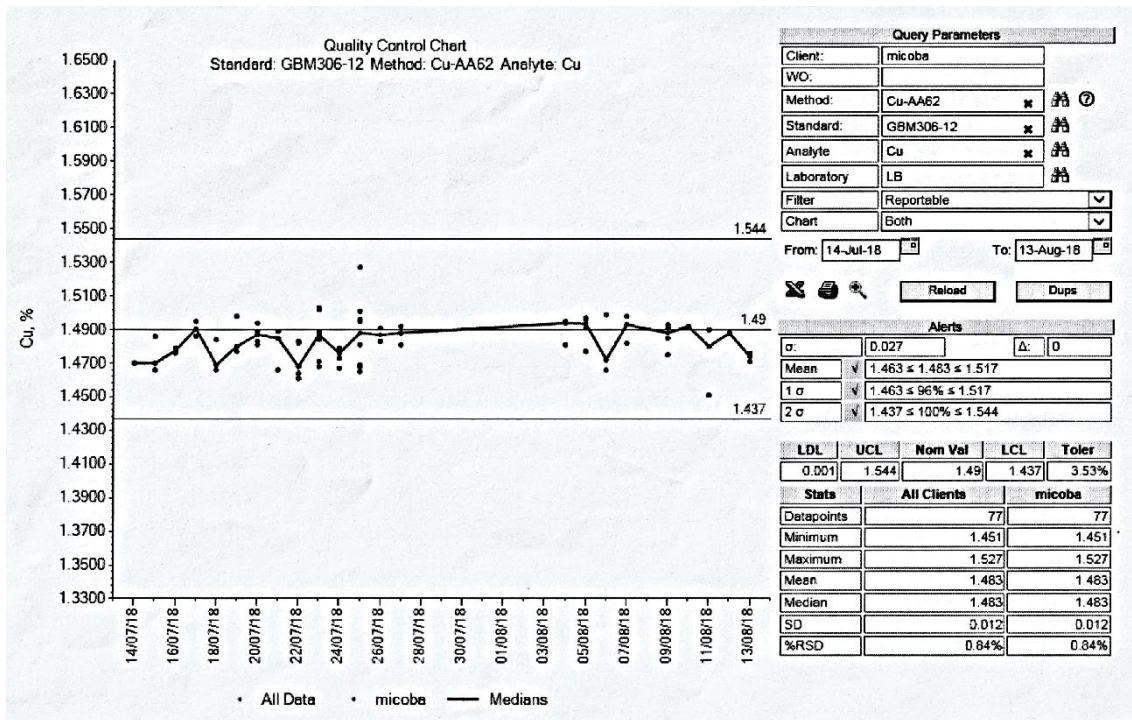


Figura 15: Carta de control de Calidad método Cu-AA62 (GBM306-12)

Fuente: Quality control chart-Webview

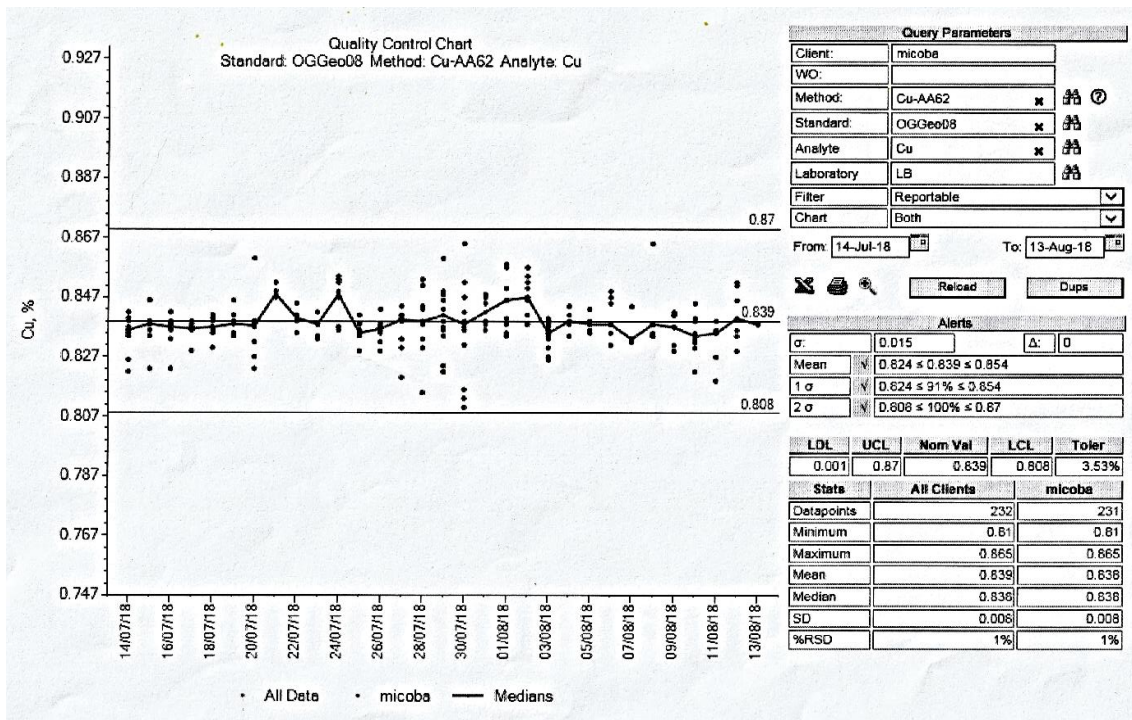


Figura 16: Carta de control de Calidad método Cu-AA62 (OGGeo08)

Fuente: Quality control chart-Webview

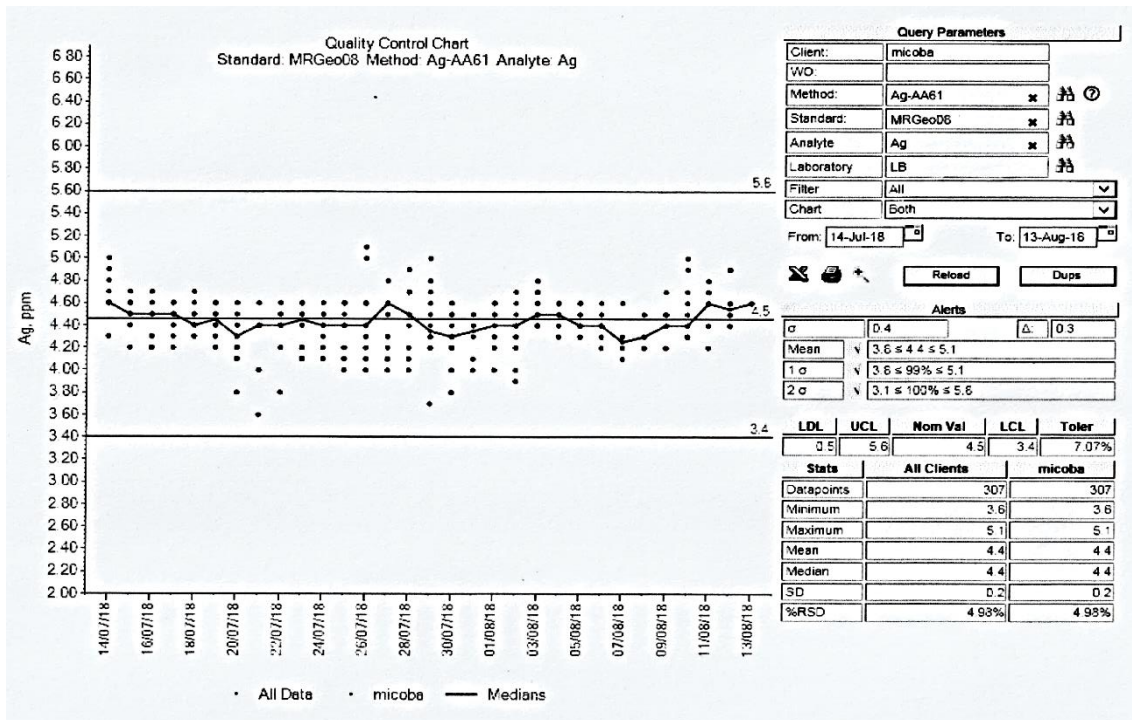


Figura 17: Carta de control de Calidad método Ag-AA61 (MRGeo08)

Fuente: Quality control chart-Webview

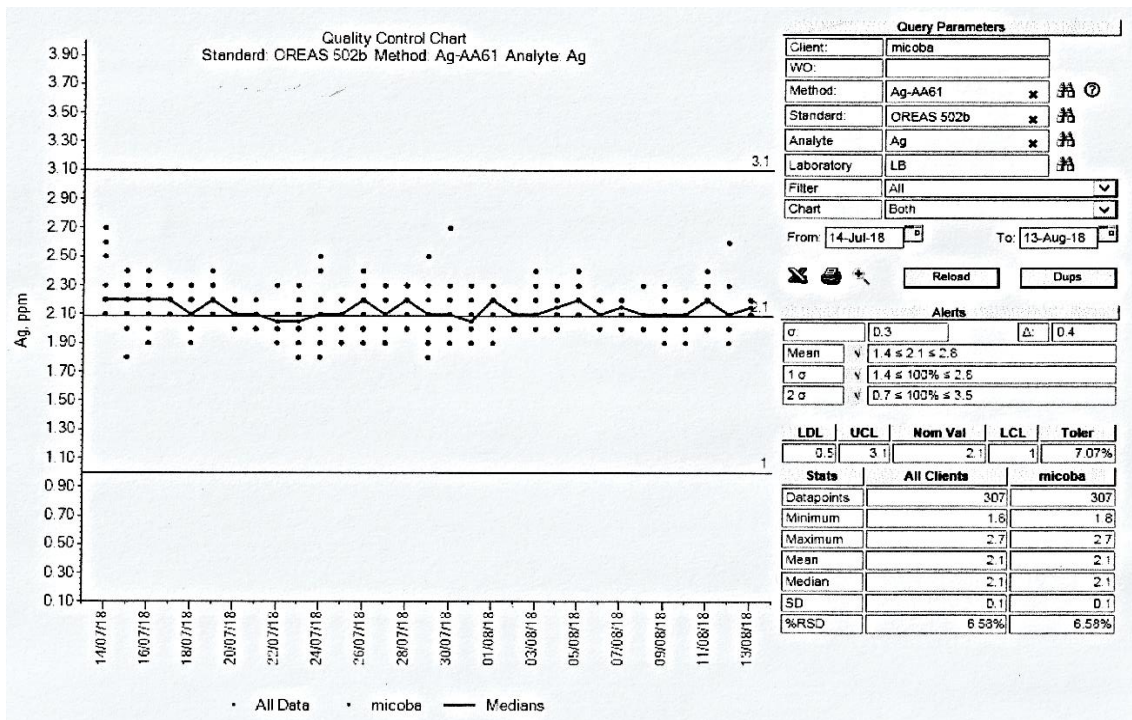


Figura 18: Carta de control de Calidad método Ag-AA61 (OREAS 502b)

Fuente: Quality control chart

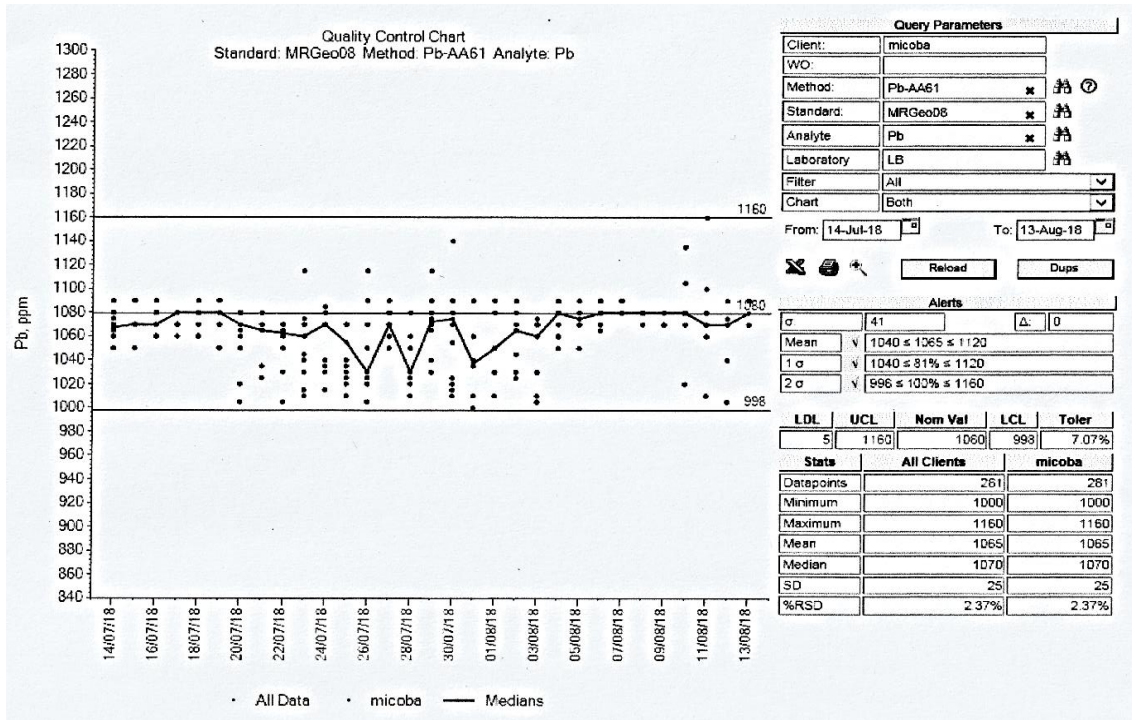


Figura 19: Carta de control de Calidad método Pb-AA61 (MRGeo08)

Fuente: Quality control chart-Webview

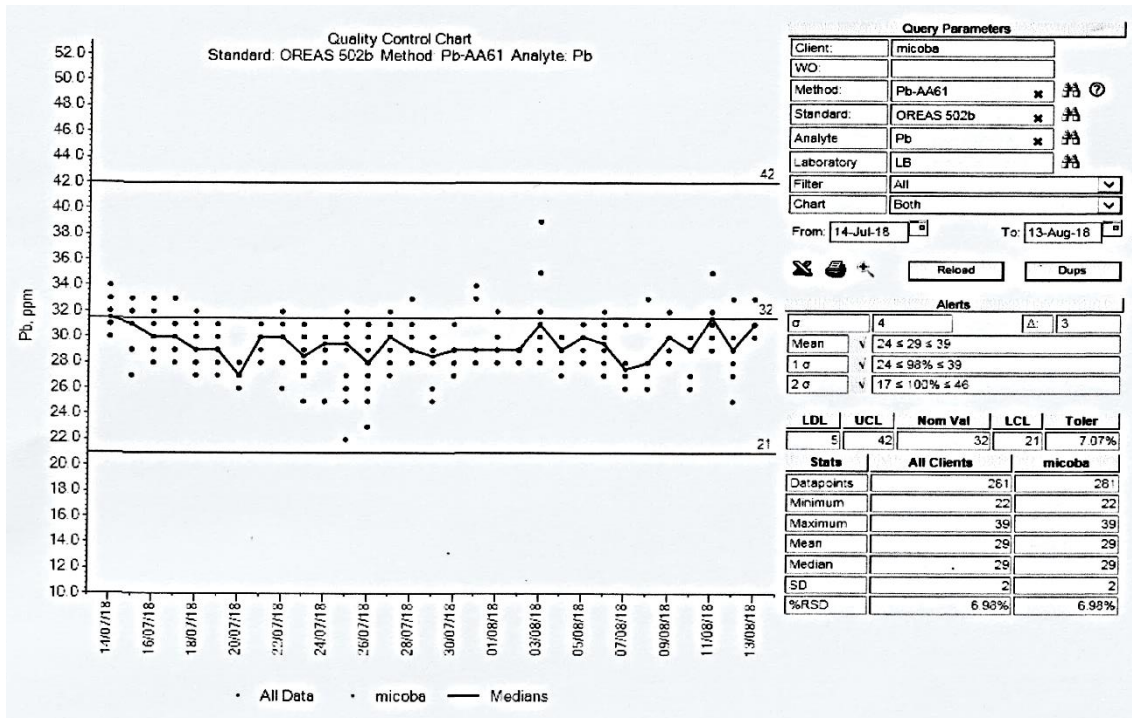


Figura 20: Carta de control de Calidad método Pb-AA61 (OREAS 502b)

Fuente: Quality control chart-Webview

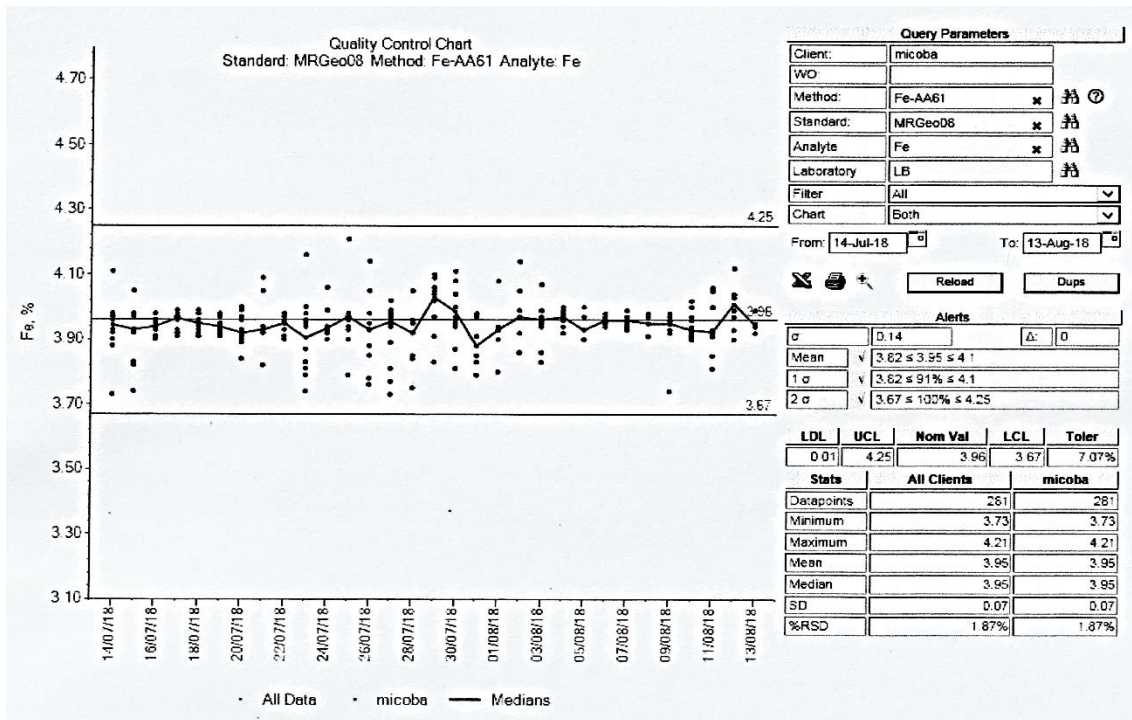


Figura 21: Carta de control de Calidad método Fe-AA61 (MRGeo08)

Fuente: Quality control chart-Webview

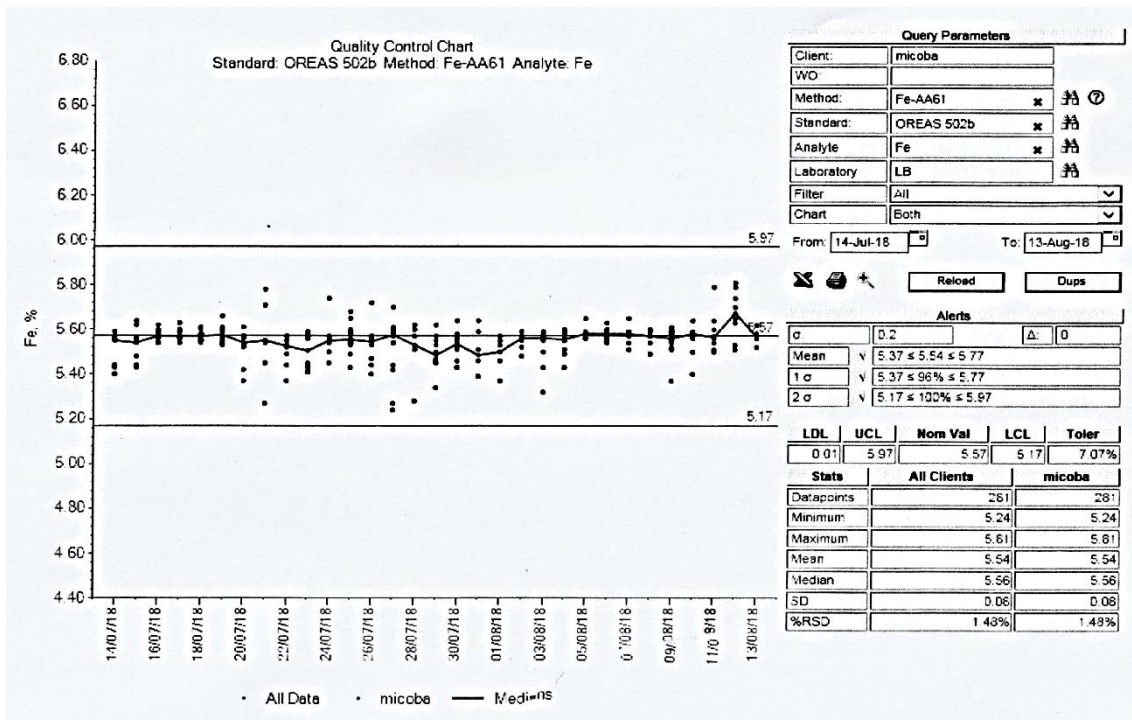


Figura 22: Carta de control de Calidad método Fe-AA61 (OREAS 502b)

