



Universidad Nacional José Faustino Sánchez Carrión

**Facultad de Ingeniería Química y Metalúrgica
Escuela Profesional de Ingeniería Metalúrgica**

**Estudios del comportamiento de los metales para la producción
de aleaciones no ferrosas**

Tesis

Para optar el Título Profesional de Ingeniero Metalúrgico

Autores

**Torres Pérez Edson Raúl
Bezada Fernández Víctor Martín**

Asesor

Dr. Ipanaque Roña Juan Manuel

Huacho - Perú

2023



Reconocimiento - No Comercial – Sin Derivadas - Sin restricciones adicionales

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>

Reconocimiento: Debe otorgar el crédito correspondiente, proporcionar un enlace a la licencia e indicar si se realizaron cambios. Puede hacerlo de cualquier manera razonable, pero no de ninguna manera que sugiera que el licenciante lo respalda a usted o su uso. **No Comercial:** No puede utilizar el material con fines comerciales. **Sin Derivadas:** Si remezcla, transforma o construye sobre el material, no puede distribuir el material modificado. **Sin restricciones adicionales:** No puede aplicar términos legales o medidas tecnológicas que restrinjan legalmente a otros de hacer cualquier cosa que permita la licencia.



UNIVERSIDAD NACIONAL JOSÉ FAUSTINO SÁNCHEZ CARRIÓN

LICENCIADA

(Resolución de Consejo Directivo N° 012-2020-SUNEDU/CD de fecha 27/01/2020)

"Año de la unidad, la paz y el desarrollo"

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y METALÚRGICA

ESCUELA PROFESIONAL INGENIERÍA METALÚRGICA

INFORMACIÓN DE METADATOS

DATOS DEL AUTOR (ES):		
NOMBRES Y APELLIDOS	DNI	FECHA DE SUSTENTACIÓN
Torres Pérez Edson Raúl	71838063	26/04/2023
Bezada Fernández Víctor Martin	71550927	26/04/2023
DATOS DEL ASESOR:		
NOMBRES Y APELLIDOS	DNI	CÓDIGO ORCID
Ipanaque Roña Juan Manuel	32952515	0000-0003-2695-9802
DATOS DE LOS MIEMBROS DE JURADOS – PREGRADO/POSGRADO-MAESTRÍA-DOCTORADO:		
NOMBRES Y APELLIDOS	DNI	CODIGO ORCID
Alberto Irhaam Sánchez Guzmán	15758117	0000-0003-1575-8466
Berardo Beder Ruiz Sánchez	31602007	0000-0002-1822-9204
Víctor Raúl Coca Ramírez	15601160	0000-0002-2287-7060

“ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO DE LOS METALES PARA LA PRODUCCIÓN DE ALEACIONES NO FERROSAS”

INFORME DE ORIGINALIDAD

17 %	17 %	1 %	10 %
INDICE DE SIMILITUD	FUENTES DE INTERNET	PUBLICACIONES	TRABAJOS DEL ESTUDIANTE

FUENTES PRIMARIAS

1	Submitted to Universidad Nacional Jose Faustino Sanchez Carrion Trabajo del estudiante	8 %
2	repositorio.unjfsc.edu.pe Fuente de Internet	6 %
3	dokumen.pub Fuente de Internet	1 %
4	www.repositorio.usac.edu.gt Fuente de Internet	<1 %
5	Submitted to Corporación Universitaria Remington Trabajo del estudiante	<1 %
6	www.misanimales.com Fuente de Internet	<1 %
7	doku.pub Fuente de Internet	<1 %
8	revistas.ucn.cl Fuente de Internet	<1 %

DEDICATORIA

Principalmente, a Dios por haberme permitido llegar hasta este punto y haberme dado salud, a mis padres que con todo su amor y cariño, que me brindan su apoyo constante para que pueda ser un buen profesional.

AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo se le agradece al Gerente Administrativo de la referida empresa por la oportunidad que me brindo.

INDICE

PORTADA.....	i
DEDICATORIA.....	v
AGRADECIMIENTOS.....	vi
INDICE.....	vii
INDICE DE TABLA.....	viii
INDICE DE FIGURA.....	ix
INDICE DE ANEX.....	x
GLOSARIO DE ABREVIATURA.....	xi
RESUMEN.....	14
ABSTRACT.....	15
INTRODUCCION.....	16
CAPITULO I.....	17
PLANTEAMIENTO DE PROBLEMA.....	17
1.1. Descripción de la realidad problemática.....	17
1.2. Formulación del problema.....	17
1.2.1. Problema General.....	17
1.2.2. Problema Específico.....	17
1.3. Objetivos.....	18
1.3.1. Objetivos Generales.....	18
1.3.2. Objetivos Específicos.....	18
1.4. Justificación de la Investigación.....	18

1.5. Delimitación del estudio.	19
1.5.1. Delimitación Territorial.	19
1.5.2. Delimitación Tiempo y Espacio.....	19
1.5.3. Delimitación de Recursos.	19
1.6. Validación del Estudio.	19
CAPITULO II	20
MARCO TEORICOS	20
2.1. Espectroscópica de Absorción Atómica.....	20
2.1.1. Antecedentes de la Espectroscopia Atómica	20
2.1.2. Antecedentes de la Investigación.....	21
2.2. Espectroscopia de Absorción Atómica en Flama.....	23
2.2.1. Componentes de un Espectrofometro de Absorción Atómica	24
2.2.2. Técnicas de Análisis por Absorción Atómica.....	25
2.2.3. Fuentes de Radiación.	26
2.2.4. Nebulizador.....	29
2.2.5. Tipos de Quemador.....	30
2.2.6. Flama.....	32
2.2.7. Interferencias.....	33
2.2.8. Instrumentación en espectroscopia de absorción atómica	35
2.2.9. Medición, Calibración y Evaluación.....	37
2.3. Validación del método analítico.	39
2.3.1. Etapas del Proceso de Validación.....	40

2.3.2. Parámetros de validación.....	40
2.4. Formulación de Hipótesis.....	44
2.4.1. Hipótesis General.....	44
2.4.2. Hipótesis Específicas.....	44
CAPITULO III.....	45
METODOLOGIA.....	45
3.1. Diseño Metodológico.....	45
3.1.1. Tipo de Investigación.....	45
3.1.2. Nivel de Investigación.....	45
3.1.3. Diseño de la Investigación.....	45
3.1.4. Enfoque de la Investigación.....	46
3.2. Población y Muestra.....	46
3.2.1. Población.....	46
3.2.2. Muestra.....	46
3.2.3. Tamaño de muestra.....	47
3.3. Operación de Variables.....	48
3.4. Técnicas e instrumentos de recolección de datos.....	49
3.4.1. Técnicas a emplear.....	49
3.4.2. Descripción del Proceso analítico.....	49
3.4.3. Equipos y Aparatos.....	52
3.4.4. Material y Reactivos.....	52
3.4.5. Calculo.....	52

3.5. Técnica para el procesamiento de la información.....	x 53
CAPITULO IV	54
RESULTADOS	54
4.1. Resultados del elemento de Fierro	54
4.2. Resultados del elemento de Aluminio	59
4.3. Resultados del elemento de Plomo	64
4.4. Resultados del elemento de Níquel.....	69
4.5. Resultados del elemento de Manganeso	74
4.6. Resultados del elemento de Estaño.....	79
CAPITULO V.....	84
DISCUSION CONCLUSION Y RECOMENDACIÓN´	84
5.1. Discusión.....	84
5.2 Conclusiones.	84
5.3. Recomendaciones.....	85
CAPITULO VI.....	86
BIBLIOGRAFÍA.....	86
ANEXO	88

GLOSARIO DE ABREVIATURA

	:	
N°	:	Números
KHz	:	Kilo hertzios
MHz	:	Mega hertzios
HCL	:	Lámpara de cátodo hueco
EDL	:	Lámpara de descarga sin electrodo
nm	:	nanómetro
EAA	:	Espectrometría de Absorción atómica
AAS	:	Espectrometría de Absorción atómica
YBSC-3	:	Latón
Tn	:	Tonelada
LDM	:	Límite de detención
LCM	:	Límite de Cuantificación
CV	:	Coefficiente de variación
CV _r	:	Coefficiente de variación real
DEVEST	:	Desviación Estándar
YBSC-3	:	Aleación de Cobre, plomo y zinc
Pen	:	Pendiente