Fuente: Quality control chart

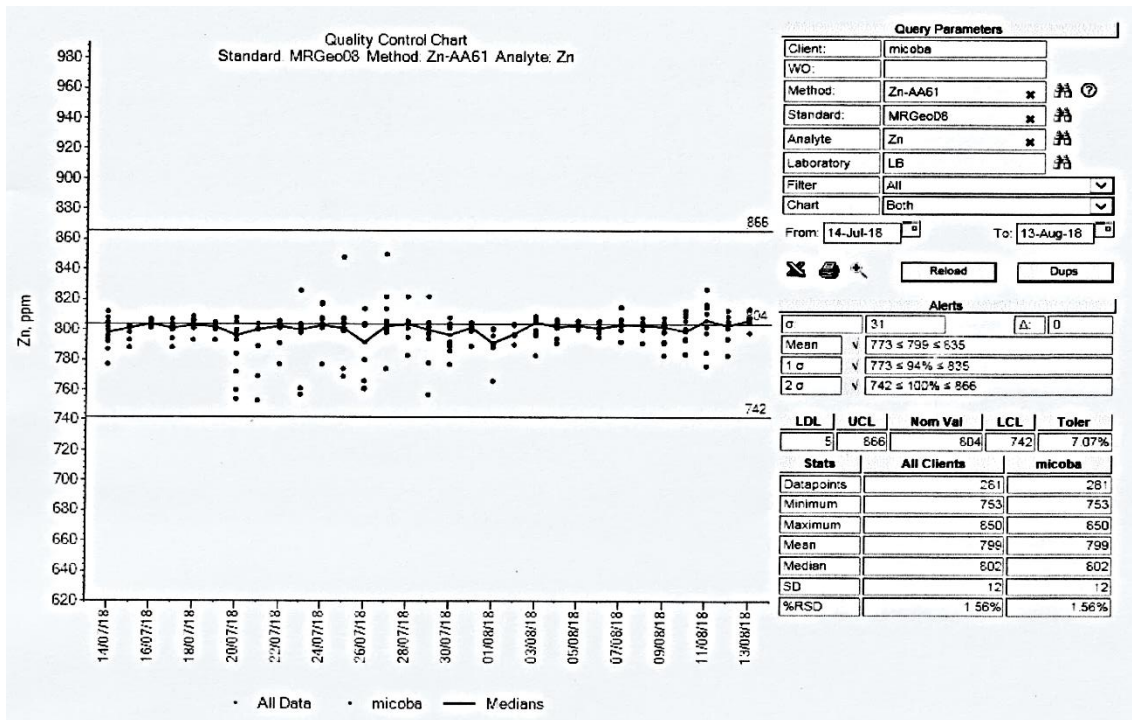


Figura 23: Carta de control de Calidad método Zn-AA61 (MRGeo08)

Fuente: Quality control chart-Webview

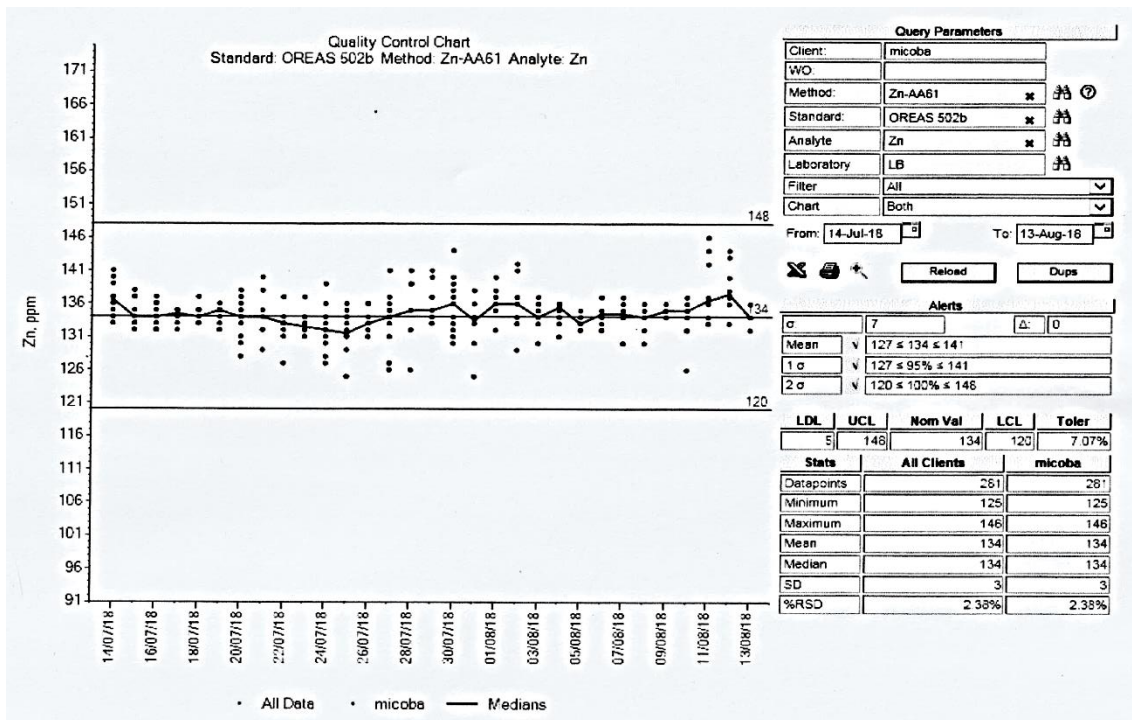


Figura 24: Carta de control de Calidad método Zn-AA61 (OREAS 502b)

Fuente: Quality control chart-Webview

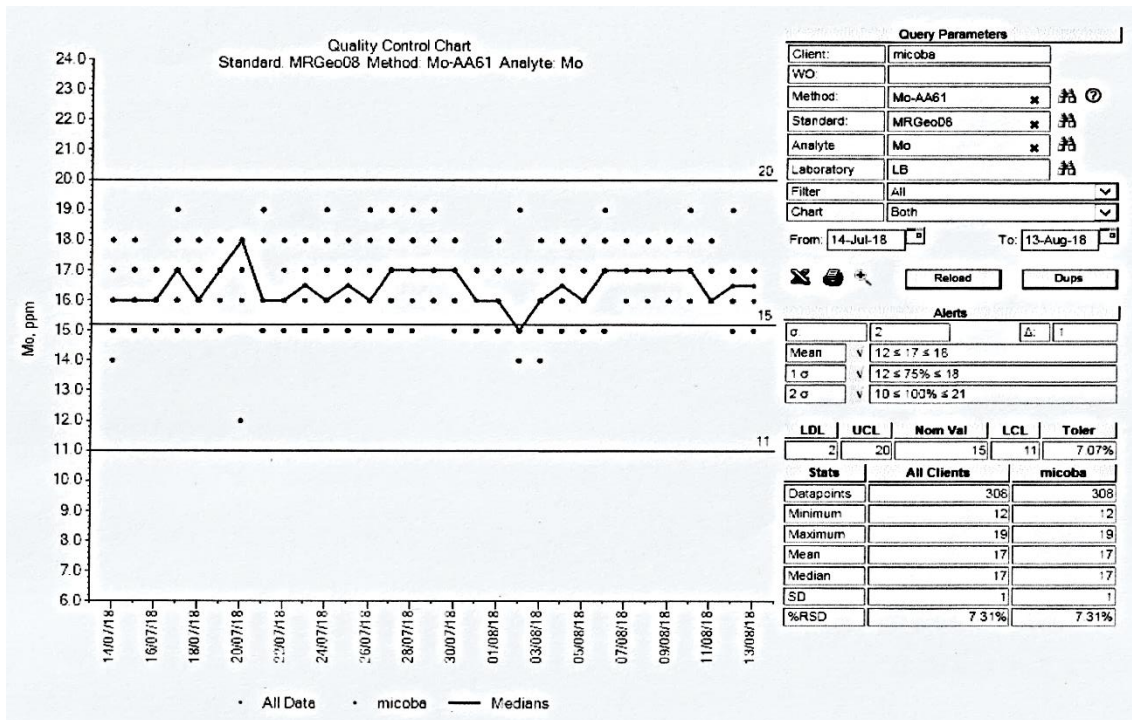


Figura 25: Carta de control de Calidad método Mo-AA61 (MRGeo08)

Fuente: Quality control chart-Webview

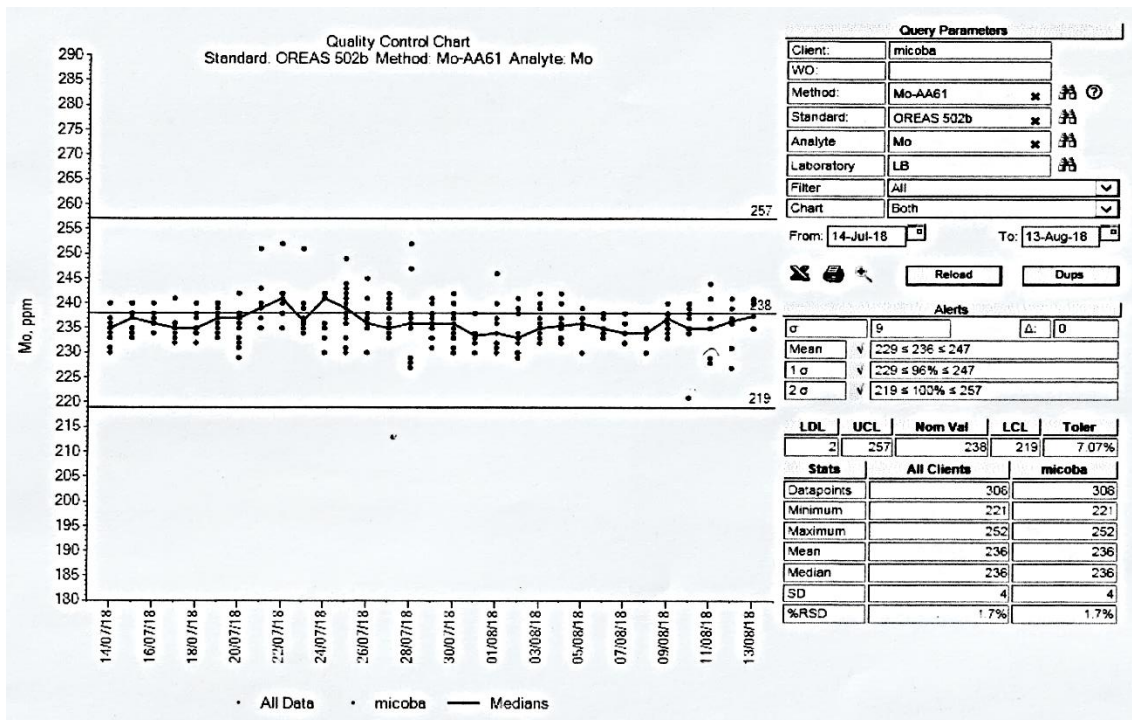


Figura 26: Carta de control de Calidad método Mo-AA61 (OREAS 502b)

Fuente: Quality control chart-Webview

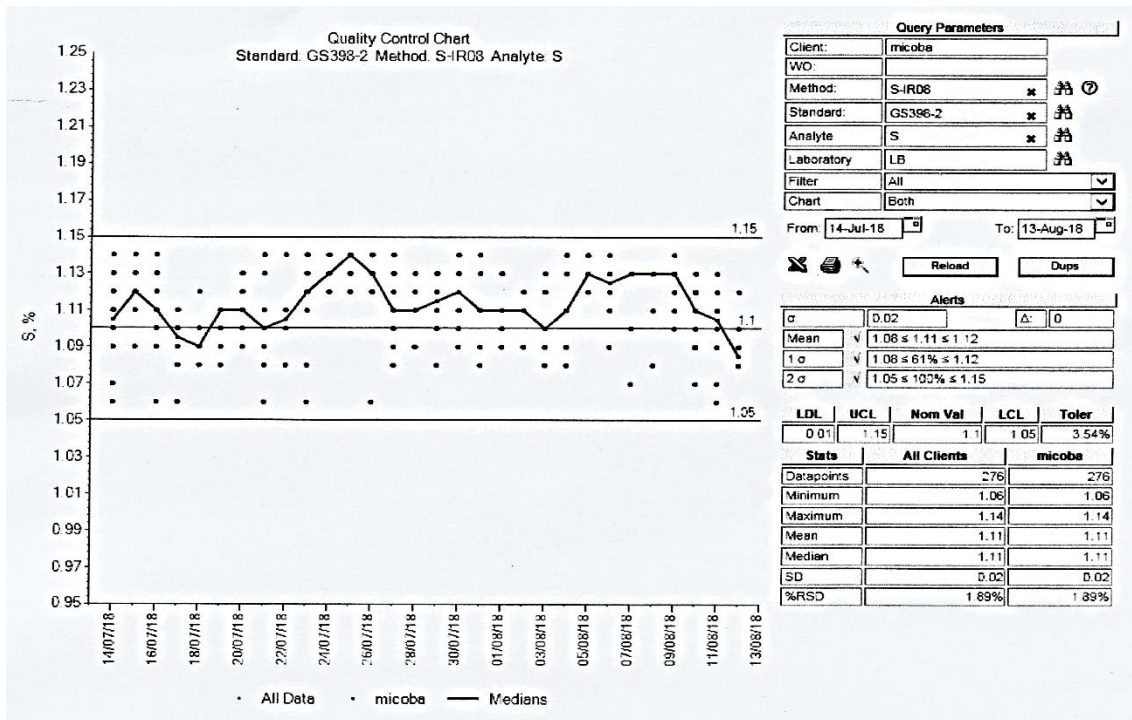


Figura 27: Carta de control de Calidad método S-IR08 (GS398-2)

Fuente: Quality control chart-Webview

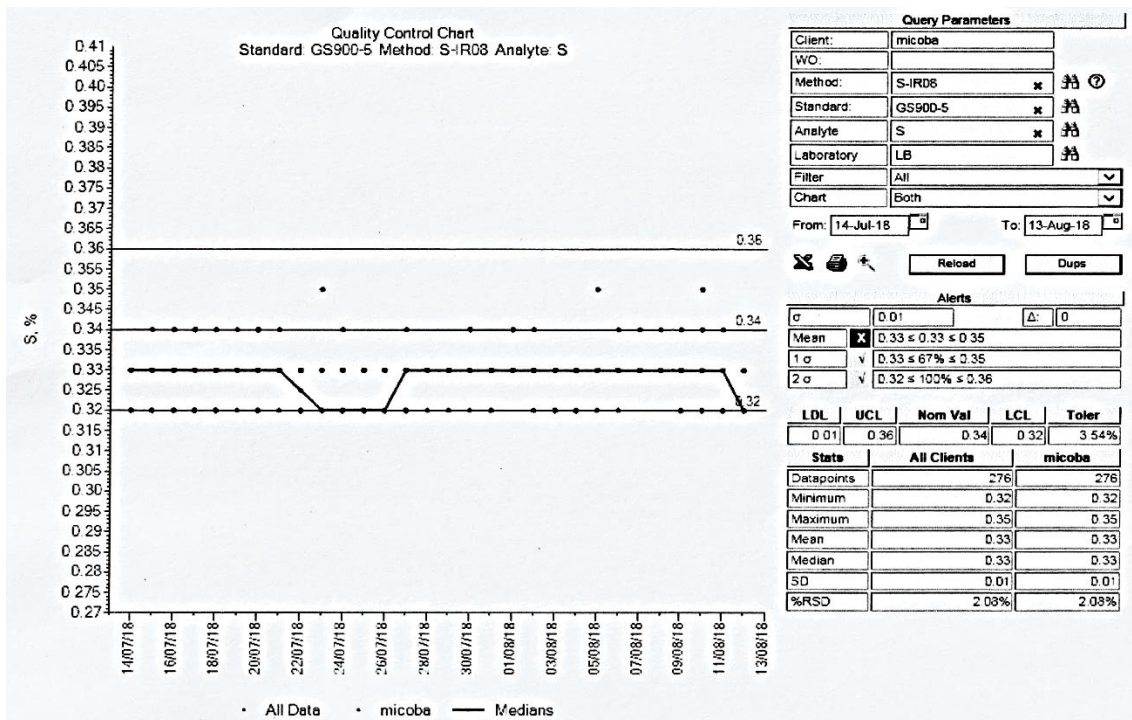


Figura 28: Carta de control de Calidad método S-IR08 (GS900-5)

Fuente: Quality control chart-Webview

5.1.2.5. INTERPRETACIONES DE LOS RESULTADOS DE LAS LECTURAS:

Interpretación 1: En la Tabla 14. La lectura del **Blanco (BK)** para el análisis de **CuS** es <0.0001 lo que indica que es correcto, para las muestras certificadas (más conocidas como muestras patrones) tales como GBM999-8 el valor es 0.183% y OREAS 907 es 0.538%, verificando el certificado de muestras patrones (figuras 13 y 14) se observa que los resultados están dentro del rango de trabajo. Los valores para muestras duplicadas LB17284593M010 son de 2.402% y 2.375% habiendo una diferencia de 1.14% y para la muestra LB17284593M020 es de 0.942% y 0.956% siendo la diferencia de 1.46%. Lo que indica que en ambos duplicados no se exceden del 5% de tolerancia, una vez revisado estos indicadores el RUN es aceptado y aprobado.

Interpretación 2: En la Tabla 15. La lectura del **Blanco (BK)** para el análisis de **CuT** es <0.0001 lo que indica que es correcto, para las muestras certificadas (más conocidas como muestras patrones) tales como GBM306-12 el valor es 1.473% y OGGeo08 es 0.829%, verificando el certificado de muestras patrones (figuras 15 y 16) se observa que los resultados están dentro del rango de trabajo. Los valores para muestras duplicadas LB17284593M010 son de 2.742% y 2.738% habiendo una diferencia de 0.15%, y para la muestra LB17284593M020 es de 1.238% y 1.231% siendo la diferencia de 0.57%. Lo que indica que en ambos duplicados no se exceden del 5% de tolerancia, una vez revisado estos indicadores el RUN es aceptado y aprobado.

Interpretación 3: En la Tabla 16. La lectura del **Blanco (BK)** para el análisis de **Ag** es <0.1 lo que indica que es correcto, para las muestras certificadas (más conocidas como muestras patrones) tales como MRGeo08 el valor es 4.4ppm y OREAS 502b es 2.1ppm, verificando el certificado de muestras patrones (figuras 17 y 18) se observa que los resultados están dentro del rango de trabajo. Los valores para muestras duplicadas LB17284593M010 son de 3.5ppm y 3.5ppm habiendo una diferencia de 0.0ppm, y para la muestra LB17284593M020 es de 0.8ppm y 0.7ppm siendo la diferencia de 0.1ppm (para valores cercanos o por debajo al límite de detección hasta 0.5ppm). Lo que indica que en ambos duplicados no se exceden de los rangos de tolerancia, una vez revisado estos indicadores el RUN es aceptado y aprobado.

Interpretación 4: En la Tabla 16. La lectura del **Blanco (BK)** para el análisis de **Pb** es $<5\text{ppm}$ lo que indica que es correcto, para las muestras certificadas (más conocidas como muestras patrones) tales como MRGeo08 el valor es 1074ppm y OREAS 502b es 31ppm , verificando el certificado de muestras patrones (figuras 19 y 20) se observa que los resultados están dentro del rango de trabajo. Los valores para muestras duplicadas LB17284593M010 son de $<5\text{ppm}$ y $<5\text{ppm}$ habiendo una diferencia de 0% , y para la muestra LB17284593M020 es de 5ppm y 5ppm siendo la diferencia de 0% (para valores cercanos o por debajo al límite de detección hasta 5ppm). Lo que indica que en ambos duplicados no se exceden los de tolerancia, una vez revisado estos indicadores el RUN es aceptado y aprobado.

Interpretación 5: En la Tabla 16. La lectura del **Blanco (BK)** para el análisis de **Fe** es <1.00 lo que indica que es correcto, para las muestras certificadas (más conocidas como muestras patrones) tales como MRGeo08 el valor es 3.95% y OREAS 502b es 5.55% , verificando el certificado de muestras patrones (figuras 21 y 22) se observa que los resultados están dentro del rango de trabajo. Los valores para muestras duplicadas LB17284593M010 son de 2.29% y 2.31% habiendo una diferencia de 0.87% , y para la muestra LB17284593M020 es de 0.74% y 0.72% siendo la diferencia de 2.78% . Lo que indica que en ambos duplicados no se exceden del 5% de tolerancia, una vez revisado estos indicadores el RUN es aceptado y aprobado.

Interpretación 6: en la Tabla 16. La lectura del **Blanco (BK)** para el análisis de **Zn** es <5 lo que indica que es correcto, para las muestras certificadas (más conocidas como muestras patrones) tales como MRGeo08 el valor es 801ppm y OREAS 502b es 131ppm , verificando el certificado de muestras patrones (figuras 23 y 24) se observa que los resultados están dentro del rango de trabajo. Los valores para muestras duplicadas LB17284593M010 son de 21ppm y 20ppm habiendo una diferencia de 1ppm , y para la muestra LB17284593M020 es de 55ppm y 57ppm siendo la diferencia de 2ppm (para valores cercanos o por debajo al límite de detección hasta 5ppm). Lo que indica que en ambos duplicados no se exceden los de tolerancia, una vez revisado estos indicadores el RUN es aceptado y aprobado.

Interpretación 7: en la Tabla 16. La lectura del **Blanco (BK)** para el análisis de **Mo** es <5 lo que indica que es correcto, para las muestras certificadas (más conocidas como muestras patrones) tales como MRGeo08 el valor es 16ppm y OREAS 502b es 240ppm, verificando el certificado de muestras patrones (figuras 25 y 26) se observa que los resultados están dentro del rango de trabajo. Los valores para muestras duplicadas LB17284593M010 son de 121ppm y 120ppm habiendo una diferencia de 1ppm, y para la muestra LB17284593M020 es de 3ppm y 3ppm siendo la diferencia de 0% (para valores cercanos o por debajo al límite de detección hasta 5ppm). Lo que indica que en ambos duplicados no se exceden del 5% de tolerancia, una vez revisado estos indicadores el RUN es aceptado y aprobado.

Interpretación 8: en la Tabla 17. La lectura del **Blanco (BK)** para el análisis de **S** es $<0.01\%$ lo que indica que es correcto, para las muestras certificadas (más conocidas como muestras patrones) tales como GS398-2 el valor es 1.12% y GS900-5 es 0.34%, verificando el certificado de muestras patrones (figuras 27 y 28) se observa que los resultados están dentro del rango de trabajo. Los valores para muestras duplicadas LB17284593M010 son de 0.02% y 0.02% habiendo una diferencia de 0%, y para la muestra LB17284593M020 es de 0.94% y 0.95% siendo la diferencia de 1.064%. Lo que indica que en ambos duplicados no se exceden del 5% de tolerancia, una vez revisado estos indicadores el RUN es aceptado y aprobado.

Tabla 18: Reporte de resultados

| N° | MUESTRAS | ANALITOS | | | | | | | |
|----|----------------|------------|------------|-------------|-------------|-----------|-------------|-------------|----------|
| | | CuS (%) | CuT (%) | Ag (ppm) | Pb (ppm) | Fe (%) | Zn (ppm) | Mo (ppm) | S (%) |
| 1 | LB17284593M001 | 1.223 | 2.114 | 1.4 | <5 | 3.50 | 44 | 14 | 0.22 |
| 2 | LB17284593M002 | 0.084 | 0.112 | 3.5 | <5 | 3.45 | 30 | 3 | 0.08 |
| 3 | LB17284593M003 | 1.644 | 1.958 | 1.2 | <5 | 4.50 | 17 | 3 | 1.04 |
| 4 | LB17284593M004 | 1.126 | 1.513 | 0.1 | <5 | 1.74 | 16 | 4 | 1.26 |
| 5 | LB17284593M005 | 0.090 | 0.124 | 0.9 | 6 | 2.45 | 54 | 4 | 0.09 |
| 6 | LB17284593M006 | 0.877 | 0.949 | 1.5 | <5 | 2.64 | 25 | 10 | 0.87 |
| 7 | LB17284593M007 | 0.425 | 0.644 | 1.4 | <5 | 2.45 | 77 | 12 | 0.22 |
| 8 | LB17284593M008 | 3.457 | 3.79 | 2.5 | <5 | 4.21 | 23 | 65 | 0.01 |
| 9 | LB17284593M009 | 3.230 | 3.553 | 2.8 | <5 | 3.98 | 24 | 84 | 0.23 |
| 10 | LB17284593M010 | 2.402 | 2.742 | 3.5 | <5 | 2.29 | 21 | 121 | 0.02 |
| 11 | LB17284593M011 | 1.760 | 2.017 | 2.5 | <5 | 1.80 | 47 | 104 | 0.76 |
| 12 | LB17284593M012 | 1.152 | 1.457 | 1.0 | 6 | 1.49 | 36 | 32 | 0.02 |
| 13 | LB17284593M013 | 1.641 | 1.885 | 0.8 | 6 | 1.50 | 66 | 21 | 0.64 |
| 14 | LB17284593M014 | 5.460 | 5.694 | 3.4 | <5 | 1.51 | 24 | 12 | 1.46 |
| 15 | LB17284593M015 | 4.953 | 5.213 | 3.2 | <5 | 3.85 | 25 | 12 | 1.95 |
| 16 | LB17284593M016 | 4.774 | 5.018 | 3.0 | <5 | 4.21 | 17 | 10 | 1.77 |
| 17 | LB17284593M017 | 3.040 | 3.442 | 3.1 | <5 | 6.20 | 18 | 9 | 0.04 |
| 18 | LB17284593M018 | 2.187 | 2.337 | 1.1 | <5 | 1.77 | 39 | 4 | 0.18 |
| 19 | LB17284593M019 | 0.001 | 0.002 | 0.0 | 9 | 3.21 | 70 | 4 | 0.01 |
| 20 | LB17284593M020 | 0.942 | 1.238 | 0.8 | 5 | 0.74 | 55 | 3 | 0.94 |
| 21 | LB17284593M021 | 0.957 | 1.304 | 0.7 | 5 | 4.12 | 45 | 3 | 0.95 |
| 22 | LB17284593M022 | 0.870 | 1.145 | 0.5 | <5 | 3.17 | 47 | 3 | 0.87 |
| 23 | LB17284593M023 | 0.076 | 0.116 | 0.0 | 5 | 1.57 | 16 | 3 | 0.07 |
| 24 | LB17284593M024 | 1.141 | 1.244 | 1.0 | 7 | 1.64 | 13 | 3 | 1.14 |
| 25 | LB17284593M025 | 0.094 | 0.219 | 0.1 | 7 | 0.94 | 58 | 4 | 0.09 |
| 26 | LB17284593M026 | 1.216 | 1.38 | 0.1 | <5 | 1.56 | 59 | 3 | 1.21 |
| 27 | LB17284593M027 | 0.974 | 1.419 | 0.1 | 5 | 1.22 | 17 | 3 | 0.97 |
| 28 | LB17284593M028 | 0.942 | 1.358 | 0.1 | <5 | 3.84 | 15 | 3 | 0.94 |
| 29 | LB17284593M029 | 0.533 | 0.871 | 1.0 | 5 | 3.45 | 15 | 3 | 0.23 |
| 30 | LB17284593M030 | 0.428 | 0.56 | 0.1 | <5 | 3.78 | 67 | 3 | 0.02 |
| 31 | LB17284593M031 | 1.941 | 2.049 | 0.8 | <5 | 3.64 | 25 | 3 | 1.04 |
| 32 | LB17284593M032 | 0.784 | 0.994 | 0.8 | 6 | 3.47 | 31 | 3 | 0.28 |
| 33 | LB17284593M033 | 0.442 | 0.591 | 1.0 | <5 | 3.98 | 19 | 10 | 0.14 |
| 34 | LB17284593M034 | 0.320 | 0.456 | 0.4 | 6 | 3.44 | 34 | 11 | 0.22 |
| 35 | LB17284593M035 | 1.484 | 1.642 | 0.2 | <5 | 1.87 | 32 | 9 | 0.78 |

Fuente. Elaboración propia

Interpretación: En tabla 18 se resumen los resultados de las muestras ensayadas por los distintos métodos analíticos (AA05, AA62, AA61 y SIR08).

Tabla 19: Resultados estadísticos

| Ítem | Indicadores Estadísticos | Cu | | Ag | Pb | Fe | Zn | Mo | S |
|------|--------------------------|------|------|-----|-----|-----|------|-------|-----|
| | | S | T | | | | | | |
| 1 | Número de Datos | 35 | 35 | 35 | 35 | 35 | 35 | 35 | 35 |
| 2 | Media | 1.50 | 1.75 | 1.2 | 6.0 | 2.8 | 34.8 | 17.09 | 0.5 |
| | | | | 6 | 0 | 3 | 9 | | 9 |
| 3 | Mediana | 1.13 | 1.38 | 0.9 | 6.0 | 3.1 | 30.0 | 4.00 | 0.2 |
| | | | | 5 | 0 | 7 | 0 | | 8 |
| 4 | Moda | 0.94 | 0.98 | 0.0 | 6.0 | 3.4 | 17.0 | 3.00 | 0.2 |
| | | | | 7 | 0 | 5 | 0 | | 2 |
| 5 | Desviación Estándar | 1.42 | 1.46 | 1.1 | 1.1 | 1.2 | 18.6 | 29.41 | 0.5 |
| | | | | 5 | 5 | 5 | 1 | | 5 |
| 6 | Valor Máximo | 5.46 | 5.69 | 3.5 | 9.0 | 6.2 | 77.0 | 121.0 | 1.9 |
| | | | | 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 5 |
| 7 | Valor Mínimo | 0.00 | 0.00 | 0.0 | 5.0 | 0.7 | 13.0 | 3.00 | 0.0 |
| | | | | 0 | 0 | 4 | 0 | | 1 |
| 8 | Rango | 5.46 | 5.69 | 3.5 | 4.0 | 5.4 | 64.0 | 118.0 | 1.9 |
| | | | | 3 | 0 | 6 | 0 | 0 | 4 |
| 9 | Número de Clase | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| 10 | Tamaño del Intervalos | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 11 | 20 | 1 |

Fuente. Elaboración propia

Interpretación: La Tabla 19 resume los resultados estadísticos del RUN por analitos.

CONCLUSIONES

- Se realizó lecturas de los análisis de muestras geoquímicas por la técnica instrumental de espectroscopia de absorción atómica Varian AA240 y Analizador de Carbono y Azufre LECO CS230 para la determinación; Cobre por dos métodos, plata, plomo, hierro, zinc y molibdeno por un método y azufre por otro. Se realizaron un total de 280 lecturas en el Espectrofotómetro de Absorción Atómica y 40 lecturas en el Analizador de Carbono y Azufre; cada Batch o RUN consta de 40 muestra por analito, de las cuales 35 son muestras encomendadas por el cliente a las que se les incluye 1 muestra en blanco, 2 muestras con valor certificado (MRC) y 2 muestras duplicadas completando el Batch o RUN de muestras a analizar.
- Se realizó la comparación de los resultados obtenidos de las lecturas de los analitos (Cu, Ag, Pb, Fe, Zn, Mo y S) con respecto a los valores de los estándares establecidos en el laboratorio. Para el método AA05 las Muestras Referenciales Certificadas (MRC) los valores esta especificada en GBM999-8 y OREAS 907, para el método AA62 los valores certificados se encuentran especificadas en GBM9306-12 y OGGeo08, para el método AA61 los valores certificados se encuentran especificadas en MRGGeo08 y OREAS 502b, y para el método S-IR08 los valores certificados se encuentran especificados en GS900-5 y GS398-2 Cabe mencionar también que se realizó la comparación con las Cartas de Control para cada método de análisis obteniéndose resultados dentro de los rangos establecidos.
- Se adaptaron las actividades actuales en el ALS PERU S. A. a través del control de calidad en los ensayos químicos e instrumentales de muestra de geoquímicas, considerando la competencia técnica del personal, instalaciones y condiciones ambientales adecuadas, métodos válidos, equipos controlados y patrones confiables con trazabilidad a las Unidades del Sistema Internacional. ALS PERU S. A. tiene implementado el control de calidad de los ensayos químico e instrumental basado en la Norma Técnica Peruana NTP-ISO/IEC 17025:2006.

RECOMENDACIONES

- Realizar capacitaciones para la mejora de la competencia técnica del personal del laboratorio orientado al cumplimiento del sistema de gestión diseñado en función a los objetivos y metas trazadas para los años posteriores.
- Tomar en cuenta todas las auditorias ya recibidas, con fines de mejora continua y así mejorar la calidad y el desempeño de todos los trabajadores para mantener la Competencia Técnica y tener la satisfacción de nuestros clientes y formar auditores internos para la evaluación del Sistema de Gestión de Calidad en el Laboratorio ALS PERÚ S.A.
- Ampliar el alcance del sistema de gestión a fin de brindar mayores servicios con métodos acreditados y realizar periódicamente las pruebas necesarias para determinar el buen funcionamiento del instrumento y verificar los resultados del primer control sintético ya que refleja si el instrumento y el sistema de ingreso está en correctas condiciones, así como la curva de calibración fue preparada y refrescada correctamente.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Bounds, G. (1995). *Management: a total quality perspective*. Cincinnati, Ohio: South Western College.
- Cantu, H. (2006). *Desarrollo de una cultura de calidad*. México D.F.: McGraw-Hill.
- Crosby, P. H. (1987). *La calidad no cuesta*. México: Cecsá.
- Deming, W. E. (1989). *Calidad, productividad y competitividad. La salida de la crisis*. Madrid: Díaz de Santos
- Evans, J. R. (2005). *Administración y control de calidad*. México: International Thomson Editores.
- James, P. (1997). *Gestión de la calidad*. Madrid, España, Prentice Hall.
- Velazco, J. (2005). *Gestión de la calidad: mejora continua y sistemas de gestión*. Primera edición. Madrid: Pirámide.
- James, P (1997). *Gestión de la calidad total: un texto introductorio*. Madrid: Prentice Hall.
- Miranda, F.; Chamorro A. y Rubio S. (2007). *Introducción a la gestión de la calidad*. Madrid: Delta Publicaciones.
- Juram, J. M. (1990). *Juram y la planificación para la calidad*. Madrid: Díaz de Santos
- Vértice (2010). *Gestión de la calidad (ISO: 9001/2008)*. Málaga: Editorial Vértice.
- Nava, C. y Víctor, M. (2009). *Elementos para conocer e implantar la norma de calidad para la mejora continua*. México: Editorial Limusa.
- W. M. Haynes (2016). *Handbook of chemistry and physics*. USA: CRC Press.

ANEXOS

| | |
|---|-----|
| ANEXO 1: Manual Espectrofotómetro de Absorción Atómica Varian 240..... | 100 |
| ANEXO 2: Relación de Laboratorios de Ensayo Acreditados. | 137 |
| ANEXO 3: Fotos en Desarrollo de Labores. | 138 |

ANEXO 1: MANUAL ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA VARIAN 240

MANEJO Y CALIBRACIÓN DE ESPECTROFOTÓMETRO ABSORCIÓN ATÓMICA Varian AA240 USANDO EL SOFTWARE SPECTRAA

Para el manejo y calibración del Equipo de Absorción Atómica en el laboratorio ALS Perú, se desarrolla un método estandarizado el cual se encuentra detallado (ALS Geochemistry, 2015)

1. Introducción

Absorción atómica es una de las tres técnicas analíticas de espectroscopia atómica, las otras son emisión atómica y fluorescencia atómica. El fenómeno de absorción atómica fue primeramente observado en 1812 y se establecieron los principios subyacentes en el año de 1851 por Kirchhoff y Bunsen.

A pesar de que este conocimiento está ampliamente disponible fue la técnica de emisión atómica la que primero llegó a la importancia analítica. Los instrumentos iniciales usaron excitación eléctrica y una placa fotográfica para registrar la señal. El desarrollo de tubos foto multiplicadores confiables anunciaron el arribo del primer espectrómetro de emisión Atómica. Estos instrumentos son aun ampliamente usados en las industrias fabricadoras de metal.

En 1995, Alan Walsh recomendó la espectroscopia de Absorción Atómica como una técnica viable para medir las concentraciones de metal en la solución. La introducción de los espectrómetros AA comerciales a inicios del año 1960 revolucionó la exploración geoquímica. Mediciones rápidas, confiables de bajo costo de más de 30 metales en una variedad de matrices aseguro la aceptación universal del AAS en los laboratorios. Como el uso de AAS aumento los avances innovativos seguidos en el instrumento y el diseño de la lampara y en los aparatos de atomización tales como el horno de grafito, los sistemas de generación de hidruros vapor frio que bajaban los límites de detección y eliminaban las interferencias.

Los últimos 20 años se ha visto la importancia del AAS en el laboratorio geoquímico erosionado por las apariciones de la espectroscopia de emisión atómica de

plasma. La espectroscopia de emisión atómica inducción de plasma ahora se usa ampliamente donde se requiere la capacidad de multi – elementos simultáneos. Sin embargo, cuando solo se necesita determinar unos pocos elementos el AAS sigue siendo la técnica de elección en terrenos económicos. Los límites de detección para los elementos más comunes son similares a aquellos disponibles mediante el ICPAES. El uso del acoplamiento del horno de grafito entrega la capacidad de bajar la detección del límite de detección por una a dos órdenes de magnitud, dependiendo del elemento y el volumen de la muestra. El equilibrio sin embargo es su productividad inherentemente más baja. Por esta razón se ha incrementado el uso de ICP-MS.

2. Objetivos

El instructivo tiene como objetivo definir los lineamientos e información necesaria para el manejo y calibración del espectrómetro de absorción atómica.

3. Principios

Tres simples afirmaciones pueden expresar los principios básicos de absorción atómica:

- Todos los átomos pueden absorber luz
- La longitud de onda a la cual se absorbe la luz es específica para un elemento particular
- La cantidad de luz absorbida es proporcional a la concentración de átomos absorbentes.

La absorción atómica ocurre cuando un electrón exterior del átomo analítico cambia los niveles de energía desde un estado basal a un nivel de energía más alto mediante energía radiante absorbente de una longitud de onda específica. La concentración de analito en una muestra desconocida se mide comparando su señal de absorción atómica con la señal de absorción de estándares de concentración de analitos conocidos.

La medición (AAS) de la absorción de energía mediante los átomos el analito requiere una fuente de luz, un atomizador y un aparato de medición de luz específica. Estos tres grandes componentes del instrumento pueden ser divididos en siete componentes esenciales:

- Una fuente de luz que emite una línea en la longitud de onda de resonancia del elemento analítico (usualmente una lámpara de cátodo hueco)
- Un aspa electrónica o mecánica que elimina la luz emitida de la celda de la muestra. El amplificador del instrumento se sintoniza a la misma frecuencia y se amplifica solo la parte modulada de la señal.
- Un atomizador (sistema de vapor frío u horno de grafito, llama) que convierte el elemento analítico en vapor atómico en reposo necesario para que ocurra la absorción atómica.
- Un monocromador que aísla la longitud de onda específica del elemento analítico.
- Un detector que mide el cambio en la intensidad de energía radiante causada por la absorción atómica del analito.
- Un sistema electrónico que amplifica la señal de absorción del analito.
- Un aparato lector de señal.

4. Componentes

4.1. Fuentes de Luz

- Las lámparas de cátodo hueco son la fuente de energía radiante más común para hacer mediciones AAS. La lámpara contiene un cátodo cilíndrico hueco que se forma del metal analítico. El cátodo se almacena en un cilindro de vidrio lleno con neón o argón a baja presión (6 – 10 torr). Cuando se aplica alto voltaje entre el cátodo y el ánodo positivamente cargado, los iones de gas bombardean el cátodo. Estos iones bombardean los átomos de metal desde el cátodo que colisiona con los iones de gas y emite un espectro de línea característica del metal (es) en el cátodo.
- Los fabricantes ofrecen una corriente óptima de trabajo para sus lámparas. Esta corriente entrega estabilidad adecuada, libertad de cambios de intensidad, un espectro relativamente intenso y larga vida útil a la lámpara.
- Las lámparas de descarga sin electrodos se usan cuando se trabaja cerca en la región ultravioleta del espectro (190 – 200nm). Su energía radiante más alta puede ser ventajosa debido a la gran pérdida de energía que ocurre en estas longitudes de ondas bajas. Sin embargo, la necesidad de tener abastecimiento de energía separada para operar estas lámparas hace que sean una opción cara.

4.2. Nebulizador y cámara de spray

El uso de Flow Spoiler con perla de impacto tiene como principal ventaja de mejorar el límite de detección por la disminución de ruido instrumental. El flujo de gotas es homogéneo y uniforme.

La solución a ser analizada se coloca dentro de un nebulizador neumático ajustable usando el oxidante como gas nebulizador y convertido en aerosol se inyecta dentro de la cámara nebulizadora que contiene una bola de impacto para mayor descomposición del aerosol y para condensar gotas grandes. El aerosol estabilizado se mezcla luego con gotas de combustible (generalmente acetileno) más gas oxidante adicional y se introduce dentro de una llama. El tamaño de la gota del aerosol que entra en la llama no debe exceder 5 – 10 μ m para garantizar la atomización completa antes de ingresar el volumen de absorción.

La solución tomada no debería exceder los 6ml por minuto para evitar la saturación del sistema. Los parámetros más importantes que influyen la velocidad de aspiración son la viscosidad y la tensión de superficie de la solución que está siendo analizada. De ahí que es esencial que las soluciones de muestra y los estándares de calibración tengan la misma matriz.

La posición del impact bead relativo al Venturi del nebulizador es un factor crítico en determinar la eficiencia del nebulizador, (el cual raramente excede de un 5%), el tamaño de la gota y la respuesta analítica. La posición óptima del impact bead dependerá de las características físicas de la solución y será necesario ajustar su posición en consecuencia.

El líquido condensado debe ser drenado desde la cámara nebulizadora a través de un sifón para evitar las variaciones de presión que pueda conducir a fluctuaciones de señal. Evitar usar el mismo nebulizador – cámara nebulizadora o el contenedor de drenaje para los solventes orgánicos y acuosos ya que esto puede conducir a una explosión si un ácido oxidante se mezcla con un líquido orgánico.

4.3. Mecheros

Los dos mecheros más usados en AAS son aire – acetileno y óxido nitroso – acetileno. Este último entrega una temperatura más alta (2700°C versus 2250°C) y se usa predominantemente para la determinación de elementos más difíciles (Al, Ti, Zr,

etc.) o en situaciones donde un componente termalmente estable del analito se forma en el mechero de temperatura más baja.

Las condiciones dentro del mechero pueden jugar un rol importante en la atomización. Variando la composición del gas podemos cambiar desde un ambiente de oxidación, con mucho aire (exceso de oxidante) a un ambiente fuertemente reducido (exceso de combustible). El mechero de óxido nitros – acetileno usualmente se opera con exceso de combustible para entregar un ambiente reducido que sea más favorable para la atomización de los elementos.

El mechero aire – acetileno puede usarse con los quemadores de ranura de 5cm y 10cm, pero el óxido nitroso – acetileno debe solo usarse con el quemador de 5cm. El faltar a esta regla provocara una explosión y flashback.

4.4.Sistema Óptico

El sistema óptico recoge la luz de la lampara de cátodo hueco, enviándola a través de la población de átomos analíticos, luego a través de una ranura de entrada dentro del monocromador. En el monocromador la luz se proyecta en un rayo paralelo y se dirige sobre la rejilla. La rejilla difracta la luz dentro de su longitud de onda componente. Girando la rejilla un pequeño segmento del espectro puede focalizarse por medio de una ranura de salida sobre el detector.

La función del monocromador está directamente relacionada con la amplitud de la ranura. Si la ranura es demasiado ancha, la luz será alta, pero la línea de resonancia no estará aislada de las líneas adyacentes resultantes de una calibración muy curva. A la inversa si la ranura es demasiado estrecha, la señal – a – señal ruido puede ser inaceptablemente pobre, debido a la luz reducida.

4.5.Detectores y Amplificadores

Después de pasar a través del monocromador, la luz de la longitud de onda seleccionada ingresa a un tubo fotomultiplicador donde se convierte en una señal eléctrica. A mayor intensidad de la luz, mayor el número de electrones emitidos. Los tubos fotomultiplicadores tienen generalmente 10 – 12 pasos de dynode que entregaran una amplificación de corriente total de hasta 10Amp.

La señal eléctrica producida por el tubo fotomultiplicador se envía a un amplificador y se rectifica. El amplificador también rechaza las continuas emisiones de la llama aceptando solo la señal modulada de la fuente de luz electrónicamente pulsada.

5. Interferencias

Inicialmente, el AAS fue pensado para ser casi libre de interferencia. Una variedad de interferencias, sin embargo, han sido ahora reconocidas y generalmente caen en las siguientes categorías: espectral, matricial, química, de ionización y corrección de fondo. Los efectos de las interferencias se observan como un aumento o depresión de la señal analítica.

Las interferencias pueden ser espectrales o no espectrales en origen. Las interferencias espectrales se deben a un aislamiento incompleto de la radiación absorbida por el analito. Las interferencias no espectrales se deben a un cambio en el número de átomos libres del analito en el volumen de absorción. Los efectos de la matriz son una interferencia de compuesto debido a todos los contaminantes, y pueden ser de naturaleza espectral / o no espectral.

5.1. Interferencia Espectral

Las interferencias espectrales ocurren cuando la absorción de un elemento coincide o está demasiado cerca de la línea analítica de otro elemento por lo tanto el monocromador no lo diferenciará. Las interferencias espectrales pueden evitarse reduciendo el paso de la luz espectral (disminuyendo la amplitud de la ranura de entrada) o seleccionando una longitud de onda alternativa.

La radiación óptica puede esparcirse mediante partículas sólidas si la temperatura del mechero es suficiente para descomponer completamente la muestra. Esto puede fácilmente eliminarse ajustando el flujo de la solución, usando un mechero más caliente o la corrección de fondo.

Las especies moleculares no descompuestas en el mechero absorben la luz sobre un rango espectral extenso. Si este espectro de absorción coincide con la longitud de onda analítica se medirá alguna absorción adicional simultáneamente con la señal de absorción del analito. Usando un mechero más caliente o la corrección de fondo se puede eliminar este problema.