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación tiene por objetivo, evaluar, comparar y seleccionar la materia prima en fundición de aleaciones en base cobre YBSC-3 mediante análisis por absorción atómica en Fundicar s.a.c, a nivel experimental, es una investigación experimental, comparativa donde se aplicara técnicas y métodos para controlar, mejorar y evaluar los resultados, donde se desea compara los lingotes reyes, lingotes rojas y chatarra de bronce de materia prima para su producción, evaluando el costo de operación y mejor calidad de sus productos, se usaron 0.12g para cada prueba, los resultados del elemento Fe, fueron los siguientes: 1.02% para la muestra de lingotes reyes, 0.86% para la muestra de lingotes rojas, 0.51% para la muestra de chatarra de bronce donde el rango es $>0.6\%$. Para el elemento Al, fueron los siguientes: 1.31% para la muestra de lingotes reyes, 1.13% para la muestra de lingotes rojas, 0.89% para la muestra de chatarra de bronce, donde el rango es $>1\%$. Para el elemento Pb, fueron los siguientes: 1.72% para la muestra de lingotes reyes, 2.09% para la muestra de lingotes rojas, 2.6% para la muestra de chatarra de bronce, donde el rango es de 2.5% a 3.5%. Para el elemento Ni, fueron los siguientes: 0.19% para la muestra de lingotes reyes, 0.17% para la muestra de lingotes rojas, 0.19% para la muestra de chatarra de bronce, donde el rango es $>0.5\%$. Para el elemento Mn, fueron los siguientes: 0.045% para la muestra de lingotes reyes, 0.047% para la muestra de lingotes rojas, 0.052% para la muestra de chatarra de bronce, donde el rango es $>0.05\%$. Para el elemento Sn, fueron los siguientes: 0.51% para la muestra de lingotes reyes, 0.53% para la muestra de lingotes rojas, 0.60% para la muestra de chatarra de bronce, donde el rango es $>1.5\%$.

Después de evaluar los resultados en laboratorio químico, podemos determinar que la materia prima, tanto en costos de producción como en calidad es la chatarra de bronce para la producción de lingotes YBSC-3.

PALABRAS CLAVES: MHz, HCL, EDL, nm, EAA, AAS, YBSC-3

ABSTRACT

The purpose of this research work is to evaluate, compare and select the raw material in smelting of copper-based alloys YBSC-3 through atomic absorption analysis in Fundicar sac, at the experimental level, it is an experimental, comparative research where it will be applied techniques and methods to control, improve and evaluate the results, where it is desired to compare the ingots kings, red ingots and bronze scrap of raw material for its production, evaluating the cost of operation and better quality of its products, 0.12g were used to Each test, the results of the Fe element, were the following: 1.02% for the sample of ingots kings, 0.86% for the sample of red ingots, 0.51% for the sample of bronze scrap where the range is > 0.6%. For element Al, they were the following: 1.31% for the sample of ingots kings, 1.13% for the sample of red ingots, 0.89% for the sample of scrap bronze, where the range is > 1%. For the Pb element, they were the following: 1.72% for the king bullion sample, 2.09% for the red bullion sample, 2.6% for the bronze scrap sample, where the range is 2.5% to 3.5%. For the Ni element, they were the following: 0.19% for the king bullion sample, 0.17% for the red bullion sample, 0.19% for the bronze scrap sample, where the range is > 0.5%. For the Mn element, they were the following: 0.045% for the king bullion sample, 0.047% for the red bullion sample, 0.052% for the bronze scrap sample, where the range is > 0.05%. For the Sn element, they were the following: 0.51% for the king bullion sample, 0.53% for the red bullion sample, 0.60% for the bronze scrap sample, where the range is > 1.5%.

After evaluating the results in the chemical laboratory, we can determine that the raw material, both in production costs and in quality, is bronze scrap for the production of YBSC-3 ingots.

KEY WORDS: MHz, HCL, EDL, nm, EAA, AAS, YBSC-3

INTRODUCCION

El presente trabajo de investigar se da a conocer la producción de lingotes YBSC-3, en el laboratorio químico de Fundicar s.a.c, donde nos permitirá evaluar, comparar y seleccionar la materia prima de mejor calidad, mediante análisis por absorción atómica para determinar sus impurezas, mediante diseño experimental, aplicando técnica y métodos para controlar, mejorar y evaluar los resultados.

Como sabemos Fundicar s.a.c es una empresa de metalurgia no ferrosa, donde se producen principales aleaciones en base cobre, zinc, aluminio, plomo etc., para eso contamos con equipos en planta, mantenimiento y laboratorio químico. Como sabemos a lo largo de los años se usan distintos métodos para controlar la calidad de productos en empresas metalúrgicas o mineras, ya sea volumetría, absorción atómica, rayos X, etc. Primero es necesario conocer la composición química del producto que se quiere fundir, en el caso de los lingotes YBSC-3, primero se realiza la carga teórica de la colada, preparación de la carga, precalentamiento del horno, comenzar a añadir los materiales al crisol, proceso de fusión, escareo, sacar una muestra representativa y llevar al laboratorio químico, para su análisis respectivo donde se realizara el reajuste, Lingoteo mediante colada continua.

El laboratorio químico contamos con equipos de última tecnologías y realizamos ensayos con parámetros estadísticos para poder dar confiabilidad a los resultados, y poder optimizar la producción en planta, contamos con un equipo espectrofotómetro PerkinElmer PinnAcle 500, con lámparas de cátodo hueco y multielementos, donde determinamos los siguientes elementos: Cu, Ag, Fe, Pb, Ni, Mn, Al, Sn, Zn, Cr, Si, Ti, Sb, etc.

CAPITULO I

PLANTEAMIENTO DE PROBLEMA

1.1. Descripción de la realidad problemática.

Las actividades de todo proyecto tiene como fin en los estudios del comportamiento de los metales para la producción de aleaciones no ferrosas, por ello es necesario realizar en primer lugar pruebas a nivel laboratorio, para ver cuál es el más apropiado a nivel industrial, por eso que la empresa Fundicar S.A.C, realiza constantes ensayos para determinar que su producción sea de una buena calidad y cumpla con los parámetros establecidos para su distribución, mediante análisis por absorción atómica.

Por ello se busca y se plantea comparar la materia prima para la producción de lingotes YBSC-3 mediante análisis por absorción atómica, planteándose el problema como se describe.

1.2. Formulación del problema.

1.2.1. Problema General.

¿Evaluar y elegir la mejor materia prima para la producción de lingotes YBSC-3?

1.2.2. Problema Específico.

¿Comprobar mediante una metodología cuantitativo de Aluminio, Fierro, Plomo, Níquel, Manganeso y Estaño?

¿En qué medida influirá la materia prima que este dentro de los parámetros establecidos a nivel experimental?

1.3. Objetivos.

1.3.1. Objetivos Generales.

El objetivo del presente trabajo profesional es comparar y seleccionar cuál de material prima nos conviene para realizar la colada y comprobar siguiendo el protocolo/metodología de análisis cuantitativo de Plomo, Hierro, Níquel, Magnesio, Aluminio, Estaño por espectrofotómetro de Absorción Atómica de flama aire de acetileno especial (C_2H_2) y óxido nitroso (N_2O) a partir de las normas- estandarizadas en FUNDICAR S.A.C, lima 2019.

1.3.2. Objetivos Específicos.

Determinar los parámetros de metodología de análisis Evaluar/comparar la materia prima a usar a nivel laboratorio, para poder utilizarlo en planta, siguiendo los parámetros del método Espectrómetro de Absorción Atómica.

1.4. Justificación de la Investigación.

Al llevar a cabo esta investigación se podrá entender y evaluar las principales materias primas para la producción de lingotes YBSC-3 mediante diseño experimental, mediante parámetros de investigación, para poder elegir una de estas y aplicar al proceso industrial y nos resulte más económicamente rentable.

1.5. Delimitación del estudio.

1.5.1. Delimitación Territorial.

Departamento: Lima

Provincia: Lima

Distrito: Puente Piedra

Empresa: Fundicar s.a.c.

1.5.2. Delimitación Tiempo y Espacio.

La investigación se realizó en el Laboratorio Químico, en la empresa Fundicar s.a.c, durante el periodo 2019.

1.5.3. Delimitación de Recursos.

Falta de disponibilidad de recursos económicos para llevar a cabo un trabajo de investigación más profundo.

1.6. Validación del Estudio.

Para realizar el presente trabajo de investigación es viable, se tienen conocimientos teóricos, técnicos y los recursos económicos necesarios. Además, la fuente teórica es de fácil acceso por su abundancia, también se cuenta con la autorización del jefe de Laboratorio Químico, con el jefe de Planta, que valido dicha investigación para mejorar la calidad de sus productos, en una mejora continua.

CAPITULO II

MARCO TEORICOS

2.1. Espectroscópica de Absorción Atómica.

2.1.1. Antecedentes de la Espectroscopia Atómica.

Para Sperling, Bernhard Welz & Michael (1999) en su trabajo de investigación, Atomic Absorption Spectrometry Third completely Revised Edition afirman:

El comienzo de la espectroscopia óptica se atribuye generalmente a Isaac Newton quien en una carta a la Royal Society en 1672, describió la observación de que la luz del sol se divide en varios colores cuando se pasa a través de un prisma. Aunque Johannes Marcus Marci (1595 – 1667), ya había explicado el origen del arco iris sobre la base de la difracción y dispersión de la luz en las gotas de agua en su libro “Thuumantias”. La historia de la espectrometría de absorción atómica está estrechamente relacionada con la observación de la luz solar, en 1802 Wollaston descubrió las líneas negras en el espectro del sol.