5.2. Interferencia No Espectral

Las interferencias no espectrales se producen por efectos de matriz, solución, volatilización e ionización.

Los efectos de matriz ocurren cuando los componentes de la muestra alteran sus propiedades físicas (viscosidad, tensión superficial) tan extensas que la solución de la muestra y los estándares de calibración se comportan diferentemente en la nebulización. Igualar la matriz puede eliminar estos efectos.

Las interferencias de volatilización del elemento de la solución ocurren cuando la volatilización del analito es incompleta con la presencia de otro ion. Por ejemplo, la depresión de la absorbancia de calcio en presencia de fosfato, silicato o aluminato. El efecto se supera agregando un agente desionizador, usualmente lantano o estroncio.

La ionización elemental es el contribuyente predominante a las interferencias fase vapor y aparece como una línea de calibración que es curva hacia el eje de absorbancia. Esto ocurre predominantemente en la determinación de elementos de tierra alcalinos y alcálisis y pueden superarse agregando una gran cantidad de un elemento fácilmente ionizado (potasio o cesio) a ambas muestras y estándares.

6. Corrección de Fondo

Se utiliza siempre para elementos que tengan longitudes de onda menores a 300nm, esto es porque corrige absorbancias moleculares producidas en la llama por los diferentes constituyentes de la matriz (interferentes de la matriz)

La corrección de fondo se basa en el principio de medición de la absorbancia total y la absorción no – específica y calculando la absorción específica – analítica de la diferencia de las dos mediciones. Los pre – requisitos para un Background preciso son las mediciones de ambos valores de absorción.

- a) En exactamente el mismo volumen de absorción
- b) Con radiación de la misma intensidad y geometría
- c) A la misma longitud de onda y con el mismo perfil de línea
- d) Al mismo punto en tiempo si la absorción cambia con el tiempo

En la corrección de fondo lo más común es el uso de una lampara de deuterio o de hidrogeno como fuente continua. Estas fuentes son efectivas dentro del rango

espectral 190 – 300nm. Este sistema solo puede corregir con exactitud la dispersión de la radiación y la absorbancia continua del Background, pero resulta satisfactoria en la corrección de fondo para la mayoría de las aplicaciones en la llama AAS.

La corrección de fondo se usará rutinariamente cuando midamos absorbancias en longitudes de onda bajo los 300nm. Sin embargo, la corrección de fondo no es necesaria donde el elemento a determinar ha sido extraído de sus componentes asociados, tales como en ensayos al fuego o en determinación de oro por agua regia.

Para obtener una corrección de fondo exitosa la lámpara de deuterio debe estar correctamente alineada y su intensidad debe calzar con aquella de la lámpara de cátodo hueco. Si las dos lámparas no están alineadas para seguir la misma huella óptica, las dos mediciones pueden no estar hechas de la misma población de átomos y pueden ocurrir errores significativos.

Para equilibrar la intensidad de la lámpara de deuterio con la de cátodo hueco, será necesario cambiar la corriente de la lámpara de cátodo hueco. Alternativamente, puede ser posible equilibrar las dos lámparas alternando la amplitud de la banda espectral (cambiando la amplitud de la ranura para permitir que más o menos luz ingrese al monocromador).

La corrección de fondo efecto Zeeman se usa raramente con la llama AAS, pero se recomienda para trabajos de hornos de grafito donde las interferencias son mucho más pronunciadas.

7. Requerimientos de Seguridad

- Usar lentes de seguridad y guantes al iniciar las lecturas de las muestras

8. Reactivos

- N/A

9. Equipos

- Espectrofotómetro de absorción atómica

10. Referencias

- Manual de operaciones Varian AA50/55; AA240; AA55B

11. Procedimiento de operación inicial

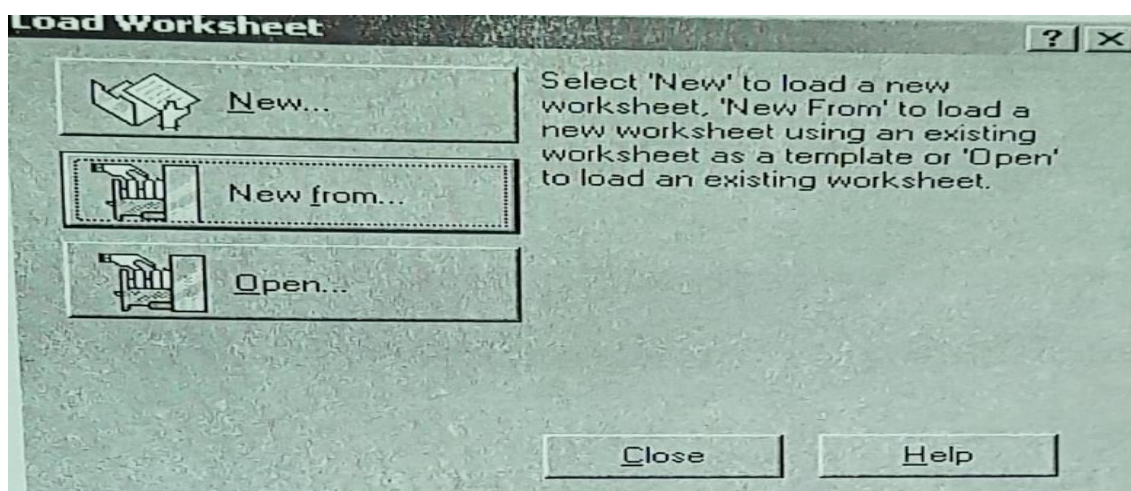
1.1. Condiciones iniciales

- 1.1.1. Ensamblar la cámara nebulizadora y llenar la trampa con agua. (Nota: llenar la trampa con agua antes de instalar la cámara en el instrumento)

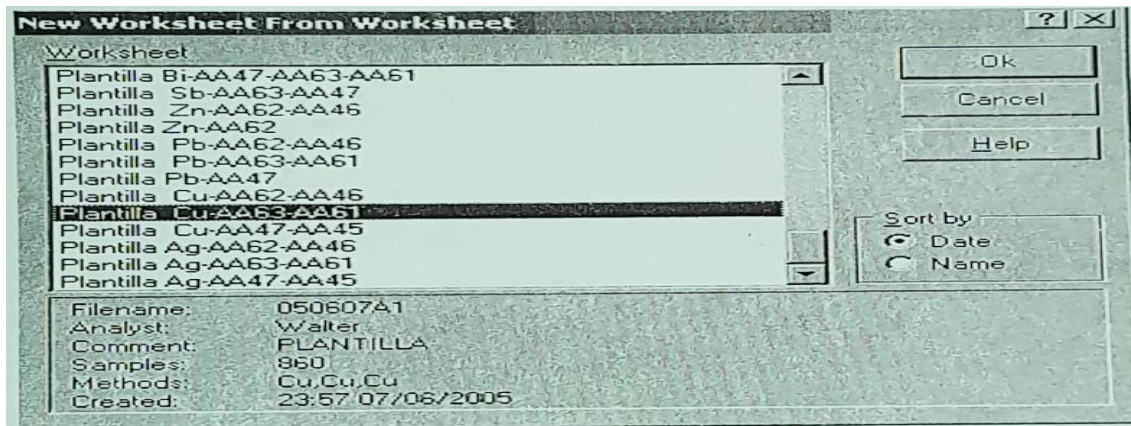
- 1.1.2. Colocar la cámara en el instrumento, ajustar los tornillos que sostienen la cámara en el equipo de AA y colocar la manguera de residuos.
- 1.1.3. Insertar cuidadosamente la cabeza del quemador en la cámara sin hacer mucha fuerza en la clavija del quemador
- 1.1.4. Prender el instrumento
- 1.1.5. Prender la computadora y acceder a la red ingresando su nombre de usuario, clave y dominio.
- 1.1.6. Iniciar el software SPECTRAA haciendo doble click en el icono de la pantalla.



- 1.1.7. Hacer click en el icono Worksheet y seleccionar New From



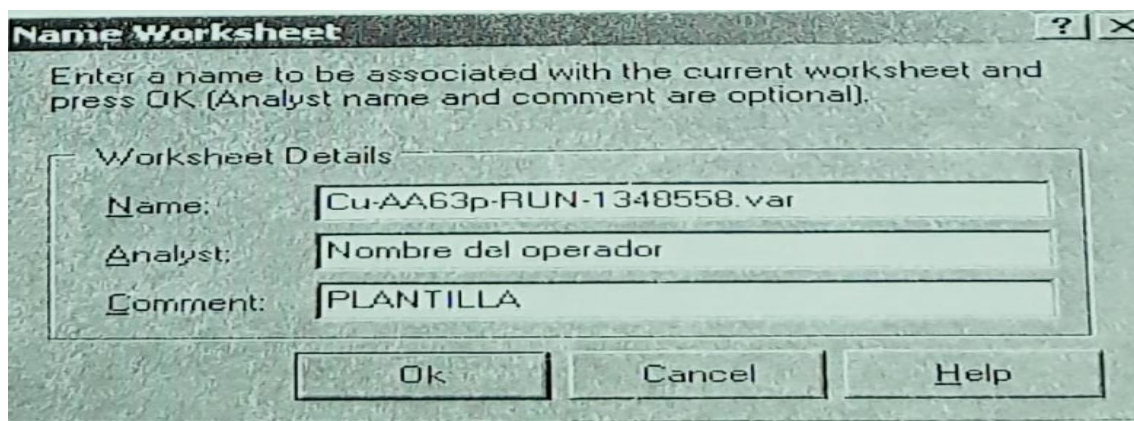
- 1.1.8. Seleccionar el parámetro/plantilla que usted desea correr



1.1.9. El nombre del nuevo archivo será generado cuando se crea el nuevo RUN de lectura. Si usted conoce el nombre del archivo, ingréselo y haga click en ok, Name: identificación del RUN de lectura

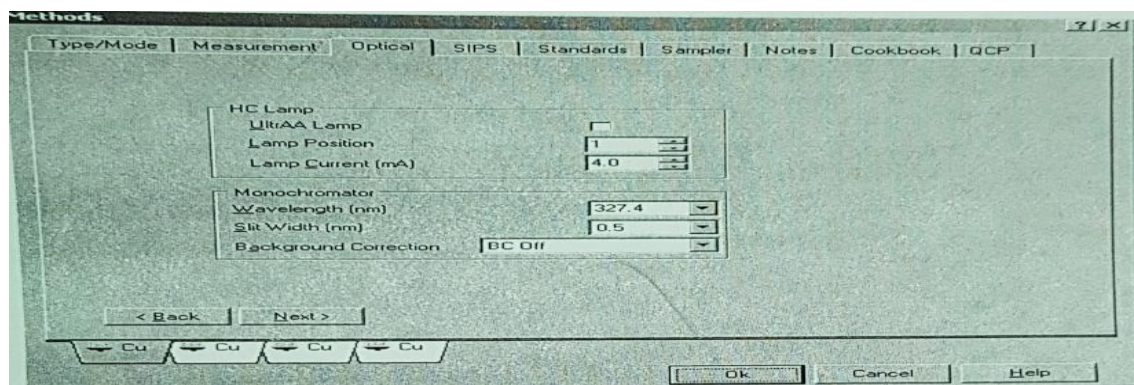
Analyst: nombre del operador

Comment: código de cliente



1.2. Calentamiento de la lámpara

1.2.1. Hacer click en la pestaña DEVELOP en edit method, la ventana de dialogo método (methods) se abrirá.

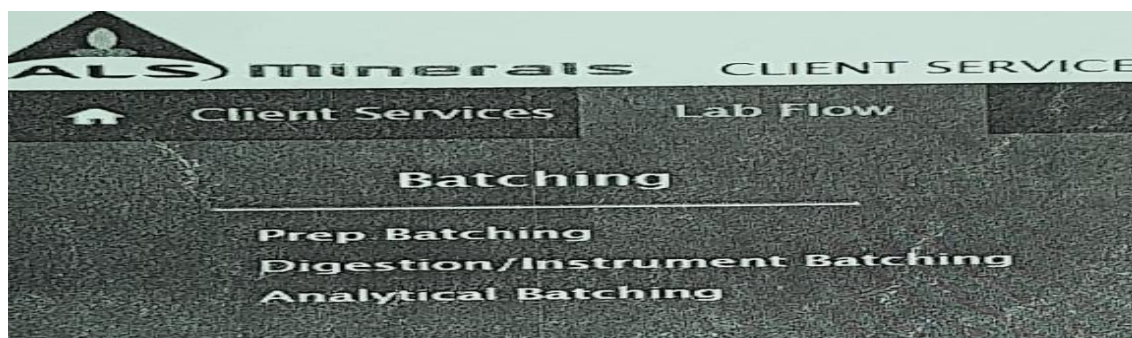


- 1.2.2. Seleccionar con flecha arriba/abajo la posición de la lampara o también se puede digitar con el número.
- 1.2.3. Verificar la corriente (Lamp Current), longitud de onda (Wavelength) rendija (Slit Width) y corrección de fondo (Background)
- 1.2.4. Hacer click en el cuadro Standards y colocar los estándares de calibración, si no están los que corresponden en la respectiva escala que se va leer (cada escala tiene su respectiva pestaña en la parte inferior del cuadro)
- 1.2.5. Hacer click en el cuadro QCP y verificar los QC de blancos y estándares que serán usados para la curva de calibración si no están ingresarlos (cada escala tiene su respectiva pestaña en la parte inferior del cuadro)
- 1.2.6. Hacer click en el botón OK de la caja de dialogo Método (methods)
- 1.2.7. Hacer click en instruments luego en el botón OPTIMIZAR (optimize) y luego click en la curva que usted desea correr seguido por OK.
- 1.2.8. Hacer click en OK de la caja de diálogos si todas las condiciones de la pantalla son adecuadas, la lámpara deberá encenderse y saldrá el cuadro de FLAME OPTIMIZATION.
- 1.2.9. Dejar de calentar la lampara por unos minutos, mientras tanto empezar un lote usando el software del GEMS/Starlims.

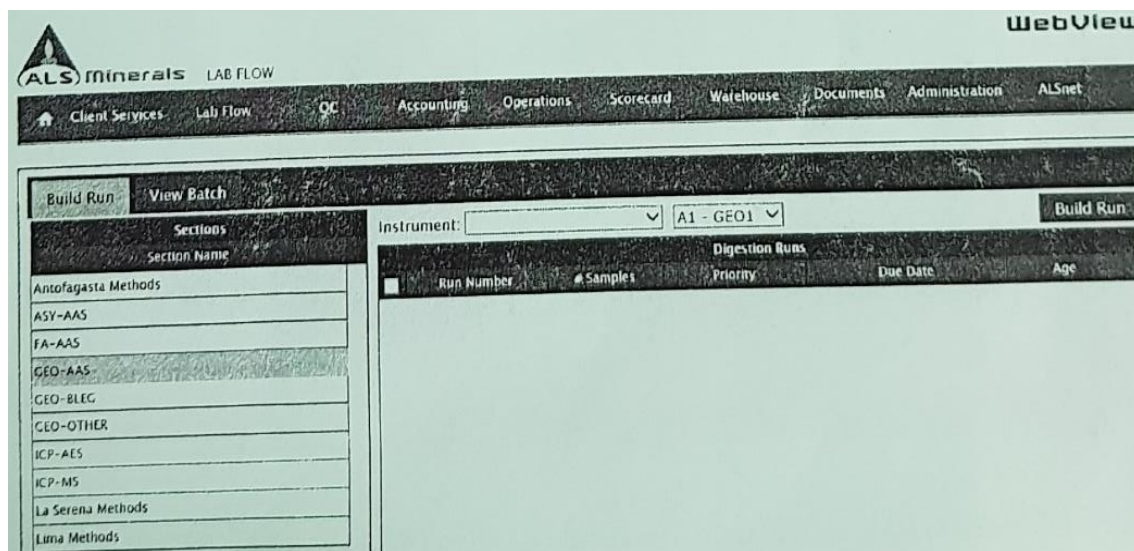
12. Procedimiento de configuración AAS

1.3. Creación de Run de Lectura

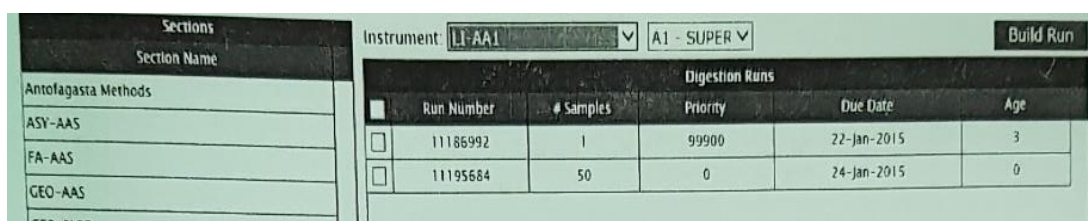
- a) Ingresar al Webview, digitar su nombre de usuario y su clave.
- b) Crear un Run de lectura LABFLOW-ANALYTICAL BATCHING.



- c) El sistema mostrara secciones, ir a Section Name, seleccionar el nombre de digestión a las que pertenecen las muestras que se desea correr (por ejemplo, ASY-AAS, FA-AAS, etc.) ir a method y seleccionar el elemento / método que se desea correr (por ejemplo, Ag-AA61, etc.), seleccionar el número de corrida de digestión que se desee correr.



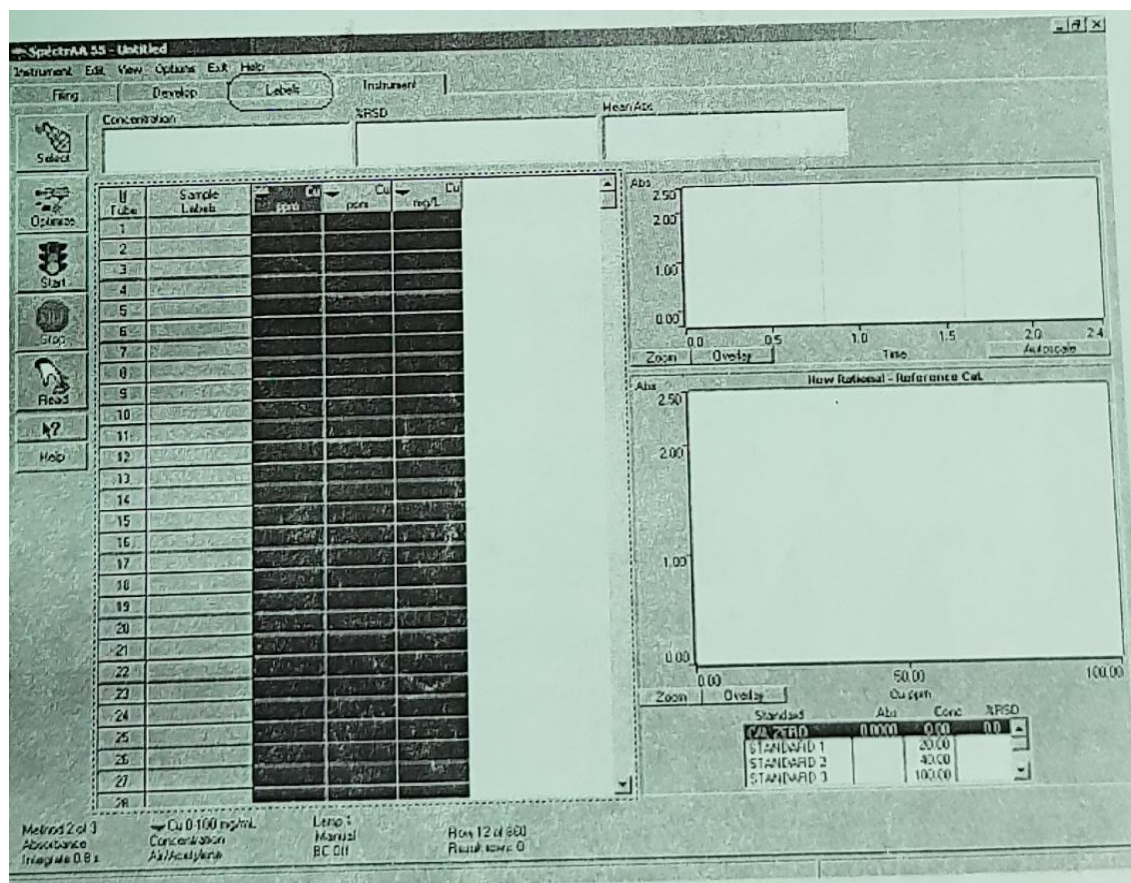
d) Seleccionar Instrument indicando el equipo e impresora



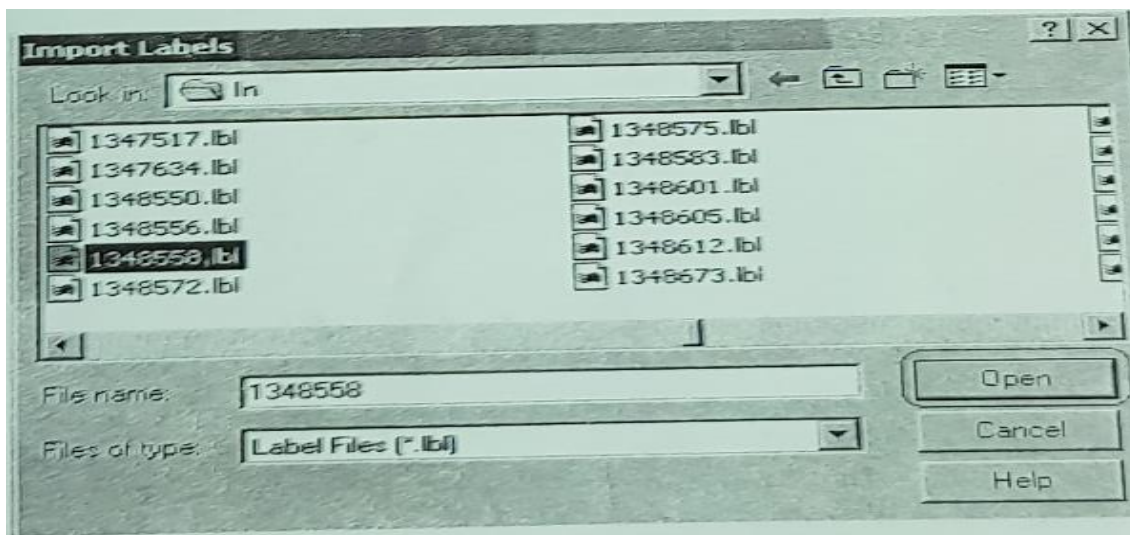
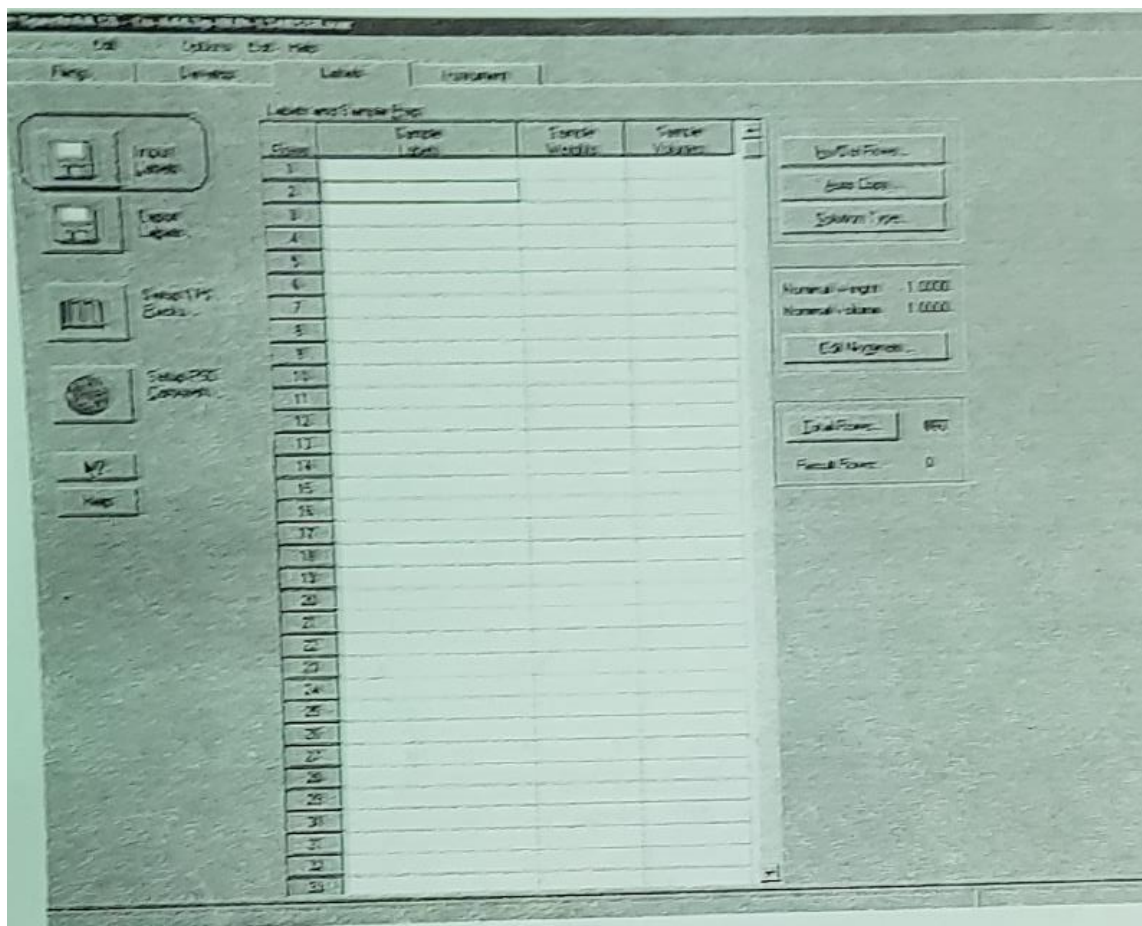
e) Hacer click en el icono Build Run para crear e imprimir el Run de lectura.

1.4. Estableciendo la secuencia de una muestra

f) Seleccionar Labels en la página Worksheet del software SPECTRAA



- g) Hacer click en Import Labels, seleccionar la carpeta de ubicación y luego ingresar el número de Run de lectura (File name) y hacer click en el botón OPEN, el número de Run debe estar impresa en la primera hoja del Run de lectura creado.



h) Chequear el Run que este ingresado los pesos y QC. Si no hay un blanco de QC o un estándar de QC al final, usted tendrá q añadirlos y eliminar las filas en exceso.

Labels and Sample Prep

| Rows | Sample Labels | Sample Weights | Sample Volumes |
|------|---------------|----------------|----------------|
| 1 | 01347337-001 | 0.4900 | 25.000 |
| 2 | 01347337-002 | 0.4932 | 25.000 |
| 3 | 01347337-003 | 0.4922 | 25.000 |
| 4 | 01347337-004 | 0.4901 | 25.000 |
| 5 | 01347337-005 | 0.4954 | 25.000 |
| 6 | 01347337-006 | 0.4917 | 25.000 |
| 7 | 01347337-007 | 0.4969 | 25.000 |
| 8 | 01347337-008 | 0.4905 | 25.000 |
| 9 | 01347337-009 | 0.4915 | 25.000 |
| 10 | 01347337-010 | 0.4973 | 25.000 |
| 11 | 01347337-011 | 0.4909 | 25.000 |
| 12 | 01347337-012 | 0.4907 | 25.000 |
| 13 | 01347337-013 | 0.4908 | 25.000 |
| 14 | 01347337-014 | 0.4970 | 25.000 |
| 15 | 01347337-015 | 0.4957 | 25.000 |
| 16 | 01347337-016 | 0.4969 | 25.000 |
| 17 | 01347337-017 | 0.5000 | 25.000 |
| 18 | 01347337-018 | 0.4981 | 25.000 |
| 19 | 01347337-019 | 0.4962 | 25.000 |
| 20 | 01347337-020 | 0.4901 | 25.000 |
| 21 | CCV | 1.0000 | 1.0000 |
| 22 | CCB | 1.0000 | 1.0000 |
| 23 | 01347337-021 | 0.4929 | 25.000 |
| 24 | 01347337-022 | 0.4953 | 25.000 |
| 25 | CCV | 1.0000 | 1.0000 |
| 26 | CCB | 1.0000 | 1.0000 |
| 27 | 01274774-025 | | |
| 28 | 01274774-025 | | |

Buttons: Input Labels..., Export Labels..., Setup SOS Hacks..., Setup P50 Carcurets..., Help

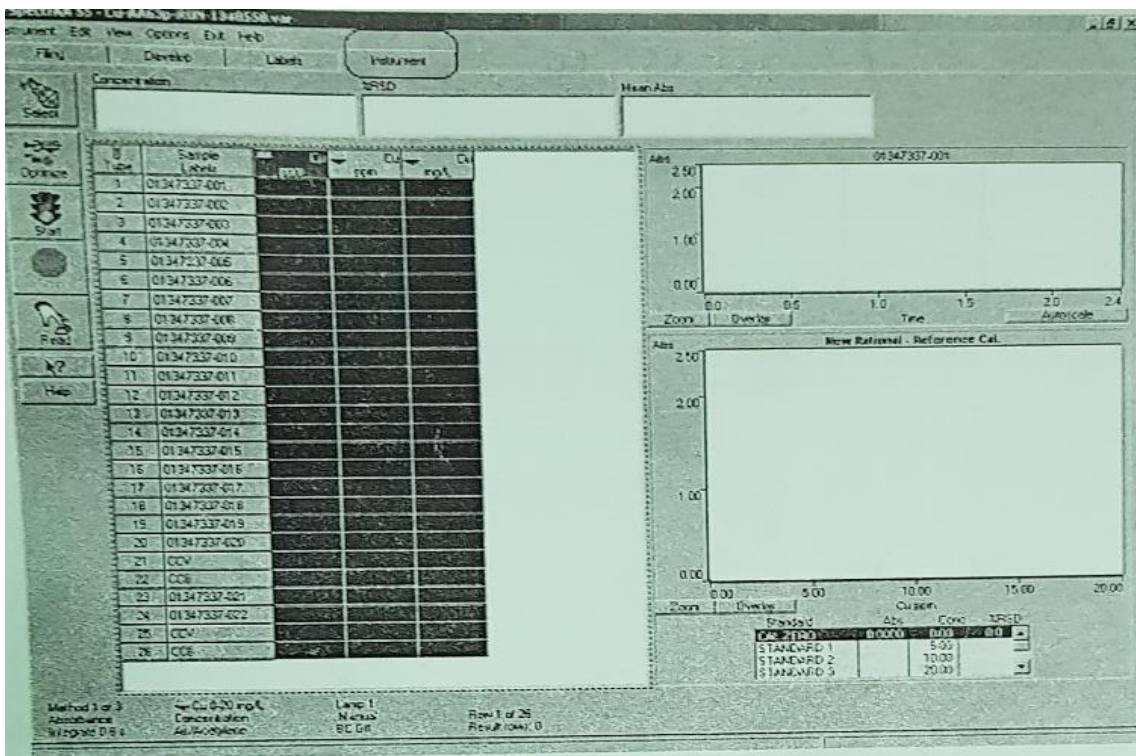
Buttons: Use/Del Rows..., Extra Copy..., Solution Type...

Normal Weight: 1.0000
Normal Volume: 1.0000
Edit Normal...

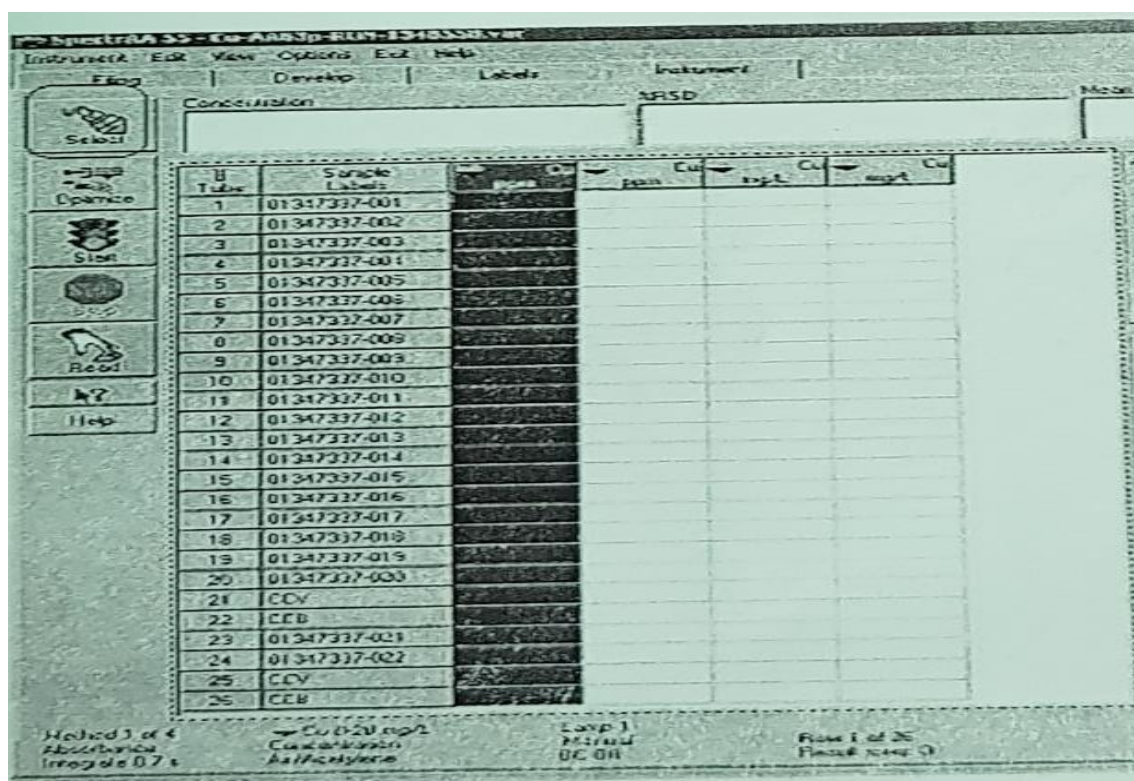
Total Rows: 28
Result Rows: 0

| Rows | Sample Labels | Sample Weights | Sample Volumes |
|------|---------------|----------------|----------------|
| 1 | 01347337-001 | 0.5000 | 25.000 |
| 2 | 01347337-002 | 0.4932 | 25.000 |
| 3 | 01347337-003 | 0.4972 | 25.000 |
| 4 | 01347337-004 | 0.4981 | 25.000 |
| 5 | 01347337-005 | 0.4954 | 25.000 |
| 6 | 01347337-006 | 0.4997 | 25.000 |
| 7 | 01347337-007 | 0.4959 | 25.000 |
| 8 | 01347337-008 | 0.4985 | 25.000 |
| 9 | 01347337-009 | 0.4915 | 25.000 |
| 10 | 01347337-010 | 0.4973 | 25.000 |
| 11 | 01347337-011 | 0.4989 | 25.000 |
| 12 | 01347337-012 | 0.4997 | 25.000 |
| 13 | 01347337-013 | 0.4928 | 25.000 |
| 14 | 01347337-014 | 0.4970 | 25.000 |
| 15 | 01347337-015 | 0.4958 | 25.000 |
| 16 | 01347337-016 | 0.4989 | 25.000 |
| 17 | 01347337-017 | 0.5000 | 25.000 |
| 18 | 01347337-018 | 0.4981 | 25.000 |
| 19 | 01347337-019 | 0.4952 | 25.000 |
| 20 | 01347337-020 | 0.4981 | 25.000 |
| 21 | CCV | 1.0000 | 1.0000 |
| 22 | CCB | 1.0000 | 1.0000 |
| 23 | 01347337-021 | 0.4929 | 25.000 |
| 24 | 01347337-022 | 0.4953 | 25.000 |
| 25 | CCV | 1.0000 | 1.0000 |
| 26 | CCB | 1.0000 | 1.0000 |

i) Hacer click en la pestaña INSTRUMENTO en la página de la hoja de trabajo.

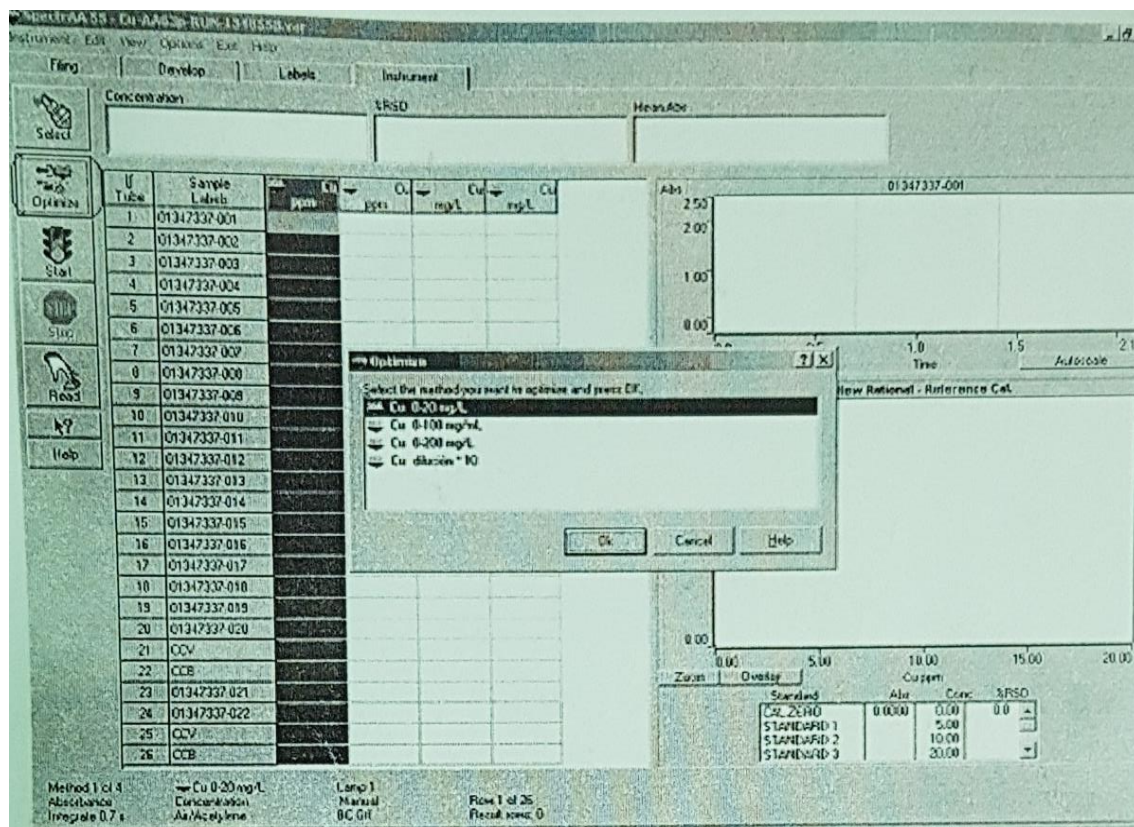


j) Hacer click en el icono SELECCIONAR y luego desmarcar las cabeceras de las curvas y seleccionar la cabecera de la primera curva para proceder con el análisis.

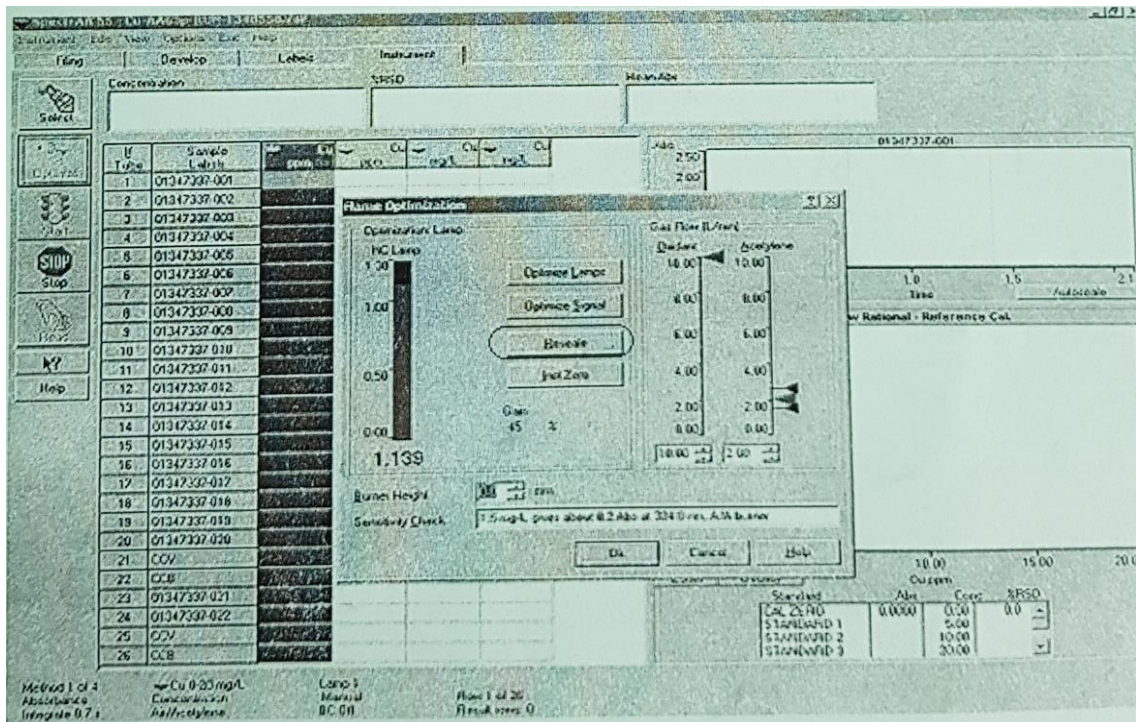


1.5. Optimización

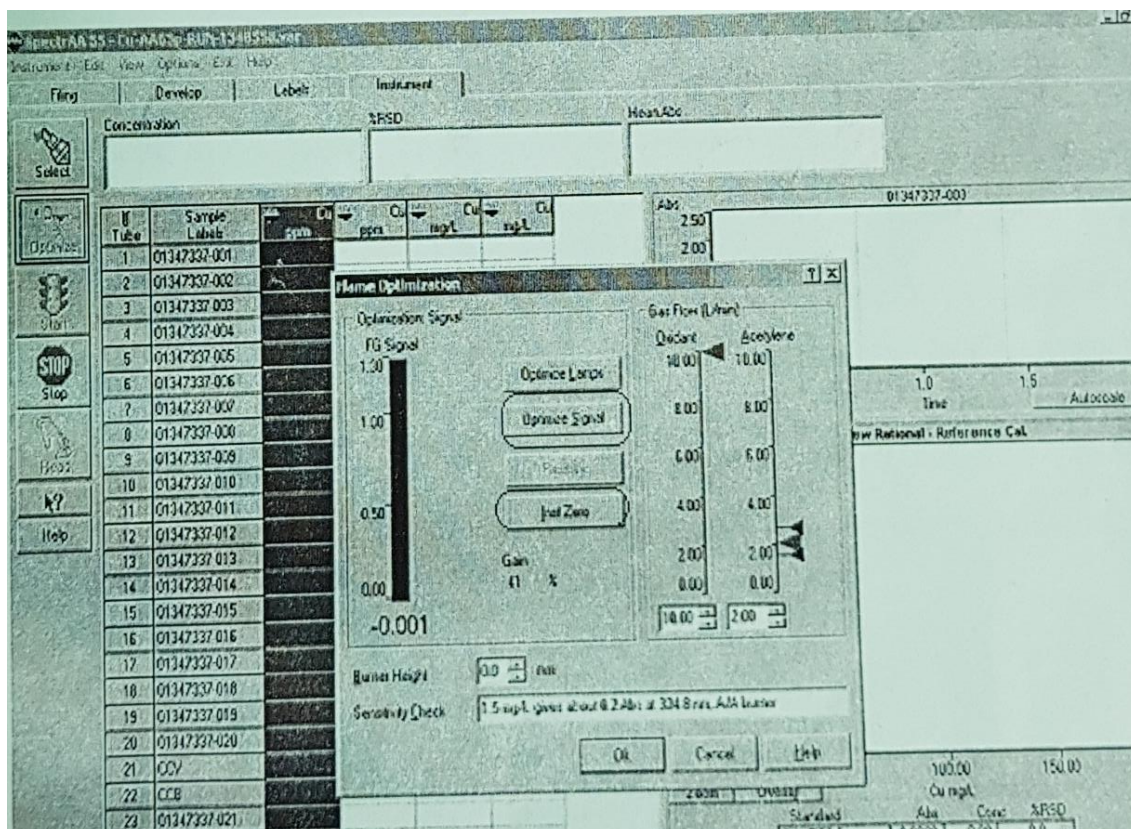
k) Hacer click en OPTIMIZAR y luego en la curva que usted desea correr seguido por OK.