Posteriormente Fraunhofer los investigo en detalle y asigno letras a las líneas más fuertes. En 1820, Brewster expresó la opinión de que estas líneas de Fraunhofer fueron causadas por procesos de absorción en la atmósfera del sol.

Los principios subyacentes de esta absorción fueron establecidos por Kirchhoff y Bunsen, durante su examen sistemático de la inversión de la línea en los espectros de los elementos alcalinos y alcalinotérreos, demostraron de manera concluyente que la línea amarilla típica emitida por las sales de sodio de una llama es idéntica a la línea D negra al espectro del sol.

La relación entre emisión y absorción fue formulada por Kirchhoff en su ley, que generalmente es válida y establece que cualquier material que pueda emitir

radiación a una longitud de onda dada también absorberá la radiación de esa longitud de onda.

Planck (1900) estableció la conexión entre la estructura atómica y la interacción de los átomos con la radiación en la ley cuántica de absorción y emisión de radiación, según la cual un átomo solo puede absorber radiación de longitud de onda bien definida o frecuencia ν , es decir solo puede absorber y liberar cantidades definidas de energía F : donde h es la constante de Planck y c es la velocidad de la luz. Los valores característicos de t y ν existen para cada especie atómica. Sobre la base de esta y muchas otras observaciones espectroscópicas, Bohr propuso su modelo atómico en 1913, cuyo principio fundamental es que los átomos no existen en estados fijos que difieren entre sí por números cuánticos integrales. Al absorber un cuanto de energía, un átomo se transforma.

(pp. 1-3)

2.1.2. Antecedentes de la Investigación.

Para (La Rosa) en su trabajo de investigación, análisis químico de minerales en laboratorio de la CIA. Minera Huaron s.a.c, concluye que;

El método de Espectrofotometría de Absorción Atómica para la determinación de diferentes matrices de minerales trabajados en el Laboratorio Químico de la Cía. Minera Huaron S. a. A, resulta válido para el alcance de 0.05 g/TM hasta 2000 g/TM, Los equipos utilizados deben ser observados cada vez que se ensaya en los parámetros que reportan (masa, temperatura, humedad relativa, absorbencias): El ataque químico, para ser completo, debe culminar con la digestión de la muestra hasta alcanzar un estado "pastoso" de la muestra, aspecto particular para el proceso de digestión en el Laboratorio Químico de

Huaron-SGS del Perú SAC, donde se extrae y se procesa concentrados de alta calidad como el Cu, Pb, Ag y Zn en su planta concentradora donde controlan en su laboratorio químico y metalúrgico para determinar la calidad. (pág. 76)

Para (APONTE HUAMÁN & CALDERÓN DAVIRÁN) en su trabajo de investigación, validación de un método de análisis por espectroscopia de absorción atómica para minerales de plomo en el laboratorio del grupo Glencoe unidad minera- trevali, concluye que;

Se validó un método de análisis por espectroscopia de absorción atómica para minerales de plomo en el laboratorio del grupo Glencore, unidad minera Santander Trevali, al cumplir con las especificaciones de la norma 17025 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración” donde se demostró que el método mencionado tiene capacidades consistentes para dar resultados confiables, precisos y veraces. Se establecieron los parámetros de validación óptimos en el desarrollo del método de determinación de plomo a condiciones reales del laboratorio de acuerdo a la distribución de los datos obtenidos, los cuales corresponden a una distribución paramétrica, los parámetros empleados para la validación son: Consistencia, variabilidad, normalidad, veracidad, precisión, especificidad, límite de detección, límite de cuantificación, robustez e incertidumbre, donde se realizaron pruebas de consistencia como la de mandel (h, k), variabilidad se desarrollaron pruebas de cochran (c), precisión, Limite de detención y límite de cuantificación, veracidad o trazabilidad, se evaluaron los criterios de aceptabilidad de los resultados obtenidos del método, mediante técnicas estadísticas, resultados válidos y confiables, pero se debe realizar análisis en función a los parámetros de validación optando diferentes métodos analíticos

con un mismo estándar para evaluar y comparar la efectividad de los métodos que se proponen. (pp. 90-93)

Para Rosado (2017) en su trabajo de investigación, mejoramiento del análisis químico para minerales de oro, concluye que:

Un factor importante es el número análisis en los ensayos de cada uno de los procesos que se generan diariamente en el laboratorio químico, estos procesos deben tener los errores mínimos que no deben superar el +/- 1%, es decir al momento de hacer el reporte de los valores del primer ataque con las del análisis de adsorción atómica estas no deben de diferir un valor mayor o menor del 0.01. La variación en los tiempos de entrega de los resultados y otros problemas de calidad durante el proceso ocurren por muchas razones como es el tipo de material, deficiencia en los equipos, métodos obsoletos, personal no capacitado o desmotivado y también falta de seguimiento y medición. (p. 66)

2.2. Espectroscopia de Absorción Atómica en Flama.

Para Welz (1983) en su trabajo de investigación, absorciones de átomo del espectrómetro, afirma:

La espectroscopia de absorción atómica (EAA), tiene como fundamento la absorción de radiación de una longitud de onda determinada. Esta radiación es absorbida selectivamente por átomos que tengan niveles energéticos cuya diferencia en energía corresponda en valor a la energía de los fotones incidentes. La cantidad de fotones absorbidos, está determinada por la ley de Beer, que relaciona esta pérdida de poder radiante, con la concentración de la especie absorbente y con el espesor de la celda o recipiente que contiene los átomos absorbentes. Los componentes instrumentales de un equipo de espectrometría

de absorción atómica son los similares a los de fotómetro o espectrofotómetro de flama, excepto que en EAA se requiere de una fuente de radiación necesaria para excitar los átomos de analito. Estos componentes se representan en la figura 1. (p. 217)

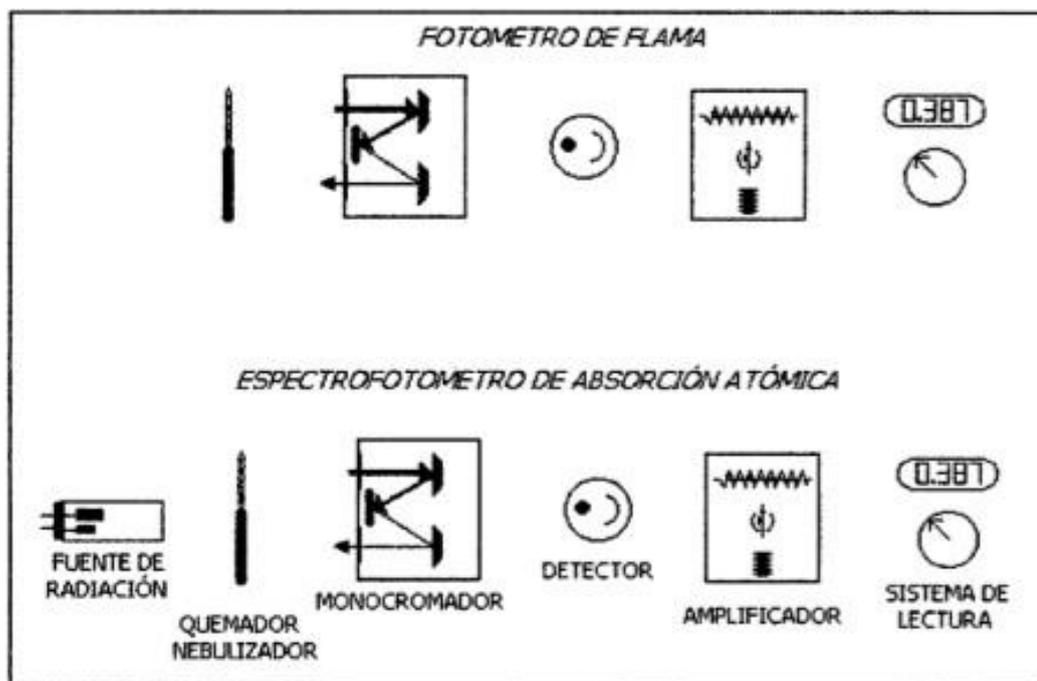


Figura 1 Componentes de un fonómetro de emisión de flama y de un espectrofotómetro de absorción atómica.

Nota: Fuente La Rosa (2015, p. 9). "análisis químico de minerales en laboratorio".

2.2.1. Componentes de un Espectrofotómetro de Absorción Atómica.

Para La Rosa (2015) en su trabajo de investigación, análisis químico de minerales en laboratorio, afirma:

Una fuente de radiación que emita una línea específica correspondiente a la necesaria para efectuar una transición en los átomos del elemento alcanzado.

Un nebulizador, que por aspiración de la muestra líquida, forme pequeñas gotas para una atomización más eficiente. Un quemador, en el cual por efecto de la temperatura alcanzada en la combustión y por la reacción de combustión misma,

se favorezca la formación de átomos a partir de los componentes en solución. Un sistema óptico que separe la radiación de longitud de onda de interés, de todas las demás radiaciones que entran a dicho sistema. Un detector o transductor, que sea capaz de transformar, en relación proporcional, las señales de intensidad de radiación electromagnética, en señales eléctricas o de intensidad de corriente. Un amplificador o sistema electrónico, que con su nombre lo indica amplifica la señal eléctrica producida, para que en el siguiente paso pueda ser procesada con circuitos y sistemas electrónicos comunes. Por último, se requiere de un sistema de lectura en el cual la señal de intensidad de corriente, sea convertida a una señal que el operario pueda interpretar (absorbancia), este sistema de lectura, puede ser una escala de aguja, una escala de dígitos, un graficador, una serie de datos que puedan ser procesados a su vez por una computadora, etc. (pp. 10-11)

2.2.2. Técnicas de Análisis por Absorción Atómica.

a. La técnica de la llama.

Para Sperling, et al., (1999) en su trabajo de investigación, Atomic Absorption Spectrometry Third completely Revised Edition afirman:

En esta sección trataremos el análisis de las soluciones que rocían en un quemador preinix por medio de una neutralización neumática y se atomizan en una llama de acetileno y óxido nitroso. A pesar de estas restricciones, debemos señalar que los experimentos experimentales pueden variar considerablemente de un laboratorio a otro. Dado que, en la mayoría de publicaciones, los detalles experimentales, como la estequiometría de la llama, la tasa de aspiración y la eficiencia del nebulizador, el tamaño de las gotas de aerosol, la información

completa sobre los iones en solución, etc., generalmente no se dan con suficiente profundidad para si se repite, no siempre es posible juzgar las diferencias ocasionalmente significativas o incluso las observaciones contrarias. (p. 335)

2.2.3. Fuentes de Radiación.

Para Sperling, et al., (1999) en su trabajo de investigación, Atomic Absorption Spectrometry Third completely Revised Edition afirman:

La fuente de radiación es un dispositivo para generar radiación electromagnética con propiedades dadas; la radiación puede generarse, por ejemplo, en una descarga eléctrica a baja presión o en un plasma de baja presión. Las fuentes en contenedores sellados con gases de llenado estacionarios se denominan lámparas o lámparas espectrales.

Se prefieren las fuentes de línea que emiten las líneas espectrales de uno o más elementos. Las lámparas de cátodo hueco (HCL) y las lámparas de descarga sin electrodo (EDL) son los principales tipos de lámparas empleadas. Junto a las fuentes de línea, las fuentes continuas también encuentran aplicación como fuentes de radiación primaria en EEA bajo requisitos previos dados. (p. 103)

a) Lámpara de cátodo hueco (HCL).

En, Química Analítica Sexta Edición Christian (2009), concluye que,

Se trata de una fuente de líneas definidas que emite longitudes de onda específicas (en esencia, monocromáticas). Consiste en un cátodo cilíndrico hueco hecho del elemento que se va a determinar o alguna aleación del mismo y un ánodo de tungsteno. Ambos están encerrados en un tubo de vidrio que suele tener una ventana de cuarzo, porque con frecuencia las líneas de interés están

en la región ultravioleta. El tubo se encuentra a presión reducida relleno con un gas inerte como argón o neón. Entre los electrodos se aplica un alto voltaje que causa la ionización de los átomos del gas en el ánodo. Estos iones positivos son acelerados hacia el cátodo negativo, y cuando lo bombardean hacen que algo del metal se desprenda y se evapore. El metal vaporizado se excita a niveles electrónicos más altos debido a las continuas colisiones con los iones gaseosos de alta energía; cuando los electrones regresan al estado fundamental emiten las líneas características de ese elemento metálico. También se emiten las líneas del gas de relleno, pero en general no están lo suficientemente cerca de las del elemento como para interferir. Estas líneas emitidas por la lámpara de cátodo hueco atraviesan la flama y pueden ser absorbidas por el elemento que se analiza debido a que poseen exactamente la energía necesaria (la longitud de onda adecuada) para producir transiciones electrónicas discretas. Con frecuencia la línea que se absorbe más intensamente es la que corresponde a la transición electrónica más probable, en general del estado fundamental al estado excitado más bajo. Ésta se denomina línea de resonancia. Las líneas de una lámpara de cátodo hueco son más estrechas que las de absorción del elemento en la flama; este ensanchamiento de la línea de absorción es consecuencia de la mayor temperatura y presión de la flama. De esta manera, se absorbe todo el ancho de la línea de la fuente. La mayor especificidad también se debe a que, mientras en una fuente continua un elemento que tuviera una línea de absorción en cualquier lugar del ancho de la rendija absorbería sólo parte de toda la radiación de esa fuente, las emisiones de una fuente de líneas no se absorberán a menos que las líneas de absorción del elemento coincidan con ellas. Hay muy pocos casos en los que sí hay traslape de líneas de diferentes elementos. (págs. 526 - 527)

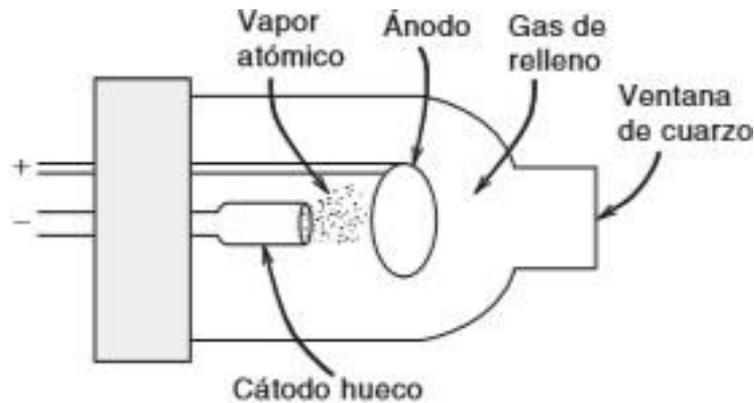


Figura 2 Diseño de una lámpara de Cátodo Hueco

Fuente: (Christian, 2009, págs. 526)

b) Lámpara Individuales y de multielementos.

Sobre, su trabajo de investigación, análisis químico de minerales en laboratorio,

La Rosa (2015) afirma:

En el caso de las lámparas de cátodo hueco, es posible tener lámparas individuales de multielementos. Cuando existe la seguridad de que no hay interferencias espectrales interelementos y cuando las propiedades metalúrgicas son adecuadas para hacer la aleación necesaria se pueden construir cátodos con más de un elemento metálico. De esta forma una lámpara puede servir para determinar uno, dos, tres o hasta seis elementos El costo de una lámpara de individuales, desafortunadamente este tipo de lámparas tienen grandes inconvenientes, pureza espectral que proporciona una lámpara individual. Otra gran desventaja que tienen, es que aun y cuando se emplee la lámpara para determinar un solo elemento, los elementos contaminantes también se están gastando sin obtener provecho de ellos. Para elegir entre una lámpara de cátodo hueco individual y una multielementos deben considerarse factores como

frecuencia de uso, grado de exactitud requerida en los resultados, presupuesto de laboratorio, etc. (pp. 16-17)

c) Lámparas de descarga sin electrodos.

Para L. Ebdon, E. H. Evans, A. Fisher, S. J. Hill, (1998) en su trabajo de investigación, Principios de análisis Instrumental 6 edición, concluyen que, Las lámparas de descarga sin electrodos se desarrollaron por primera vez para su uso en AFS. Estas lámparas son excitadas por microondas y son muchos más intensas que las lámparas de cátodo hueco, pero son más difíciles de operar con una estabilidad equivalente. Las lámparas de descarga sin electrodos excitadas por radiofrecuencia (la región de radiofrecuencia se extiende de 100 KHz a 100 MHz mientras que la región de microondas se encuentra alrededor de 100 MHz) son típicamente menos intensas que las lámparas de cátodo hueco), pero más reproducibles. La alta intensidad no es un requisito de fuente en EAA y, por lo tanto, las lámparas de descarga sin electrodos no remplazaran las lámparas de catado hueco. Sin embargo, para aquellos elementos que producen lámparas de cátodo huecos pobres (especialmente arsénico y selenio) puede afectar de manera adversa los límites de detección que las lámparas de descarga sin electrodos pueden ofrecer mejoras. (p. 22)

2.2.4. Nebulizador.

Sobre, su trabajo de investigación, análisis químico de minerales en laboratorio, La Rosa (2015) afirma:

Cuando una solución acuosa de sales inorgánicas disueltas es aspirada y dirigida hacia una flama, en este ocurre una serie de eventos que conducen a la

formación de átomos en la misma. Inicialmente la muestra líquida (en la cual están disueltos los componentes en forma de iones positivos y negativos) debe ser conducida al quemador. Para esto se hace uso del efecto Venturi. Este efecto se crea cuando el oxidante (por ejemplo, aire) se introduce a través de un tubo diseñado de manera tal que se genera un vacío lo cual produce la succión de la muestra líquida a través del tubo capilar. Este mismo efecto Venturi favorece la formación de pequeñas gotas en forma de rocío, cuando la solución se hace impactar sobre un cuerpo sólido de diseño y geometría adecuada. El combustible necesario, (generalmente acetileno) se introduce directamente a la cámara del nebulizador por medio de un conducto adicional. Debido a que el oxidante que se introduce a través del nebulizador para el efecto Venturi no es suficiente para una adecuada combustión, el resto requerido se introduce también a la cámara del nebulizador por medio de un conducto adicional. El resultado es que el quemador lleva finalmente una mezcla oxidante (aire) y combustible (acetileno) que transportan pequeñas gotas de rocío de la muestra aspirada. (pp. 19-20).