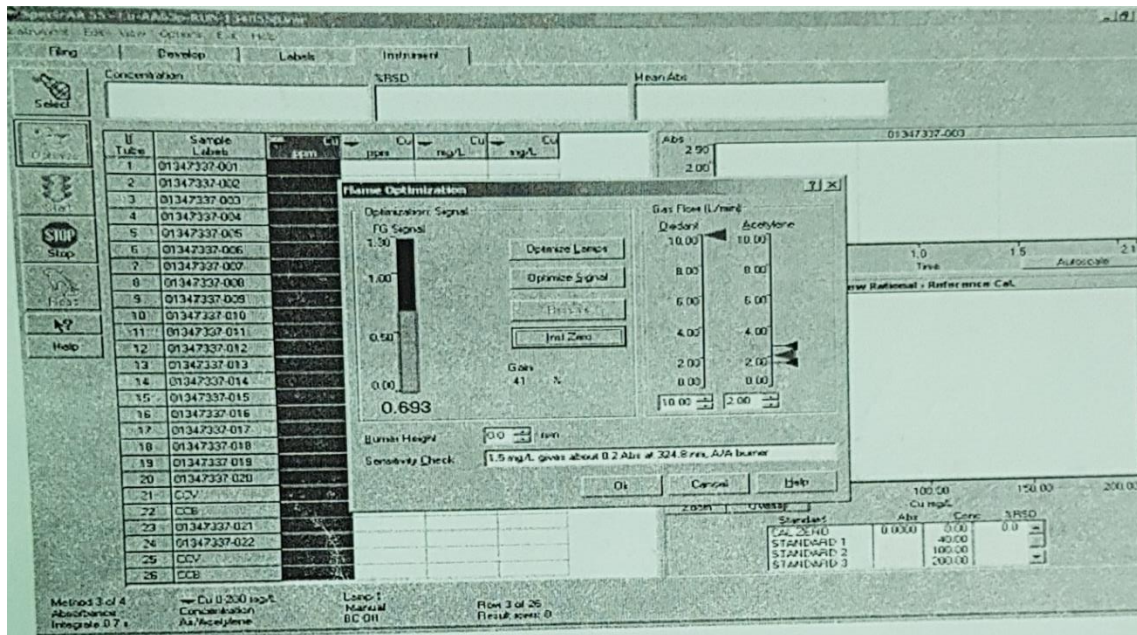
- l) Hacer click en OK de la caja de Dialogo si se encuentra todas las condiciones en pantalla
- m) Optimizar la lampara ajustando el tornillo en la parte baja del soporte de la lampara y maximizar la señal de la lampara de CH. hacer click en el icono REESCALA si la señal sale del rango del medidor.



- n) Si se requiere optimizar la lampara de deuterio ajustando los tornillos en la zona izquierda del fondo del compartimiento de la lampara. Maximizar la señal para la lampara de D2. No trate de igualar la intensidad de la lampara de D2 a la LCH, ya que la computadora lo compensare electrónicamente. Una vez que la lampara de D2 ha sido ajustada, no necesita ser ajustada otra vez.
- o) Ajustar el quemador horizontalmente con la perilla negra de ajuste que está en el frente de la caja de gas de tal manera que el centro del quemador este en línea con la luz de la lampara de cátodo hueco.
- p) Ajustar la rotación del quemador apretando las varillas metálicas y moviéndolo de lado a lado hasta que los extremos del quemador estén en el paso del haz de luz.
- q) Ajustar la altura del quemador con la perilla frente a la caja de gas hasta que se obtenga la altura apropiada.
- r) Encender la flama en el instrumento presionando el botón de encendido
- s) Ajustar la flama estequiométrica ajustando la perilla de flujo de acetileno que están en la parte frontal de la caja de gas.
- t) Hacer click en el icono OPTIMIZAR SEÑAL en la caja de dialogo.
- u) Hacer click en el icono INST CERO en la caja de dialogo para llevar a cero las señales de la lampara CH y la lampara de D2.



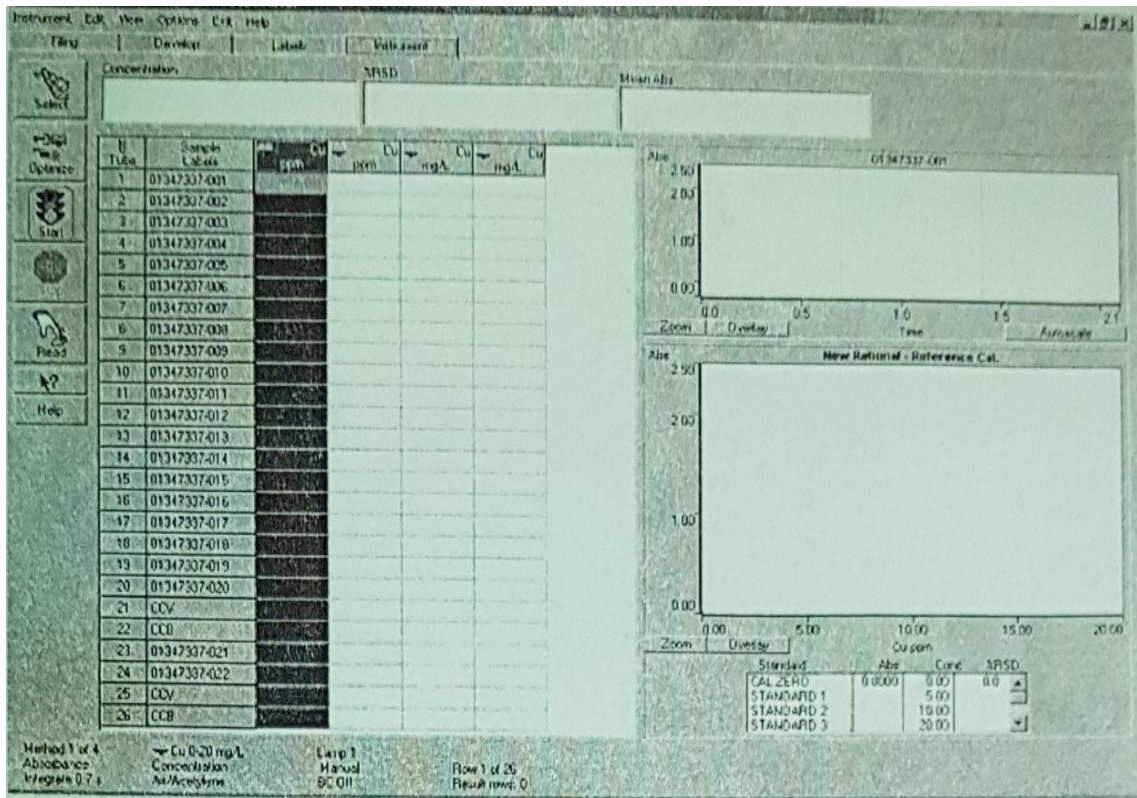
- v) Aspirando el estándar más alto de la calibración y maximizar la señal ajustando el quemador de manera horizontal y rotacional. También ajustar el tornillo (rotar en el sentido horario el tornillo para cerrar el Venturi) y obtener la máxima absorbancia y luego ajustar en sentido horario hasta que se corte el 10% de la absorbancia. Nota: la señal máxima obtenida puede ser demasiada alta en algunos casos como el zinc o curvas altas. En estos casos, reducir la sensibilidad ajustando la rotación del quemador y girando el tornillo en sentido horario.



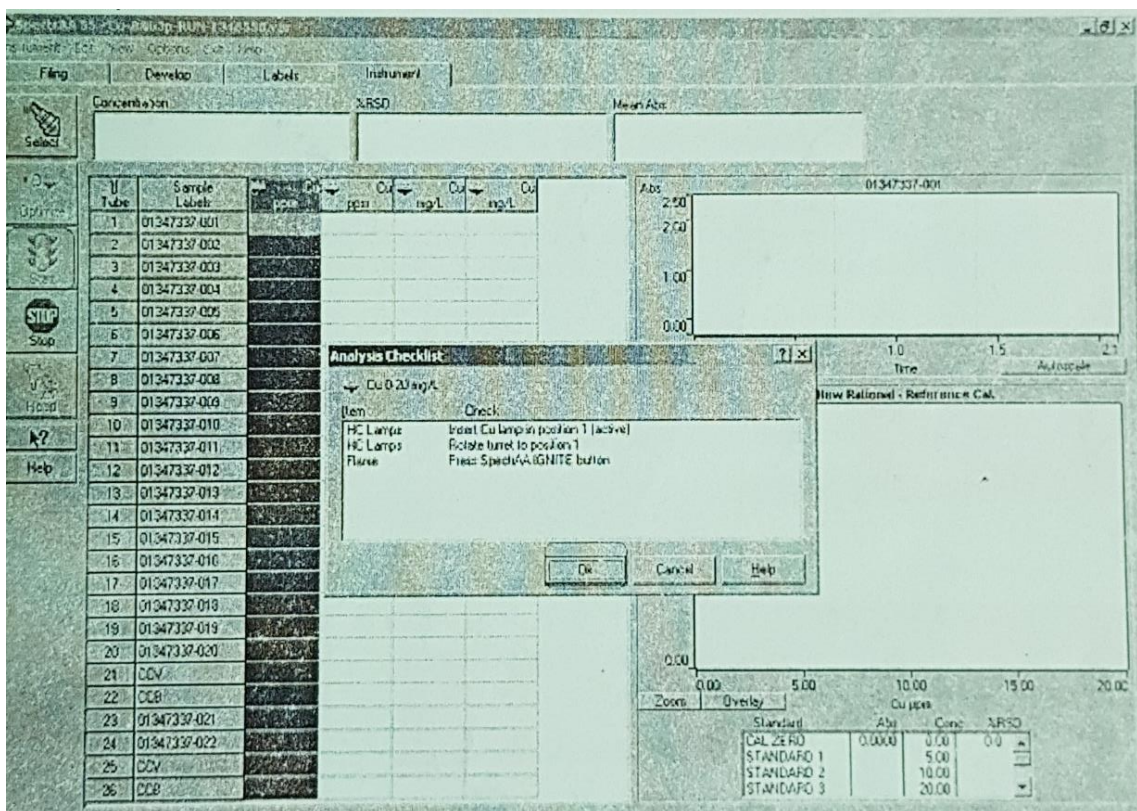
w) Una vez que se ha establecido la señal al nivel apropiado, aspirar algo de agua para enjuagar el nebulizador y la cámara y luego hacer click en cancelar en la caja de dialogo.

1.6. Ejecutando los Análisis

- Verificar si el Run de digestión indicado en el primer tubo de la gradilla sea el mismo que indica el software y en la copia dura.
- Verificar que la posición del blanco (R) indicado en la copia dura del Run de digestión se encuentre en la misma posición de la gradilla, si no está en la misma posición informar a su supervisor.
- Hacer click en el icono Star (inicio) y seguir las instrucciones de la pantalla.

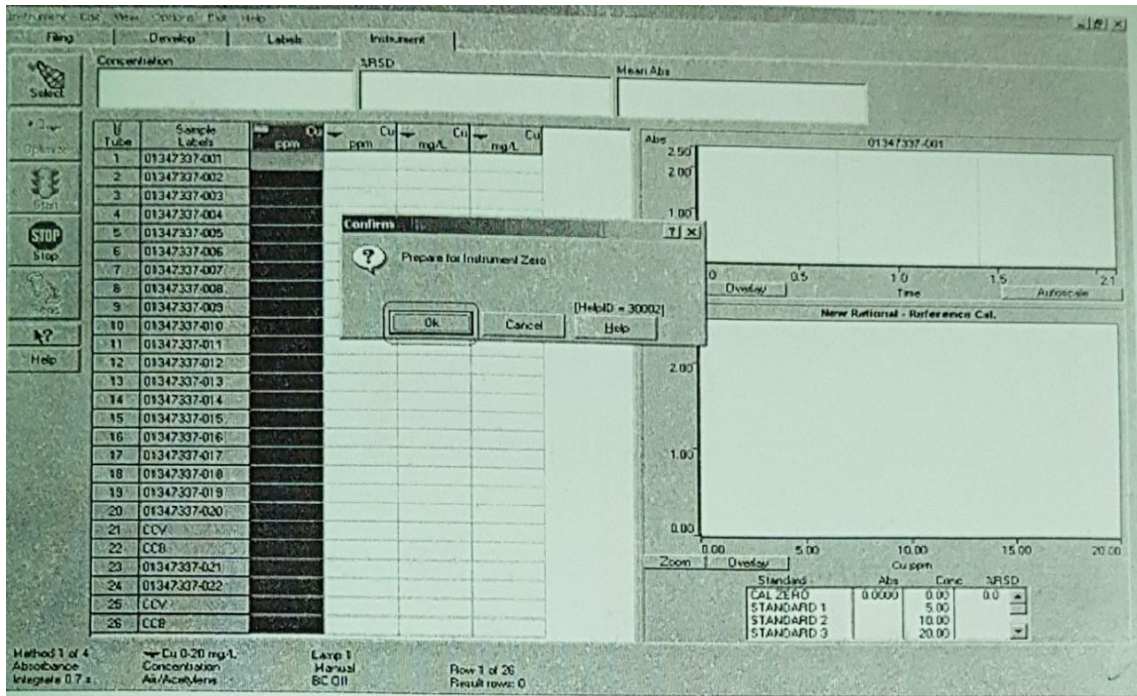


d) Hacer click si están bien las condiciones de la primera caja de dialogo.

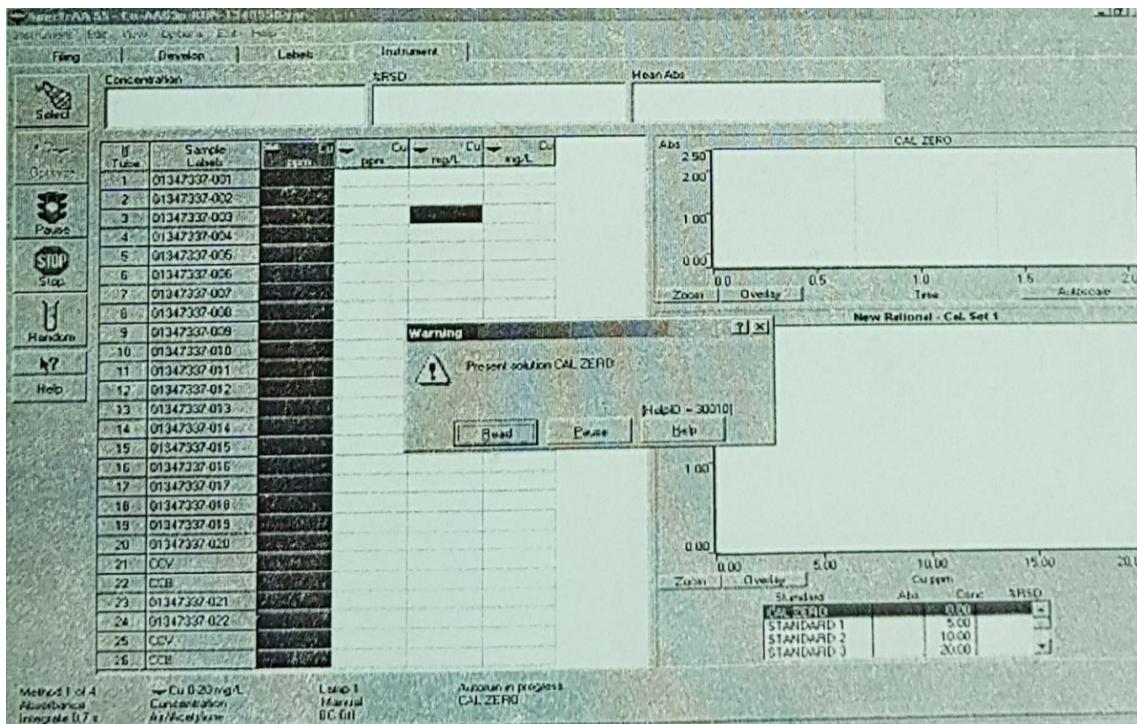


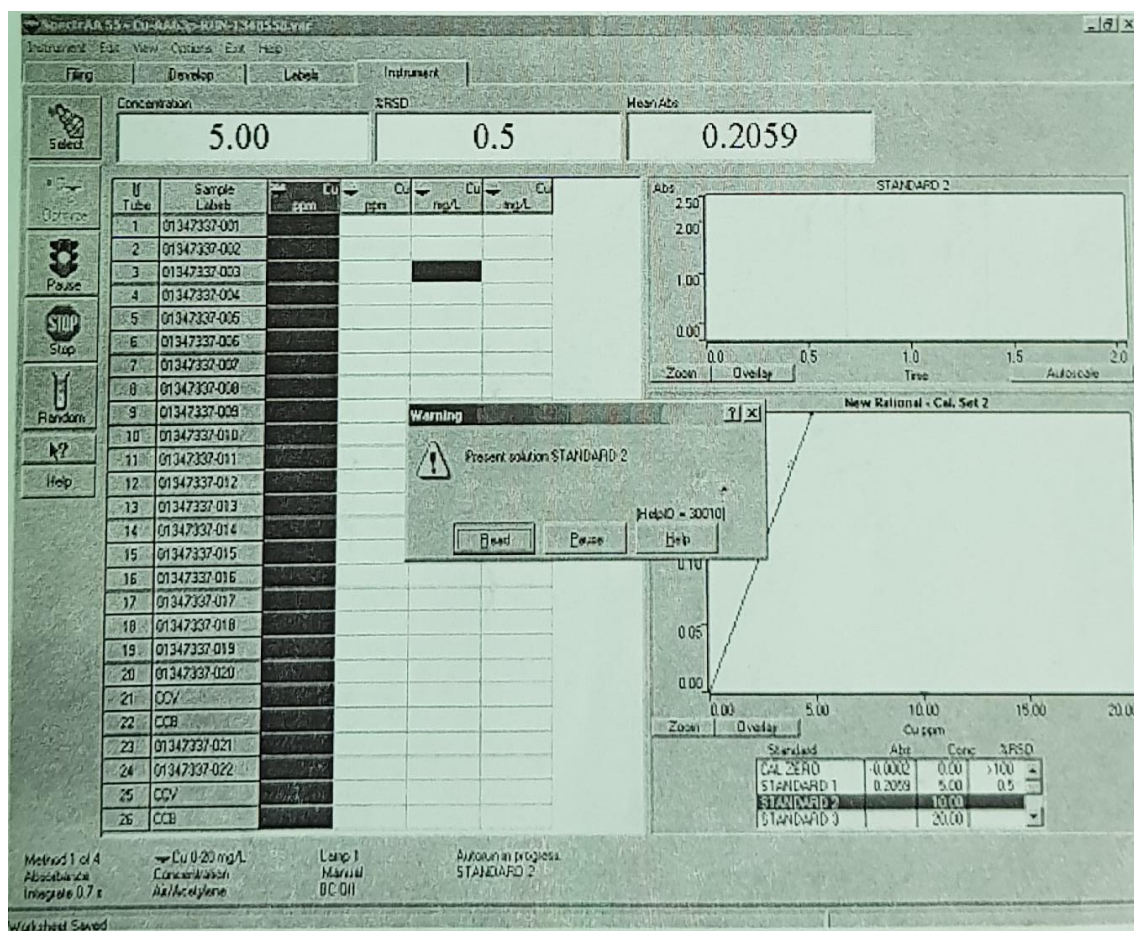
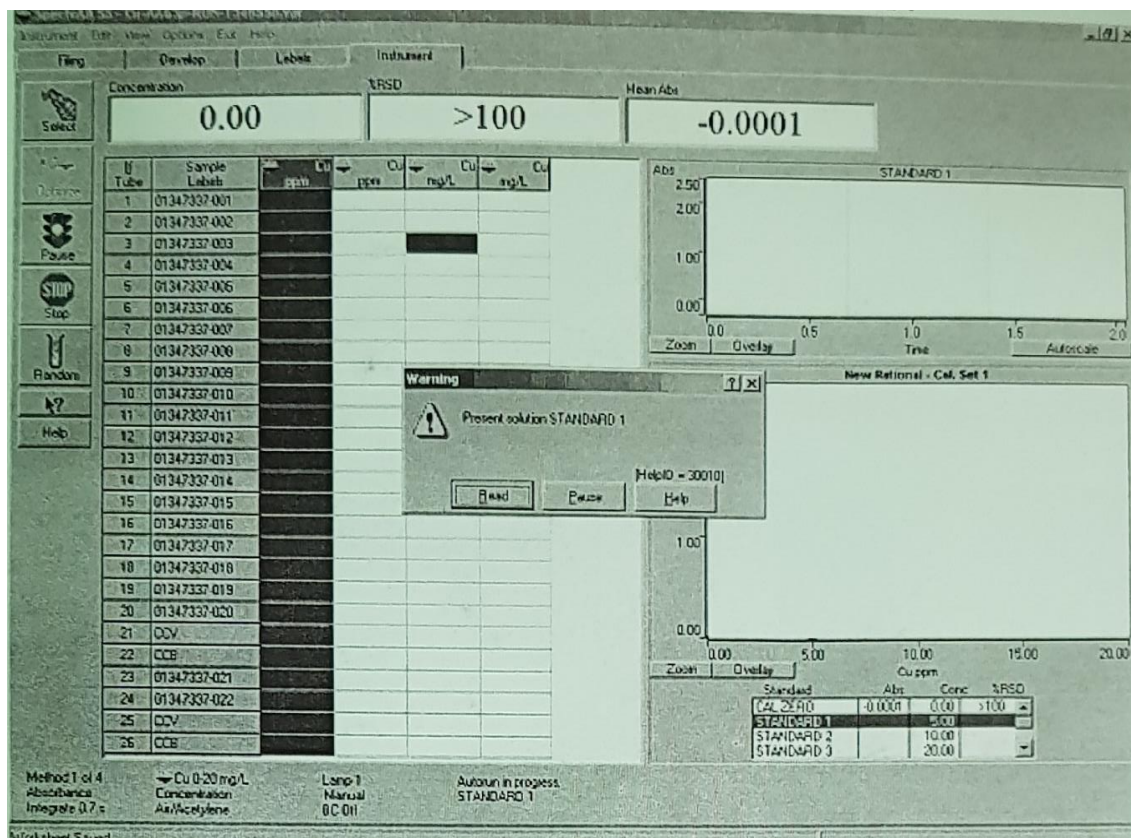
e)