2.2.5. Tipos de Quemador.

a) Quemador de Cabeza.

Para Sperling, et al., (1999) sobre su trabajo, Atomic Absorption Spectrometry Third completely Revised Edition afirman:

La tarea del cabezal del quemador es conducir los gases premezclados a la reacción de combustión de tal manera que se produzca una llama estable. Los principales requisitos impuestos a un cabezal de quemador se pueden resumir de la siguiente manera:

- Operación segura de la llama en una amplia gama de relaciones de gas oxidante a combustible.
- Alta estabilidad térmica del cabezal del quemador con un solo corto tiempo de calentamiento.
- Buena resistencia a la corrosión de las soluciones de muestra.
- Geometría de llama estable adaptada a la geometría del haz de radiación del espectrómetro.
- La ranura de quemador más larga posible para proporcionar una "longitud de celda" grande.
- Una baja tendencia a formar incrustaciones a partir del gas combustible o de los componentes de la muestra, incluso con un alto contenido de sólidos en las soluciones.

Sin embargo, la geometría de la cabeza del quemador debe ser adecuada para los oxidantes y gases combustibles que se utilizan, de lo contrario se deben tener en cuenta los compromisos en el rendimiento. Las dimensiones de la ranura del quemador deben ser tales que la velocidad del flujo de salida de los gases de llama sea siempre mayor que la velocidad de combustión de la llama. Si no se cumple esta condición, la llama puede volver a la cámara de pulverización y provocar una combustión explosiva de la mezcla de gases. (pp. 154-155)

b) Nebulizadores y Cámaras de Spray.

Para Sperling, et al., (1999) sobre su trabajo, Atomic Absorption Spectrometry Third completely Revised Edition afirman:

Normalmente, la solución de medición se transporta a la llama como un aerosol fino mezclado con los gases de la llama. Los aerosoles son una forma de

presentación particularmente adecuada para la muestra ya que los procesos de secado y volatilización pueden verse influenciados favorablemente debido a la gran relación superficie / masa. (p. 156)

2.2.6. Flama.

En, Química Analítica Sexta Edición Christian (2009), concluyeron, Las flamas que más se usan para absorción atómica son la flama de aire-acetileno y la de óxido nitroso-acetileno. Esta última, de alta temperatura, no se requiere e incluso puede ser perjudicial para muchos casos en absorción atómica debido a que causa la ionización de los átomos gaseosos (véase más adelante). Sin embargo, es útil para elementos que tienden a formar óxidos termoestables en la flama de aire-acetileno (los “elementos refractarios”). La flama de aire-acetileno y de otros hidrocarburos absorbe una gran fracción de la radiación, y para esa región del espectro se prefiere una flama de argón-hidrógeno con admisión de aire para tener la máxima capacidad de detección. Se trata de una flama incolora, y el gas oxidante real es el aire. Se usa para elementos como el arsénico) y el selenio (cuando se separan de sus soluciones por volatilización en forma de hidruros (AsH_3 , H_2Se , etc.) y van a la flama como tales. Lo anterior es necesario porque esta flama fría es más propensa a tener más interferencias químicas que otras flamas (véanse los párrafos siguientes). Una flama de óxido nitroso-acetileno ofrece una ventaja en esta región del espectro cuando existe el peligro de interferencia molecular; la absorción de la flama es relativamente pequeña a longitudes de onda corta. (pág. 528)

2.2.7. Interferencias.

a) Interferencias espectrales.

Para L. Ebdon, et al., (1998) en su trabajo de investigación, principios de análisis instrumental 6 edición, concluyen que,

Estos son el único tipo de interferencia que no requiere la presencia de analito.

Para AAS, el problema de la interferencia espectral no es muy grave, y las interferencias de superposición de líneas son insignificantes. Esto se debe a que la resolución es proporcionada por el efecto 'cerradura y llave'. Para dar interferencia espectral, las líneas no solo deben estar dentro del paso de banda del monocromador, sino que deben superponerse el perfil espectral del otro (es decir, estar dentro de 0.01 nm). (p. 46)

b) Interferencia por Ionización.

En, Química Analítica Sexta Edición Christian (2009) se concluyo,

En flamas muy calientes se pueden ionizar fracciones apreciables de elementos alcalinos y alcalinotérreos y otros más. Como se están midiendo átomos no ionizados, éstos pueden disminuir las señales de emisión o de absorción. En sí, esto no es necesariamente grave, excepto que puede disminuir la sensibilidad y la linealidad. No obstante, la presencia de otros elementos fácilmente ionizables en la muestra adicionará electrones libres a la flama y limitará la ionización del elemento que se analiza, lo que causará mayor emisión o absorción e interferencia positiva. La interferencia por ionización se puede eliminar normalmente agregando la misma cantidad del elemento que interfiere a las soluciones estándar, o de manera más simple, agregando grandes cantidades a las muestras y a los estándares para que la intensificación sea constante y la

ionización mínima. En general, se puede detectar la ionización cuando la curva de calibración tiene una desviación positiva o una curvatura ascendente a concentraciones elevadas debido a que una considerable fracción de los átomos se ioniza a bajas concentraciones. (pág. 529)

c) Interferencias Químicas.

Para L. Ebdon, et al., (1998) en su trabajo de investigación, Principios de análisis Instrumental 6 edición, nos dice que,

Constituye la mayor fuente de problemas en AAS. Se presenta una breve discusión sobre las interferencias en fase sólida centradas en la siguiente clasificación:

- Depresiones causadas por la formación de compuestos menos volátiles que son difíciles de disociar;
- Mejoras causadas por la formación de compuestos más volátiles.
- Depresiones debidas a la oclusión en compuestos refractarios.
- Mejoras debidas a la oclusión en compuestos más volátiles. (p. 47)

d) Interferencias Físicas.

En, Química Analítica Sexta Edición Christian (2009) concluye que,

La mayor parte de los parámetros que afectan la rapidez de flujo de la muestra al quemador y la eficiencia de atomización se pueden considerar interferencias físicas. Esto incluye aspectos como variaciones en la rapidez del flujo de gases, en la viscosidad de la muestra debido a la temperatura o en el disolvente, un alto contenido en sólidos y cambios en la temperatura de la flama. En general, estas

interferencias se pueden compensar calibrando con frecuencia y usando estándares internos. Algunos instrumentos tienen la capacidad de usar patrones internos que puedan compensar parcialmente cambios en los parámetros físicos. (pág. 530)

2.2.8. Instrumentación en espectroscopia de absorción atómica.

a) Instrumentación de un solo haz.

Para Douglas A. Skoog, F. James Holler, Stanley R. Crouch (2009) en su libro Principios de análisis Instrumental 6 edición afirman:

Consta de varias fuentes de cátodo hueco (sólo se muestra uno), un cortador o un suministro de potencia por pulsos, un atomizador y un espectrofotómetro de rejilla simple con un transductor fotomultiplicador. Así, la corriente oscura se anula con un obturador enfrente del transductor. El ajuste de transmitancia de 100% se hace entonces mientras se aspira un blanco en la llama o se quema en un atomizador sin llama. Por último, la transmitancia se obtiene con la muestra en lugar del blanco. Un instrumento de un solo haz, como el que se muestra en la siguiente figura. (pp. 240-241)

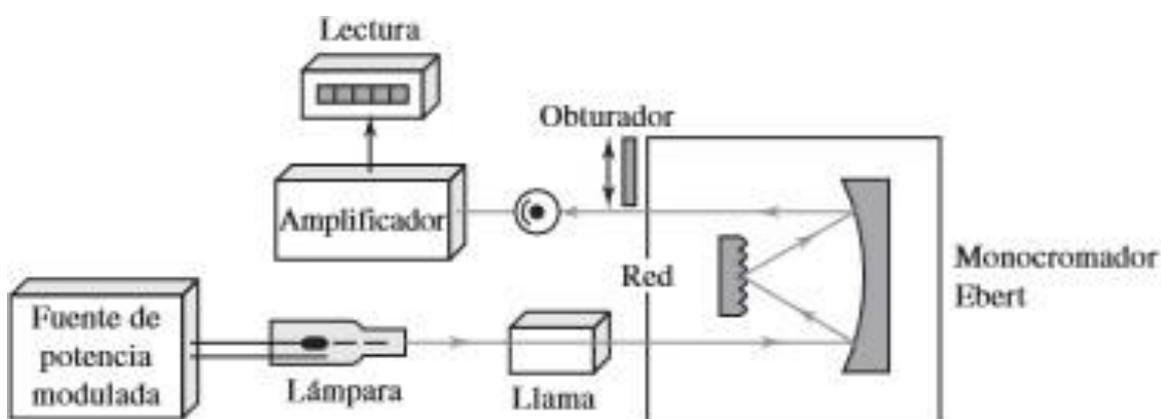


Figura 3 Diseño de Espectrómetro de llama de un solo haz

Fuente: Douglas A. Skoog, F. James Holler, Stanley R. Crouch, 2009, págs. 240

b) Instrumentación de doble haz.