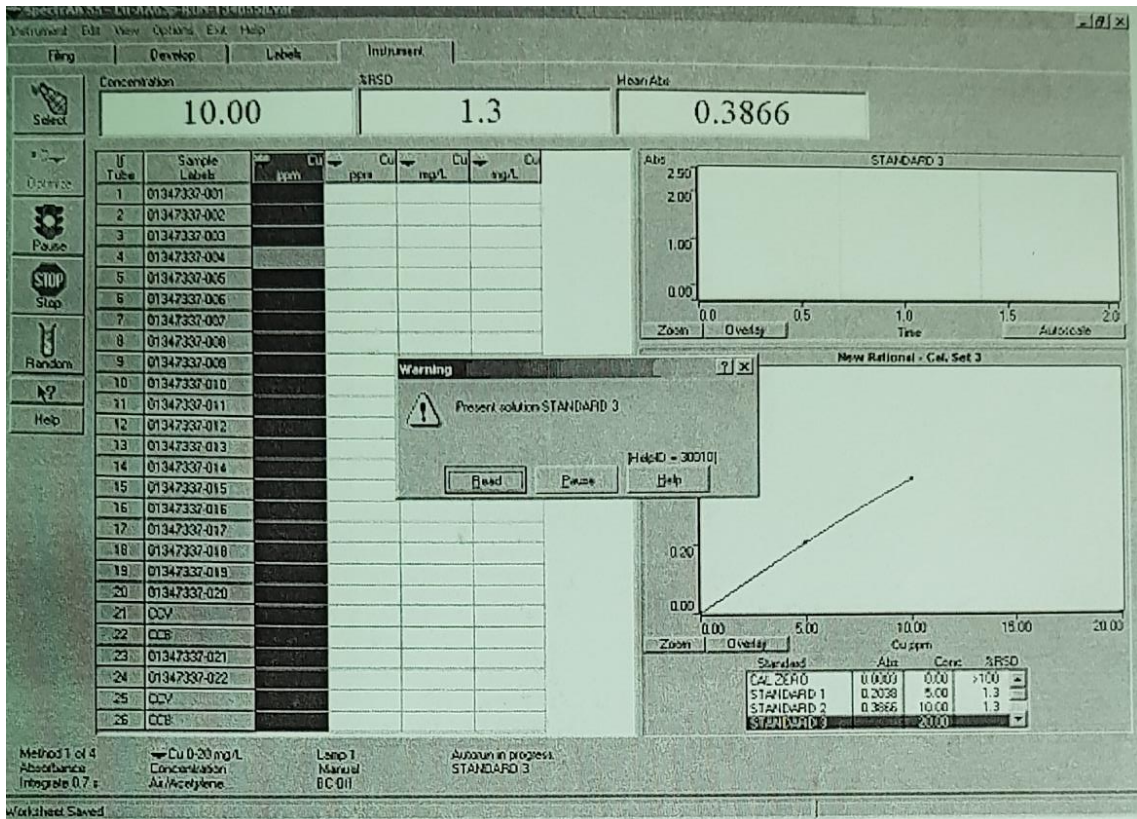
f) En la caja de dialogo “prepare el instrumento a Cero”, presionar el botón OK de abajo mientras el instrumento no está aspirando ninguna solución (es decir cero con aire)



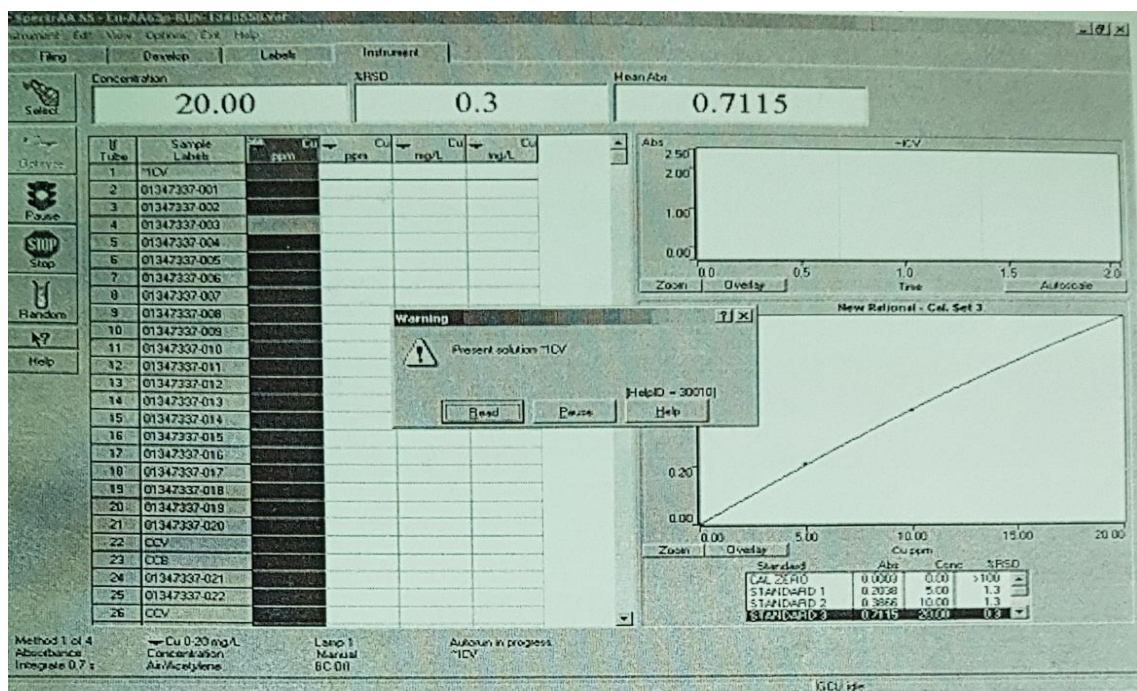
- g) Antes de usar los estándares de calibración verificar que estén dentro de su fecha de uso, en caso de que se encuentren vencidos no usarlos, comunicar al jefe de laboratorio o supervisor para proceder a su nueva preparación.
- h) Luego de proceder a construir la curva de calibración, el software pedirá el blanco de calibración (Cal Zero) y de los respectivos estándares.

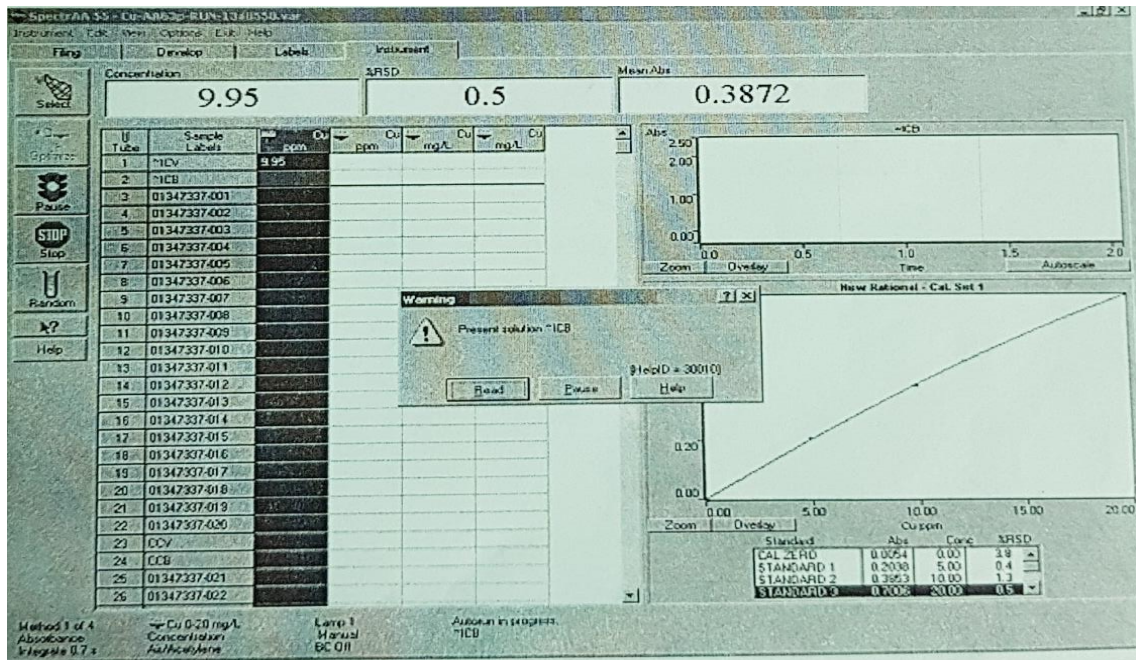




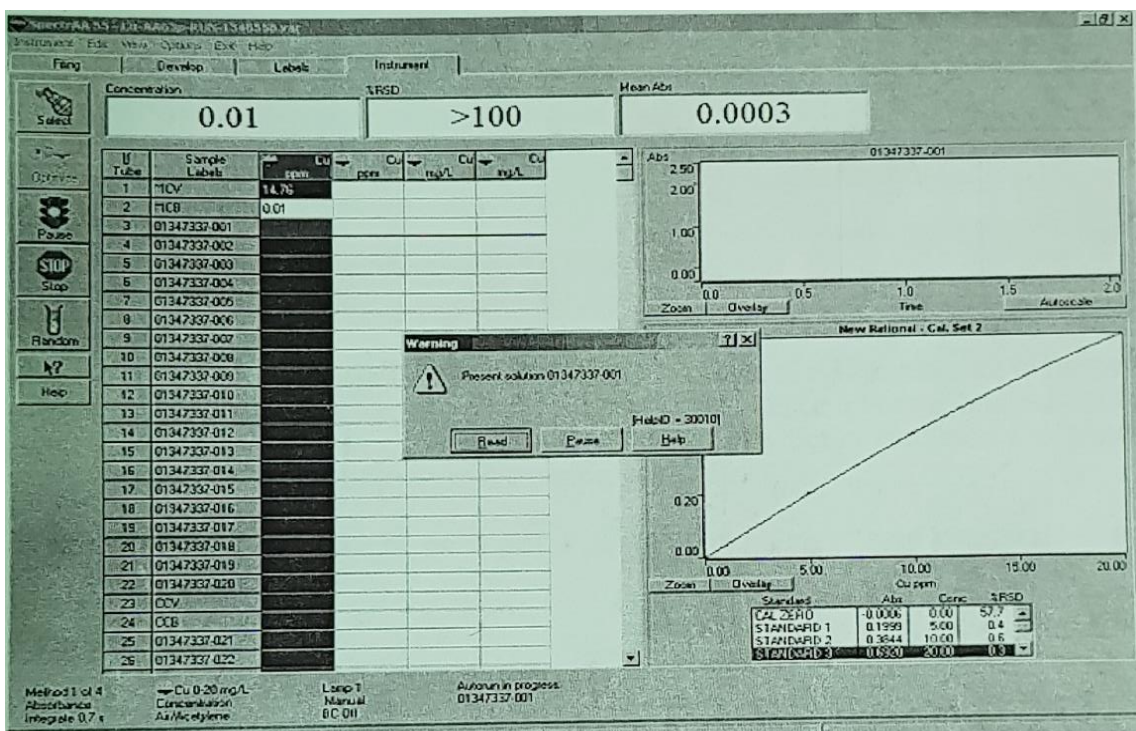


- i) Para realizar la verificación de la curva se usará el estándar QC debe ser una solución diferente al usado en la calibración y de diferente concentración y el blanco QC.
- j) Estándares QC tienen un límite de +/- 2% antes de que sea necesaria una recalibración.



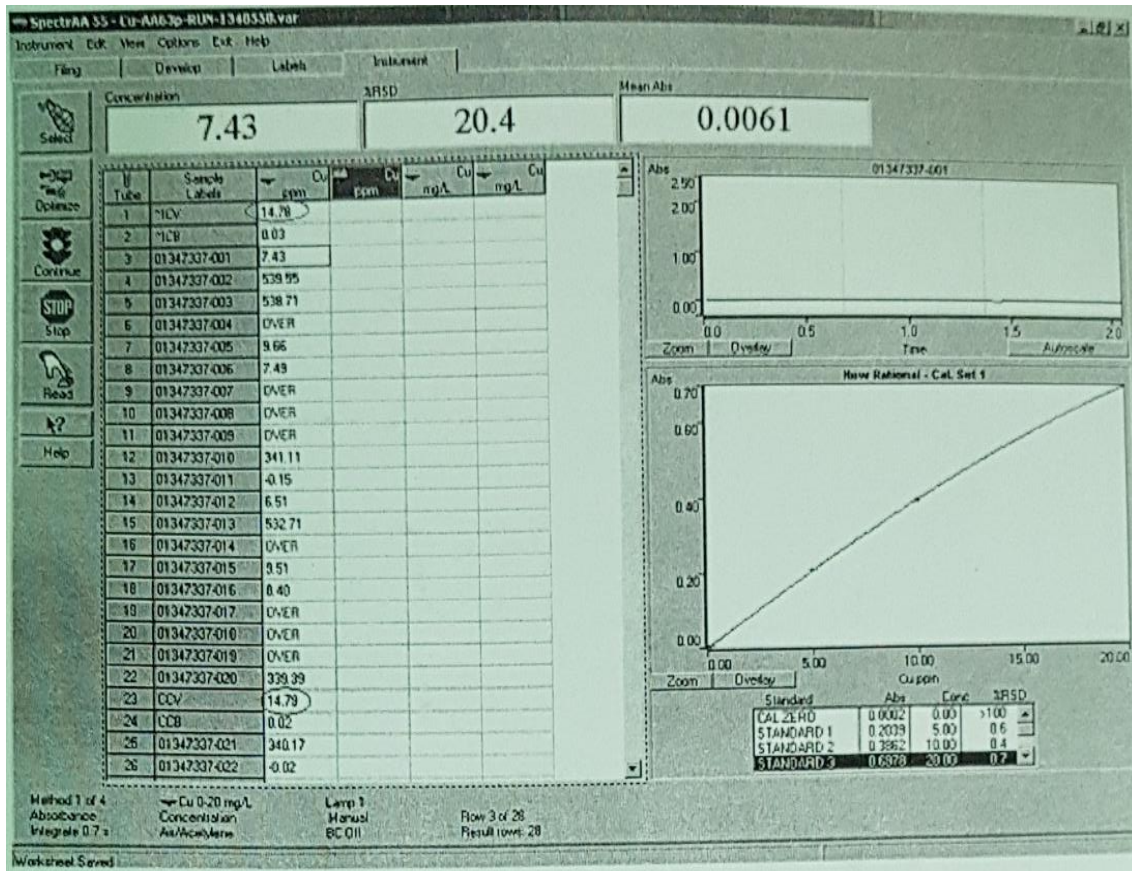


- k) Una vez se ha realizado la calibración se empezará a leer la primera muestra de la gradilla.
- l) Se recomienda posicionar la gradilla de izquierda a derecha del 1 al 50.
- m) Empezar a leer de adelante hacia atrás de izquierda a derecha.
- n) Aspirar la solución de la muestra y presionar el botón de abajo inmediatamente.



- o) Después de realizar cada lectura absorber agua desionizada entre muestra y muestra.

- p) Estándar QC y blanco QC se mostrarán después de cada calibración y cada 20 o 30 muestras.



- q) Para bajar la ventana, mover el puntero del “mouse” o el puntero de la flecha en la página de resultados a algún lugar que pertenezca a la caja cuadrada ploma en la escala sobre esta flecha y hacer click con el botón izquierdo del “mouse” mientras el instrumento este leyendo la muestra.
- r) La concentración por parte del analista es muy importante para realizar este procedimiento.

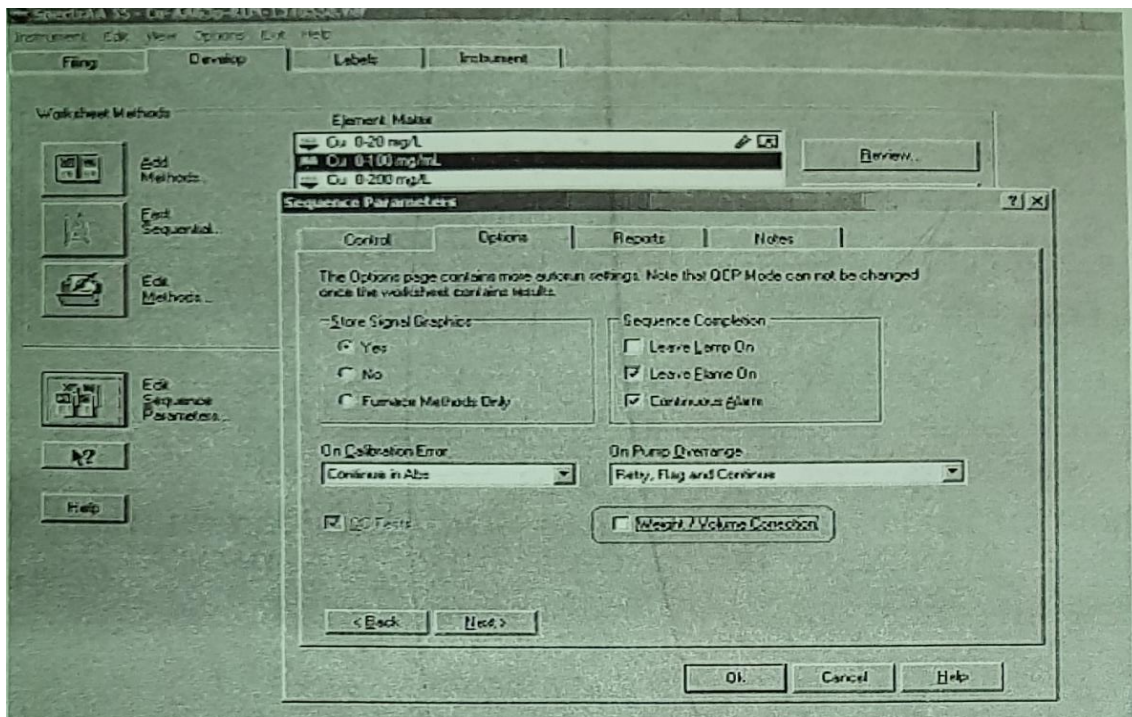
1.7. Re – lectura de muestras y Re – calibrado

- s) Hacer click en el icono PAUSA en la caja de dialogo.
- t) Hacer click en el icono SELECCIONAR
- u) Resaltar cualquier muestra que va a ser re – analizada moviendo el puntero del “mouse” a la celda de resultados de las muestras y hacer click con el botón izquierdo del mouse.
- v) Hacer click en el icono CONTINUAR

- w) Hacer click y descender con la flecha del puntero y seleccionar CALIBRACION si desea recalibrar o seleccionar CAL – CERO si usted desea continuar o correr un blanco.
- x) Hacer click en continuar en la caja de dialogo y proceder de manera normal.

1.8. Acabando la curva baja y seleccionando la curva alta

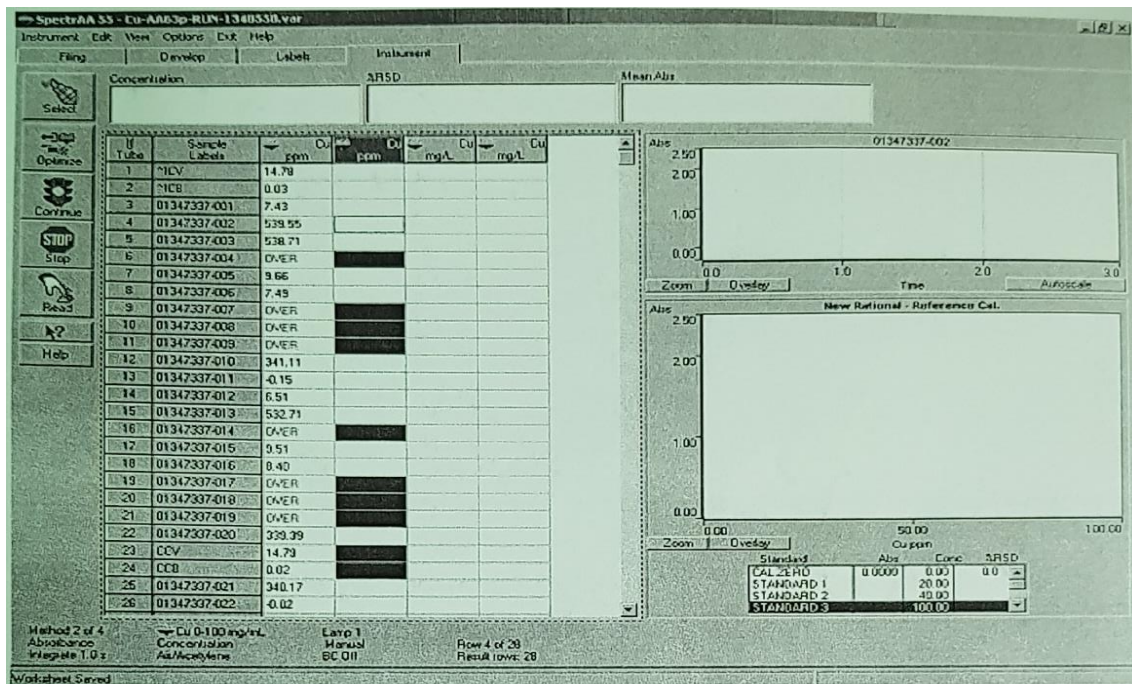
- a) Para muestras que superen la concentración de la primera escala, para la segunda lectura quitar la corrección peso/volumen.



- b) Verificar que las lecturas sean mayores al último estándar de la anterior escala.

| Sample Labels | Concentration | ARSD | Mean Abs |
|---------------|---------------|------|----------|
| 1 | 14.78 | 1.0 | 0.5483 |
| 2 | 0.03 | | |
| 3 | 0.15 | | |
| 4 | 10.54 | | |
| 5 | 10.71 | | |
| 6 | 0.19 | | |
| 7 | 0.15 | | |
| 8 | 0.15 | | |
| 9 | 0.15 | | |
| 10 | 0.15 | | |
| 11 | 0.15 | | |
| 12 | 6.79 | | |
| 13 | 0.00 | | |
| 14 | 0.13 | | |
| 15 | 10.50 | | |
| 16 | 0.15 | | |
| 17 | 0.15 | | |
| 18 | 0.17 | | |
| 19 | 0.15 | | |
| 20 | 0.15 | | |
| 21 | 0.15 | | |
| 22 | 6.76 | | |
| 23 | 14.78 | | |
| 24 | 0.02 | | |
| 25 | 6.71 | | |
| 26 | 0.00 | | |

- c) Hacer click en el icono PAUSA en la caja de diálogos.
- d) Hacer click en el icono SELECCIONAR.
- e) Seleccionar las muestras que van a ser corridas en la próxima curva al lado “OVER”
- f) Bajar a través de la ventana de resultados y marcar todas las muestras apropiadas y también marcar ESTANDAR QC y QC blanco al intervalo apropiado.

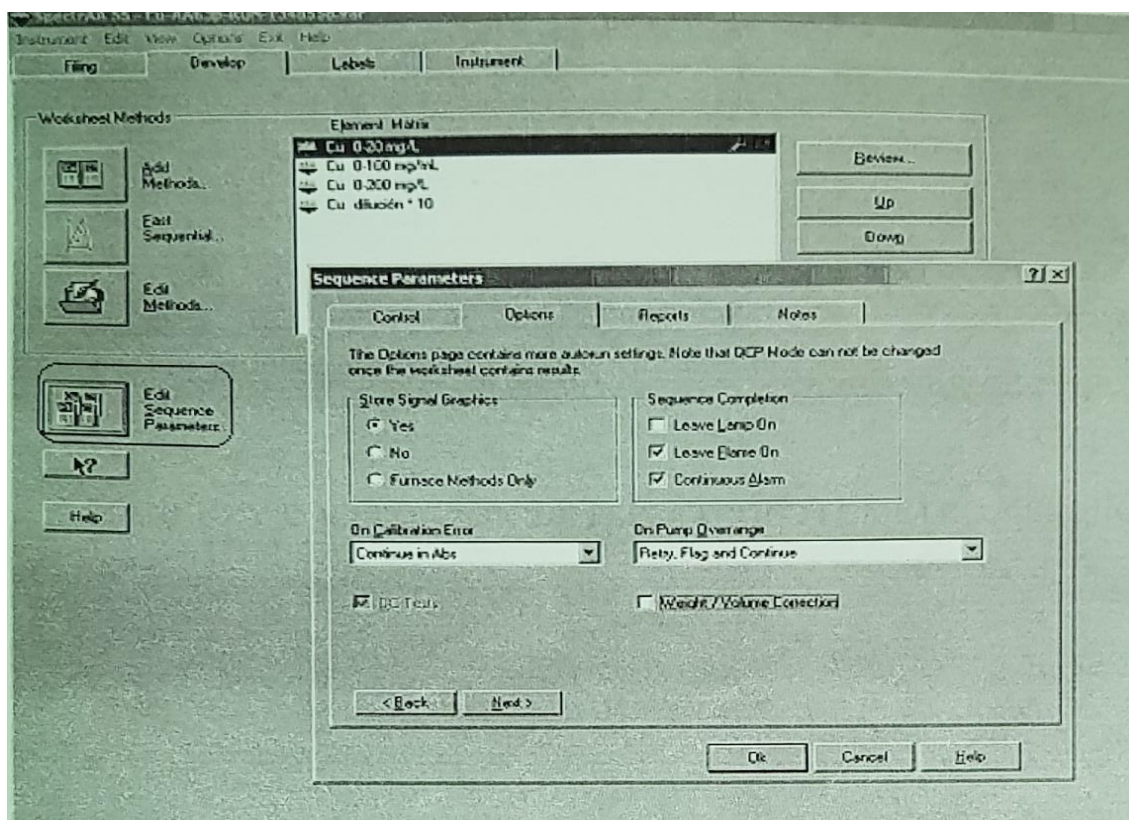


- g) Hacer click en OPTIMIZAR y hacer click en la curva que desea correr seguido de OK.
- h) Hacer click en OK en la caja de diálogo si se encuentra todas las condiciones en la pantalla.
- i) Hacer click en el icono OPTIMIZAR SEÑAL
- j) Hacer click en el icono INSTRUMENT CERO en la caja de dialogo.
- k) Aspirar el estándar de calibración más alto y ajustar la señal para dar la absorbancia apropiada ajustando la rotación del quemador. También ajustar el tornillo girando el contador en sentido horario para bajar la sensibilidad si es necesario.
- l) Una vez que la señal se ha establecido al nivel apropiado aspirar algo de agua para enjuagar el nebulizador y la cámara y luego hacer click en CANCELAR en la caja de dialogo seguido de un click en CANCELAR en la próxima caja de dialogo.

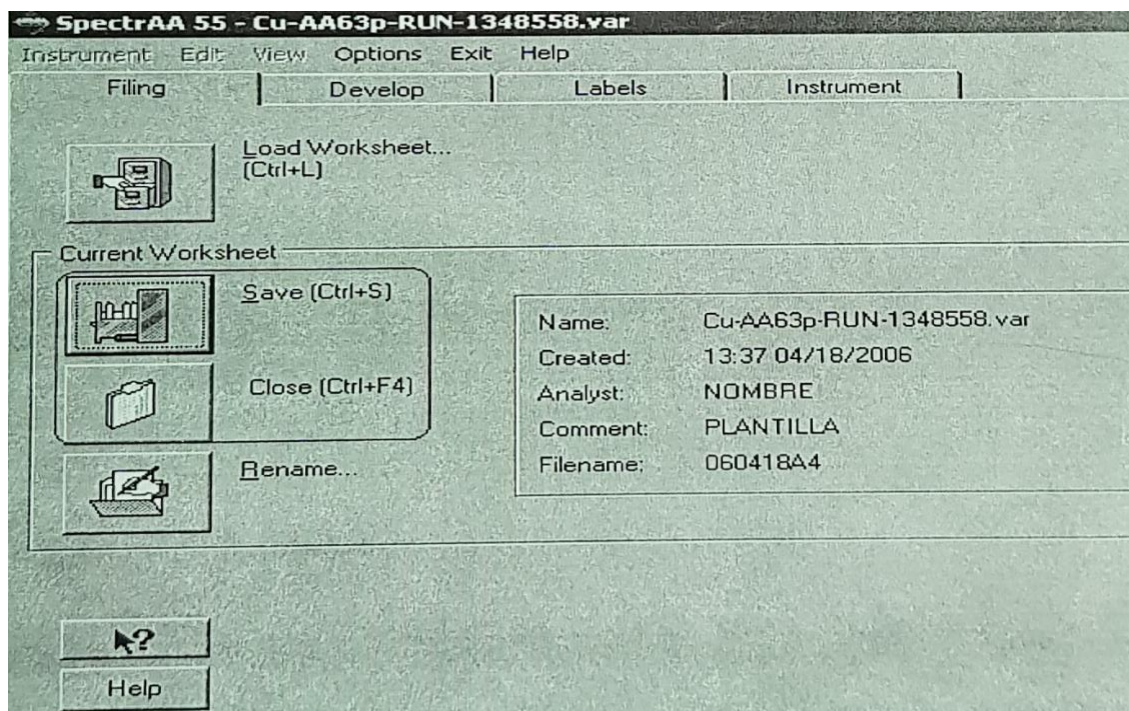
- m) Hacer click en START y proceder a construir la curva de calibración, el software pedirá el blanco de calibración (CAL ZERO) y los respectivos estándares y continuar con los análisis de las muestras.
- n) Hacer click en OK o PAUSA después de que el análisis este completo y seleccionar la próxima curva de la misma manera si se necesario.

1.9. Envío de datos

- a) Hacer click en la pestaña DESARROLLAR
- b) Abrir SECUENCIA DE EDICION DE PARAMETROS
- c) Bajo la pestaña OPCIONES, hacer click en CORRECCION PESO/VOLUMEN.



- d) Bajo la pestaña ARCHIVO, hacer click en GRABAR y luego CERRAR.



1.10. Limpieza del instrumento.

- Cuando termine el analisis, deje enfriar el instrumento.
- Despues que el quemador se ha enfriado, sacarlo y enjuagarlo con agua, si es un quemador de Oxido nitroso, colocarlo en solucion de HNO_3 al 5% despues de enjuagar
- Remover el ensamblaje de la camara nebulizadora / rocio aflojando los dos tornillos de sujecion, sacar la manguera de desecho y sumergja el ensamblaje.
- Remover la camara de desecho girando en sentido horario y vaciar el desecho al desague.
- Enjuagar lacamara de desecho con agua y colocarlo al lado.
- Remover la camara nebulizadora abriendola y enjuagar con agua.
- Destornillar el tubo de la camara de desecho y enjuagarla, luego el bloque nebulizador.
- Colocar todas las piezas otra vez y llenar la camara de desecho con agua desionizada antes de colocarla con en ensamblaje entero en el equipo de AA.

2. Calibración

Absorción Atómica es una técnica comparativa, de ahí que la eficiencia de las mediciones depende fuertemente de la exactitud de los estándares empleados para la calibración. La exactitud en este contexto es mas que una materia de concentración

exacta. También incluye el calce de las propiedades químicas y físicas de todas las soluciones empleadas en el análisis, tanto estándares como muestras.

Como se mencionó anteriormente, las propiedades físicas tales como la viscosidad afectarán la cantidad de solución que llega al mechero. Si los estándares y las muestras no calzan respecto de estas propiedades, su respuesta analítica comparativa puede ser diferente y la exactitud de los resultados degradados. Si los estándares y las muestras no calzan químicamente, su comportamiento comparativo en el mechero será diferente dando respuestas analíticas diferentes y así, resultados inexactos.

Estando el instrumento configurado y operando correctamente muchos elementos darán calibraciones lineales. Una excepción común es el hierro, el cual, debido a la ocurrencia de la línea de resonancia principal en una región densamente poblada del espectro, invariablemente muestra curvatura que depende de la amplitud de la ranura de paso y la resolución disponible.

El número de estándares necesitados para calibrar el instrumento variara de acuerdo a las circunstancias analíticas. Se adoptarán los siguientes principios.

- a) Cuando se desarrolle un método analítico, siempre prepare una curva de trabajo preliminar para que la linealidad de calibración y el rango de absorbancia puedan ser adecuadamente evaluados.
- b) Si la curva de trabajo no es lineal, el formato de ecuación usado por AAS permitirá una calibración exacta a ser obtenida usando tres estándares más un blanco.
- c) Cuando se usan múltiples estándares, siempre seleccione los valores de concentración tal que todo el rango de concentración se divida en pares aproximadamente iguales.
- d) Si la absorbancia de la muestra es mayor que el estándar de calibración superior, el quemador puede ser girado para reducir la sensibilidad y recalibrar el instrumento usando estándares de concentraciones más altas. Girando el quemador en aproximadamente 90° reducirá la sensibilidad por un factor de aproximadamente diez. Este acercamiento es mejor que preparar diluciones debido a los errores que pueden ocurrir.

- e) Otra alternativa apropiada es seleccionar otra línea de absorción menos sensible si es que hay una disponible. Esta alternativa requiere amplificador de señal lo que puede, en algunos casos, llevar a un aumento en la señal de ruido.
- f) Si es posible preparar estándares de matriz – iguales porque la composición química de la muestra (s) es desconocida, el análisis puede ser realizado usando el método de adiciones de estándares. Esto asume que cualquier desigualdad entre las muestras y los estándares se minimice porque los estándares son preparados de muestras reales. Este acercamiento es generalmente valido para interferencias físicas, pero no pueden compensar completamente las interferencias químicas.
- g) Los estándares de calibración de nivel bajo tienen una vida percedera. La fecha de preparación debería aparecer en cada solución estándar de calibración. Pueden considerarse las soluciones stock con una concentración de 1000ppm o mayor estables por lo menos por un año (ALS Geochemistry, 2015). Las soluciones estándares de trabajo de calibración diaria deberían de ser reemplazadas por lo menos mensualmente, dependiendo de los elementos contenidos. Las soluciones de calibración pueden ser guardadas en botellas plásticas o de vidrio. Las botellas plásticas deben ser enjuagadas con ácido antes de ser usadas para su almacenaje.
- h) La expansión de escalas puede usarse para permitir mayor exactitud de lectura donde se encuentren absorbancias bajas. El ruido es también expandido por la misma cantidad, por eso que la expansión de escala es realmente útil solo en circunstancias donde hay disponibilidad de un mechero inherentemente estable y una fuente de cátodo hueco. El cobalto y el cobre son buenos elementos en los cuales se usa la expansión de escala.

3. Precauciones de Seguridad

Se debe poner particular atención en los siguientes aspectos de seguridad cuando se usa un Espectrómetro de Absorción Atómica.

- a) Asegurar que el sistema de ventilación esté operando para sacar cualquier gas o vapor que puedan ser dañinos.
- b) No usar acetileno a una presión mayor que 15psi. Sobre esta presión el acetileno puede explotar espontáneamente.

- c) Los cilindros de acetileno no deben usarse cuando la presión cae bajo los 50psi de lo contrario la acetona puede ser transferida hacia el sistema de control de gas y provocar daño. La presencia de acetona en el acetileno también puede resultar en un cambio en la señal de absorción atómica.
- d) Deberían instalarse contenedores de llama en las líneas de gas inflamable.
- e) Chequear regularmente el sistema de entrega de gases desde el regulador a la cámara nebulizadora por posible escape.
- f) Mantener siempre el sifón lleno con el líquido que sea igual al solvente que está siendo aspirado.
- g) No aspirar soluciones acidas dentro de una cámara nebulizadora usada para el análisis de líquidos orgánicos.
- h) Asegurar siempre que el contenedor de desechos este en el lugar correcto.
- i) Cuando aspire soluciones de cianuro asegúrese que el líquido en el contenedor de desechos tenga un valor de pH mayor de 7, de lo contrario el gas de cianuro de hidrogeno puede evolucionar.
- j) Mantener la pantalla de absorción UV en su lugar cuando trabaje en frente del espectrómetro.
- k) No usar el quemador de aire – acetileno (de 10cm) con óxido nitroso – acetileno.
- l) No dejar que un quemador se bloquee ya que este puede aumentar la presión en el recipiente de líquidos y romper el sello del líquido. Esto puede provocar un retroceso y una explosión.
- m) Apagar siempre el mechero antes de limpiar el quemador.
- n) Cuando aspire líquidos orgánicos, siempre use un contenedor tapado y alimente el capilar entubado a través de un hoyo pequeño en la tapa. Esto minimizara el riesgo de incendio.
- o) No dejar que el solvente de desechos de la cámara nebulizadora se acumule. Use un contenedor de desechos pequeño ubicado en un área ventilada y vacíelo frecuentemente.
- p) Como la mayoría de las soluciones analizadas por AAS son acidas siempre use guantes de plástico para protegerse las manos.
- q) No trate de tomar un quemador sin chequear primero su temperatura. Es una buena práctica que siempre se use un guante aislante cuando saque el quemador.

4. Mantenimiento

4.1.Mantenimiento General del Instrumento

Los líquidos y vapores corrosivos atacaran la cabina del instrumento. Para minimizar el daño, frote el instrumento con un trapo suave húmedo usando agua o solución de detergente suave. Esto se hará por lo menos una vez al día. No use solventes orgánicos.

Los lentes del compartimiento de muestras y las ventanas de la lampara pueden acumular polvo o huellas de dedos. Estos pueden limpiarse con papel tissue óptico humedecido con una mezcla de etanol – agua.

Todos los otros componentes ópticos están sellados y limpiados por personal de Ingeniería de Servicios durante las visitas de mantenimiento regulares.

4.2.Mantenimiento del Abastecimiento de Gas

Cuando cambien los cilindros de gas chequee la conexión por fugas usando una solución de jabón o un detector de fugas existente en el comercio. Los reguladores y las válvulas deberían chequearse cada vez que se cambia un cilindro.

La entrega de aire comprimido debería ser seco y libre de aceite. Chequee el filtro de aire por acumulación de partículas y humedad por lo menos semanalmente. Desmantele el ensamblaje del filtro y limpie el elemento del filtro, el recipiente y los componentes de la válvula de drenaje. Debería hacerse más frecuentemente en climas cálidos, húmedos.

La presión del acetileno entregada debería regularse y nunca exceder los 15psi. Chequear la presión del cilindro diariamente. Se debe mantener en exceso 50psi para prevenir que la acetona entre en la línea de gas y degrade los resultados.

Asegurar que el sistema de ventilación esté operando. Una simple prueba de humo indicara si este está funcionando adecuadamente y esto debería ser hecho por lo menos semanalmente.

4.3.Quemador, nebulizador y cámara nebulizadora

Chequear el cuerpo nebulizador, el capilar y el Venturi por posible corrosión. Estos problemas pueden minimizarse aspirando 50 – 100ml de agua destilada al final de cada día. Si el capilar del nebulizador se llega a bloquear, será necesario desmantelarlo

y limpiar en un baño ultrasónico usando una solución 0.5% de Triton X-100 por 5 – 10 minutos.

Cuando saque el nebulizador para inspección, chequee siempre la bola de vidrio por picaduras o quiebres. Asegúrese que el mecanismo de ajuste opere correctamente y que la bola de vidrio este correctamente posicionada sobre la salida del nebulizador.

Cuando el nebulizador y la bola de vidrio sean sacados del instrumento para inspección, debería sacarse y limpiarse la cámara nebulizadora y el contenedor de líquidos completamente con agua tibia y detergente. Enjuague los componentes con agua destilada y seque. Complete el contenedor de líquidos y vuelva a armar la cámara nebulizadora, chequeando cualquier distorsión de los o-ring o bloqueos en las entradas de gas. Vuelva a conectar la instalación de drenaje y asegúrese que esta no esté bajo el nivel del desecho.

4.4.Recomendaciones Generales de Mantenimiento del Usuario

4.4.1. Diariamente

- Chequear el sistema de extracción
- Asegurarse que este prendido y que la campana este posicionada directamente sobre la chimenea
- Asegurarse que nada este bloqueando el sistema ventilador.
- Chequear los suministros de gas.
- Al inicio de cada turno chequear la presión del tanque y asegurarse que haya suficiente gas para el día. Sino cambie el vacío por uno nuevo. Cambie el tanque cuando la presión este en aproximadamente 50psi.
- Chequee la presión de la línea y asegúrese que la aguja marca entre 10 a 14psi. Hacer ajustes si la presión sale de estos límites.
- Pruebe todas las conexiones por fugas usando agua jabonosa después de cambiar los tanques.
- Inspeccionar todas las mangueras de gas por daño o deterioración.
- Limpiar el instrumento; limpiar vigorosamente el ensamblaje de la cámara nebulizadora / roció con agua al final de cada día.
- Limpieza del quemador; enjuagar la cabeza del quemador con agua al final de su turno y secarlo.

- Quemadores de NO_2 deben ser colocados en una solución de HNO_3 al 5% para remover los depósitos.
- Para cabezas de quemador realmente sucias, limpiar con una tarjeta y Brasso, y luego enjuagarlo con agua.

4.4.2. Semanalmente

- Limpiar la lámpara, compartimiento de muestras, las ventanas con un papel libre de pelusa. Si las ventanas están realmente sucias, limpiar con una solución de metanol / agua al 50%.
- Chequear el filtro de aire, cámara nebulizadora y trampa de líquidos.

4.4.3. Mensualmente

- Inspeccionar las partes individuales del nebulizador y el ensamblaje de la cámara nebulizadora de desgastes y roturas.

4.4.4. Anualmente

- Coordinar el Servicio de Ingeniería de Varian para que ejecuten un mantenimiento preventivo.

ANEXO 2: RELACIÓN DE LABORATORIOS DE ENSAYO ACREDITADOS.

SNA-acr-05-DI
Revisión 201
Fecha: 2016-06-07
Copia N° 07

LABORATORIOS DE ENSAYO ACREDITADOS

El Servicio Nacional de Acreditación del INDECOPI, en ejercicio de sus facultades que le confieren el Decreto Legislativo 1030 y el Decreto Legislativo 1033, ha reconocido la competencia técnica de los Laboratorios de Ensayo indicados a continuación, previa evaluación del cumplimiento de los criterios establecidos en el Reglamento General de Acreditación y en la norma NTP-ISO/IEC 17025 REQUISITOS GENERALES PARA LA COMPETENCIA DE LABORATORIOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN, acreditándolos mediante Resolución o Cédula de Notificación, facultándolos a emitir Informes de Ensayo con Valor Oficial y utilizando el Símbolo de Acreditación.

| N° | Nombre del Laboratorio | Tipo de Laboratorio | Dirección | Teléfono | Fax | E-mail/ Web | Resolución/ Cédula de Notificación | Vigencia | Cumple con | Registro N° |
|----|---|---------------------|---|----------------------|----------------------|--|------------------------------------|-------------------------------|------------------------|-------------|
| 1 | ALEX STEWART (ASSAYERS) DEL PERÚ S.R.L. | Tercera Parte | Jr. Los Negocios N° 420 – Surquillo | 221 1315 222 2311 | 221 1278 221 6428 | asagerencia@wovyna.rp.net.pe asagerencia@alexstewartperu.com www.alexstewartperu.com | 30-2009/SNA-INDECOPI | 20.15.02-19 al 20.18.02-19 | NTP-ISO/IEC 17025:2006 | LE – 036 |
| 2 | ALS Perú S.A. | Tercera Parte | Oficina Calle 1 L.L. – 1A Mz. D - Urb. Industrial Bocanegra – Callao 1 Laboratorio: Av. Argentina 1859 Cercado de Lima, Lima 1 | 336 5353 | 336 7343 | angel.rodriguez@alsglobal.com rosa.manrique@alsglobal.com | 0173.2009/SNA-INDECOPI | 20.15.07-21 al 20.18.07-21 | NTP-ISO/IEC 17025:2006 | LE – 025 |
| 3 | ARPL TECNOLOGÍA INDUSTRIAL S.A. | Tercera Parte | Av. Carlos Villarán 508 1er piso – La Victoria | 265 7272 | 266 0237 470 2933 | laboratorio@arpl.com | 22-2009/SNA-INDECOPI | 20.14.02-17 al 20.17.02-17 | NTP-ISO/IEC 17025:2006 | LE – 024 |
| 4 | BUENAVENTURA INGENIEROS S.A. | Tercera Parte | Natello Sánchez 220, Edificio Plaza piso 3 Of. 301 - Jesús María | 626-6200 433-2842 | 626-6200 433-2842 | contacto@buena.com.pe | 13-2010/SNA-INDECOPI | 20.15.01-14 al 20.18.01-14 | NTP-ISO/IEC 17025:2006 | LE – 049 |
| 5 | CERTIFICACIONES DEL PERÚ S.A. - CERPER | Tercera Parte | Santa Catalina: Av. Santa Rosa 601 - La Perla - Callao Sede Chimboleg: Av. José Carlos Mariátegui s/n Cerro Cívico - Urb. Buenos Aires - Nuevo Chimboite Sede Piura: Urb. Angamos Manzana A Lote 2 - Piura | 319 9000 420 4145 | 420 4128 | info@cerper.com www.cerper.com | 0075-2009/CRT-INDECOPI | 20.15.05-31 al 20.18.05-31 | NTP-ISO/IEC 17025:2006 | LE – 003 |
| 6 | CERTIFICACIONES Y CALIDAD S.A.C. - CERTICAL | Tercera Parte | Av. Sucre 1361 Pueblo Libre - Lima | 461 1036 | 461 1036 | informes@certical.com.pe nullavareda@certical.com.pe | 0114-2009/CRT-INDECOPI | 20.15.08-20 al 20.18.08-20 | NTP-ISO/IEC 17025:2006 | LE – 045 |
| 7 | CERTINTEX S.A.C | Tercera Parte | Av. Grau 476 Santa Clara - Ate | 356 0140 | 356 2377 | lab@certintex.com | 0075-2007/CRT-INDECOPI | 20.14.08-09 al 20.17.08-09 | NTP-ISO/IEC 17025:2006 | LE – 041 |

Página 1 de 6

ANEXO 3: FOTOS EN DESARROLLO DE LABORES.