Para L. Ebdon, et al., (1998) en su trabajo de investigación, Principios de análisis Instrumental 6 edición, nos dicen que,

Los sistemas descritos hasta ahora han sido todos espectrómetros de haz simple. Como en la espectrometría molecular, se puede diseñar un espectrómetro de doble haz. La luz de la fuente se divide en dos haces, generalmente por medio de un espejo giratorio semiplata o por un divisor de haz (un espejo transmisor al 50%). El segundo haz de referencia pasa detrás de la llama y, en un punto después de la llama, los dos haces se recombinan. Su relación se compara electrónicamente. La operación de doble haz ofrece muchas menos ventajas en AAS que en espectrometría de absorción molecular, principalmente porque el haz de referencia no atraviesa el área más propensa al ruido del instrumento, la llama. Los sistemas de doble haz pueden compensar la deriva de la fuente, el calentamiento y el ruido de la fuente. Esto debería conducir a una precisión mejorada y a menudo lo hace. Sin embargo, como es probable que la principal fuente de ruido sea la llama, esta ventaja es leve y puede ser más que compensada por la pérdida significativa de intensidad en la señal luminosa y, por lo tanto, por la menor relación señal / ruido. (p. 37)

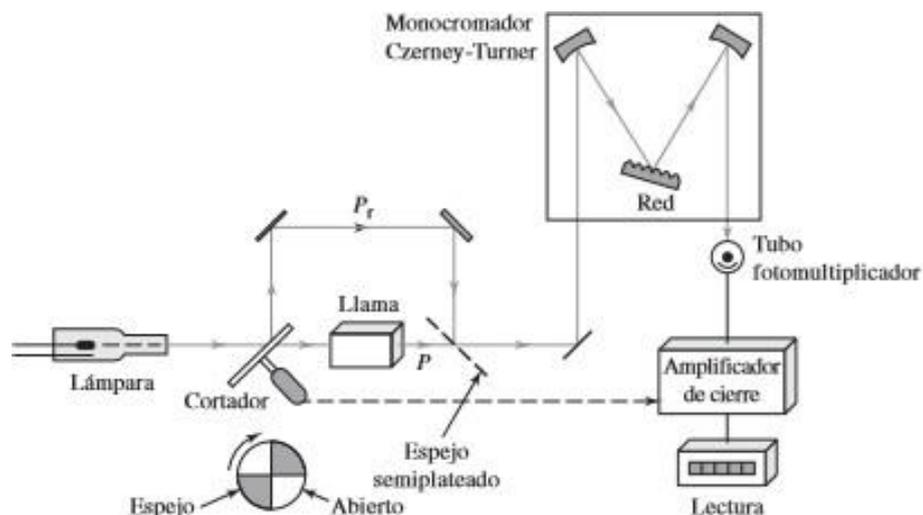


Figura 4 Diseño de Espectrómetro de llama de doble haz

Fuente: Douglas A. Skoog, F. James Holler, Stanley R. Crouch, 2009, págs. 240

2.2.9. Medición, Calibración y Evaluación.

a) Muestras y Soluciones de medición.

Para Sperling, et al., (1999) sobre su trabajo, Atomic Absorption Spectrometry Third completely Revised Edition concluyeron,

Inicialmente, una parte se retira del material a examinar y se entrega al laboratorio. El material obtenido mediante el tratamiento o la preparación adecuados de la muestra de laboratorio (reducción del tamaño de partícula, homogeneización, filtrado, estabilización, etc.) es la prueba (o, si solo se trata de química analítica). Una porción de prueba se elimina de esto para su análisis. Bajo los requisitos previos dados, es posible analizar muestras sólidas, pero en la mayoría de los casos la porción analítica debe tomarse en solución antes de un examen adicional. La solución de muestra de prueba se produce tratando la porción de prueba con solventes, ácidos, etc. o por digestión. Esta solución se puede usar directamente o después de otros pasos de pre tratamiento, como la

dilución, la adición de tampones, etc., para la medición. Una solución utilizada para realizar una medición se denomina solución de medición. (p. 229)

b) Calibración.

Para Sperling, et al., (1999) sobre su trabajo, Atomic Absorption Spectrometry Third completely Revised Edition concluyeron,

La relación entre la cantidad de concentración c , la concentración de masa j , o la masa m del analito en la solución de medición como la cantidad deseada y la absorbancia o la absorbancia integrada a medida que la cantidad medida se establece y describe matemáticamente en AAS mediante el uso de muestras de calibración, generalmente en forma de soluciones de calibración. (p. 234)

c) Técnica de Adición Estándar.

Para Sperling, et al., (1999) sobre su trabajo, Atomic Absorption Spectrometry Third completely Revised Edition concluyeron,

La técnica de calibración estándar (a veces denominada "técnica de curva analítica") es la técnica de calibración más simple, rápida y más utilizada. En esta técnica, la absorbancia A , de la solución de medición preparada a partir de la muestra de prueba, se compara directamente con la absorbancia o absorbancia integrada de las soluciones de calibración. La concentración o masa del analito en la solución de muestra de prueba, p , la concentración de masa p_x , se determina por interpolación. (pág. 235).

d) Evaluación.

Para Sperling, et al., (1999) sobre su trabajo, Atomic Absorption Spectrometry Third completely Revised Edition concluyeron,

Las características de rendimiento de un método analítico están dadas por un conjunto de cantidades estadísticas cuantitativas y determinables experimentalmente (o descriptores). Tales datos característicos se pueden usar para comparar varios métodos o técnicas analíticas, medición, calibración, evaluación método adecuado para una tarea determinada, para el control de calidad o para juzgar resultados analíticos. Si estas cantidades estadísticas van a ser verdaderamente comparables entre diferentes métodos analíticos, deben obtenerse utilizando procedimientos estadísticos definidos con precisión. Desafortunadamente, todavía hay mucha confusión sobre la definición de varios términos, como límite de detección y límite de cuantificación, no solo a nivel internacional sino incluso con frecuencia dentro de los estándares nacionales. (págs. 244-245)

2.3. Validación del método analítico.

Validar el método de Análisis Cuantitativo de Elementos Químicos por Espectrofotometría de absorción atómica de flama Aire acetileno y óxido nitroso para evaluar y comparar la materia prima para la producción de lingotes YBSC-3, lo cual nos conlleva a desarrollar diferentes tipos de métodos de ensayos confiables para seguir el protocolo establecido por la empresa y buscar nuevos métodos a usar.

2.3.1. Etapas del Proceso de Validación.

- Evaluar los parámetros de validación en forma individual y conjunta.
- Determinación de los parámetros de validación.
- Evaluación de los parámetros establecidos para compararlo y elegir el mejor conveniente.

2.3.2. Parámetros de validación.

La evaluación de los parámetros de validación permite determinar las características de rendimiento de un método analítico.

- **Selectividad.**

En todo método analítico hay un paso fundamental en el que se produce la medida de una señal relacionada con la concentración (análisis cuantitativo) o la presencia (análisis cualitativo) de un determinado analito. A veces, la presencia de otros compuestos, química o físicamente similares al analito, pueden contribuir a dicha señal, pudiendo causar un error sistemático en la determinación del analito Jurado (2018, pág. 8)

- **Linealidad.**

La linealidad es la capacidad de un método de análisis, donde establece una relación lineal de curva entre la concentración de los estándares de calibración estimada y la lectura observada.

$$Y = mX + L_0 \quad (1)$$

Donde:

m: pendiente.

L₀: intercepto

Y: Lectura observada

X: Concentración de estándar calibrado

- **Sensibilidad.**

Jurado (2018) en su trabajo de aplicación de microsoft excel a la química analítica: validación de métodos analíticos afirma que:

Según la IUPAC la sensibilidad se define como el cociente entre la señal medida y la concentración de analito. Cuando trabajamos con curvas de calibrado, la sensibilidad es la pendiente de la curva a una concentración dada. En caso de ser una recta, coincide con la pendiente de la misma. (pág. 11)

$$m = \frac{\sum X_i Y_i - \frac{(\sum X_i Y_i)}{n}}{\sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n}} \quad (2)$$

- **Limites**

- a) **Límite de Detención (LOD).**

Jurado (2018) en su trabajo de aplicación de microsoft excel a la química analítica: validación de métodos analíticos afirma que:

Se define como la cantidad de analito presente que se deriva de la menor señal analítica que puede detectarse con certeza razonable (Y_{LOD}). Si tenemos una recta de calibrado de ecuación $y = bx + a$, el LOD se calcularía como:

$$X_{LOD} = \frac{Y_{LOD} - a}{b} \quad (3)$$

Como la señal del blanco debe coincidir con la ordenada del blanco analítico (puesto que es la señal que se obtendría a una concentración de analito igual a cero), el LOD se calculará como: (pág. 11)

$$X_{\text{LOD}} = \frac{3S_a}{b} \quad (4)$$

b) Límite de Cuantificación (LOQ).

Jurado (2018) en su trabajo de aplicación de microsoft excel a la química analítica: validación de métodos analíticos afirma que:

Se define como la cantidad de analito presente derivada de la menor señal analítica que puede ser medida con precisión y exactitud. De manera análoga al LOD, la IUPAC, que lleva a una concentración, a partir de la recta de calibrado: (pág. 11)

$$X_{\text{LOD}} = \frac{10S_a}{b} \quad (5)$$

- **Exactitud.**
- **Precisión.**

a) Repetibilidad.

Jurado (2018) en su trabajo de aplicación de microsoft excel a la química analítica: validación de métodos analíticos afirma que:

Se define la repetitividad como la desviación estándar obtenida al analizar una misma muestra varias veces, en un periodo de tiempo corto, sin cambiar de equipo de medida, reactivos o analista.

Calcularemos la desviación estándar (S_r) y el porcentaje de coeficiente de variación ($CV_r\%$) (pág. 10)

b) Reproducibilidad.

Jurado (2018) en su trabajo de aplicación de microsoft excel a la química analítica: validación de métodos analíticos afirma que:

La reproducibilidad se define como la desviación estándar obtenida al analizar varias veces la muestra en días distintos, pudiendo variar condiciones tales como el equipo, reactivos o analistas. Se habla de reproducibilidad interlaboratorio cuando las medidas se realizan en laboratorios distintos (ensayos de intercomparación). La reproducibilidad interlaboratorio se realiza en un solo laboratorio, preparando los patrones de calibración cada vez, en distintos días y cambiando en la medida de lo posible de equipo y analista. A esta reproducibilidad interlaboratorio se la conoce como precisión intermedia.
(pág. 10)

- **Incertidumbre**

Parámetro asociado al resultado de una situación que caracteriza un intervalo de valores que puede generar confianza o certeza en alguna propuesta.

2.4. Formulación de Hipótesis.

2.4.1. Hipótesis General.

Realizando una comparación de las materias prima a utilizar en planta, evaluar y seleccionar.

2.4.2. Hipótesis Específicas.

Realizamos pruebas metalúrgicas en el laboratorio mediante un procedimiento estadístico.

CAPITULO III

METODOLOGIA

3.1. Diseño Metodológico.

3.1.1. Tipo de Investigación.

Esta modalidad tradicional de estudio se orienta más dentro de la investigación cuantitativa que la cualitativa, aunque ésta no se excluye. Su propósito es validar o comprobar una hipótesis. Para ello se vale del experimento el cual Cerda (2011) afirma que: “consiste en someter un objeto en estudio a la influencia de ciertas variables, en condiciones controladas y conocidas por el investigador, para observar los resultados que la variable produce en el objeto” (p. 33). En función a lo que afirman será de acuerdo a su naturaleza experimental y de acuerdo a su propósito comparativa.

El trabajo de investigación será experimental y aplicada, ya que se realizan pruebas experimentales al nivel de laboratorio a fin de encontrar las situaciones óptimas del estudio.

3.1.2. Nivel de Investigación.

Según sus características el nivel de la investigación es tipo experimental, comparativa donde se aplicará técnicas y métodos para controlar, mejorar y evaluar los resultados.

3.1.3. Diseño de la Investigación.

El presente estudio se aplicará un diseño experimental, ya que evaluará variables independientes para su comparación.

Para Hernandez, Fernandez, & Baptista, (2010), metodología de la investigación quinta edición afirma:

La esencia de esta concepción de experimento es que requiere la manipulación intencional de una acción para analizar sus posibles resultados.

Los experimentos manipulan tratamientos, estímulos, influencias o intervenciones (denominadas variables independientes) para observar sus efectos sobre otras variables (las dependientes) en una situación de control.
(pág. 121)

3.1.4. Enfoque de la Investigación.

Para Fernandez (2014) metodología de la investigación, afirma:

El enfoque del presente estudio es cuantitativo, porque el estudio son variables o fenómenos cuantificables o fácilmente mensurables. “Utiliza la recolección de datos para probar hipótesis con base a la medición numérica y el análisis estadístico, con el fin de establecer pautas de comportamiento y probar teoría.
(p. 147)

3.2. Población y Muestra.

3.2.1. Población.

La población está constituida por la aleación de cobre, YBSC-3, de la empresa FUNDICAR S.A.C.

3.2.2. Muestra.

Las muestras para el trabajo de investigación son muestra de lingotes reyes, lingote rojas y chatarra de bronce empresa FUNDICAR S.A.C.

3.2.3. Tamaño de muestra.

El tamaño de muestra para el presente estudio es de 0.5 g de cada tipo de muestra, después de: decodificación, viruteo, pesaje, ataque químico, aforado e dilución, análisis por absorción atómica y resultados.

3.3. Operación de Variables.

Tabla 1 Operaciones de las variables de estudio.

Variable	Concepto	Dimensiones	Indicador
Independiente			
Fundición	✓ Proceso metalúrgico que se desarrolla a altas temperaturas para la producción de aleaciones mediante colada continua.	Parámetro	✓ Tiempo
			✓ Recuperación
			✓ Merma
			✓ Producción
Dependiente			
Análisis Volumétrico y Análisis por Absorción atómica	✓ Proceso en el cual mediante la titulación podemos obtener el porcentaje de cobre.		
	✓ Proceso en el cual mediante un espectrofotómetro de flama determinamos las impurezas y controlamos que este dentro de las normas establecidas.	Calidad	✓ Composición Química.
Intervinientes			
			✓ Materia Prima a usar.
			✓ Dosificación de reactivos.
		Control	✓ Costos de Operación.

Nota: Diseñado por el autor de acorde las variables de estudio.

3.4. Técnicas e instrumentos de recolección de datos.

3.4.1. Técnicas a emplear.

a. Observación sistemática Directa.

Se empleará esta técnica para observar el proceso de investigación continua cuando se esté progresando con la investigación.

b. Observación sistemática Indirecta.

En esta técnica se podrá analizar y estudiar diversas fuentes de información para fortalecer la investigación.

c. Observación experimental.

Mediante esta técnica será posible conocer el protocolo de actividades en el desarrollo experimental para extraer datos, comparar y validar posteriormente.

d. Otras Técnicas.

Técnica de programa y formulario.

3.4.2. Descripción del Proceso analítico

Este proceso presenta los siguientes aspectos para el método a validar de los ensayos en el Laboratorio Químico de FUNDICAR S.A.C.

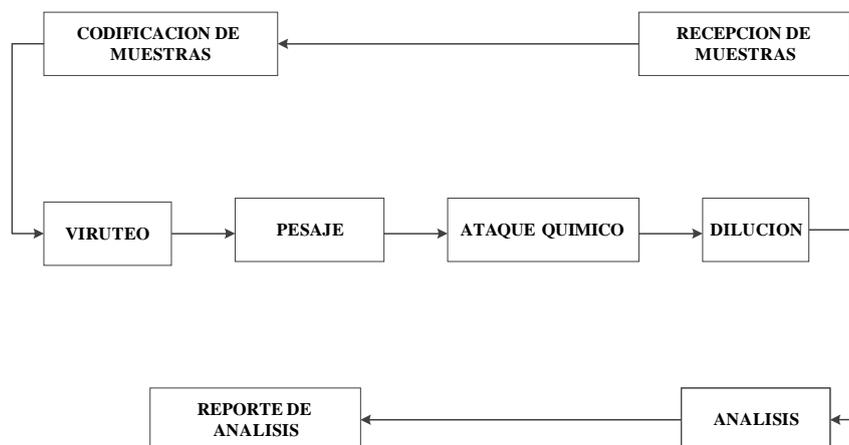


Figura 5 Proceso para Análisis Químico de muestras.

- **Preparación de muestras.**

La preparación de muestras en el laboratorio químico, nos permite preparar y digerir la muestra del lote para su previo análisis instrumental. La muestra recibida es tratada de la siguiente manera para seleccionar y comparar (muestras de lingotes Reyes, muestras de lingotes Rojas y Chatarra de Bronce).

- **Codificación de muestras.**

Codificamos las muestras con un marcador con distintos lotes, con su peso y número de lote.

- **Viruteo.**

Virutear la muestras y reducir de tamaño para su pesado y respectivo ataque químico.

- **Pesaje**

- ✓ Colocar en una bandeja los vasos de precipitados de 200ml, limpios, secos y codificado.
- ✓ Verificar la balanza con pesas patrones.
- ✓ Pesar la cantidad de muestras según el elemento a determinar y muestras a ensayar:

Tabla 2 Pesaje de muestras de materia prima para la producción de Lingotes YBSC-3

Elemento	Muestra	Peso
Pb, Fe, Ni, Mn ,Al, Sn	Muestra de Lingotes Reyes	0,1200g
Pb, Fe, Ni, Mn ,Al, Sn	Muestra de Lingotes Rojas	0,1200g
Pb, Fe, Ni, Mn ,Al, Sn	Muestra de Chatarra de Bronce	0,1200g

- ✓ Colocar las muestras pesadas debidamente codificadas. Repetir este procedimiento para cada muestra.

- **Ataque Químico.**

- ✓ Antes de proceder al ataque verificar que los equipos y reactivos para este proceso se encuentren en el área y funcionen correctamente (ácidos y equipo de extracción de gases).
- ✓ La digestión se inicia agregando 5ml de ácido nítrico en cada vaso de precipitado que contiene la muestra y colocando cada uno de ellos sobre la cocina eléctrica.
- ✓ La cocina eléctrica debe estar a 300°C aproximadamente.
- ✓ Esperar hasta que se eliminen todos los gases nitrosos.
- ✓ Agregar un poco de agua desionizada en las paredes y dejarlo reposar.
- ✓ Transvasarlo a una fiola de 200 ml.

- **Dilución.**

- ✓ Aforar las fiolas conteniendo la muestra con agua desionizada y proceder a agitar.
- ✓ Para determinar ambas muestras se leen directamente.

- **Análisis.**

- ✓ Antes de iniciar los ensayos verificar que la temperatura del área de análisis por absorción atómica este por encima de 20°.
- ✓ Encender el extractor de gases, válvulas de gases, compresor y el equipo para seguir las instrucciones del manual de instructivos de uso de equipo.
- ✓ Introducir el capilar en vaso con agua desionizada limpia, poner en marcha el instrumento y prender la lámpara.
- ✓ Insertar método y seleccionar dependiendo del elemento a analizar y calibrar el equipo (linealidad), y colocar el quemador dependiendo del elemento que analicemos.

- ✓ Registrar los datos, absorbancia, concentración de la curva de calibración, pesos de muestras y la lectura de la concentración proporcionada por el equipo (ppm).
- ✓ Ejecutamos los cálculos respectivos para reportar en porcentajes los elementos en caldo y las impurezas solo en las muestras finales.
- ✓ Reportar al jefe de laboratorio para su emisión de resultados.

3.4.3. Equipos y Aparatos.

- Balanza Analítica Citezon CX 220 alcance: 0.0000g 220.0000g.
- Bandeja de plástico.
- Plancha Eléctrica.
- Computadora con software estadístico (Excel).
- Espectrofotómetro de absorción atómica: PerkinElmer Pin AAcle500.

3.4.4. Material y Reactivos.

- Digestión:
- Fiola de 200ml.
- Piceta de 250ml.
- Jarra de 3L.
- Vaso precipitado de 200ml
- Pinzas.
- Luna de Reloj.
- Ácido nítrico: HNO_3 .
- Agua desionizada: H_2O .

3.4.5. Calculo.

El contenido de elementos analizados en las muestras en planta se calcula con la siguiente formula:

$$\% \text{ Analito} = \frac{(\text{Lectura} - \text{BK}) \times V \times d}{W \times 1000000} \quad (6)$$

Donde:

Lectura: Lectura en partes por millón.

V: Volumen de la solución matriz.

W: Peso de muestra en gramos.

BK: Lectura de Blanco (ppm).

%Analito: Porcentaje del elemento que se está analizando.

3.5. Técnica para el procesamiento de la información.

Se usaron en análisis estadísticos y matemáticos, usando programas de cálculo como Excel, Minitab 16, PerkinElmer software, para luego decodificar la información, mediante tablas, registros, figuras, promedios, desviación estándar, sensibilidad, entre otros.

CAPITULO IV

RESULTADOS

4.1. Resultados del elemento de Fierro

- **Sensibilidad**

Tabla 3 Sensibilidad de la materia prima del elemento Fe

Nivel ppm	Lingotes Reyes	Lingotes Rojas	Chatarra Bronce	Prom Abs
	0.0002	0.0002	0.0004	
	0.0004	0.0003	0.0002	
Blanco	0.0000	0.0003	0.0003	
	0.0001	0.0004	0.0001	0.0002
	0.0000	0.0001	0.0001	
Prom Bk	0.0001	0.0003	0.0002	
MR1 5ppm	0.1048	0.0774	0.0480	0.0773
MR2 10ppm	0.2032	0.1591	0.0979	0.1563

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 4 Comparación de parámetros de sensibilidad de la materia prima del elemento Fe

Sensibilidad Propuesta	Sensibilidad Obtenida	Rango (5 - 10)
0.1505 / 0.3014ppm	Concentración/Calibración: 10	
0.0761 / 0.1512ppm	Concentración/Calibración: 5	-
0.1048 / 0.2032ppm	Concentración/Calibración: 6.126mg/ml	Está dentro del rango
0.0792 / 0.1576ppm	Concentración/Calibración: 5.16mg/ml	Está dentro del rango
0.0480 / 0.0941ppm	Concentración/Calibración: 3.09mg/ml	Está dentro del rango

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

- **Linealidad**

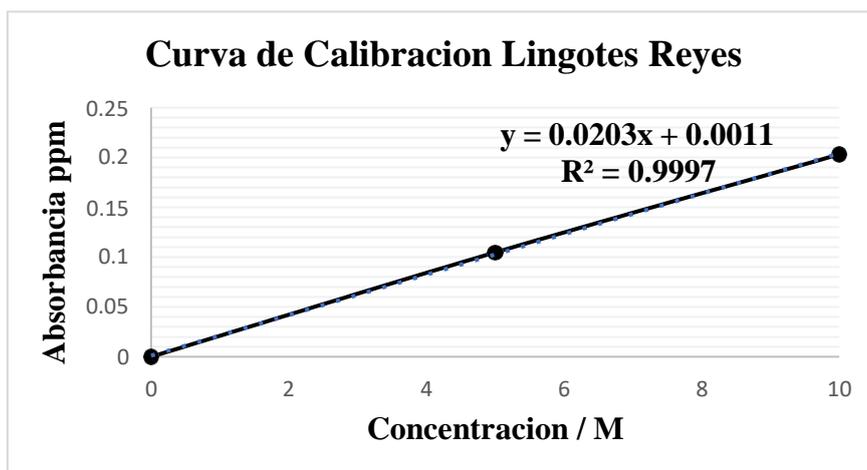


Figura 6 Curva de calibración de Lingotes Reyes para el elemento Fe

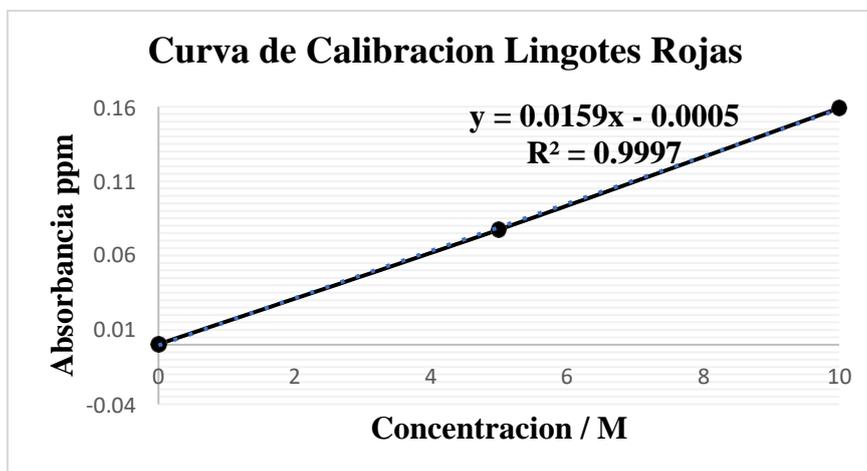


Figura 7 Curva de calibración de Lingotes Rojas para el elemento Fe

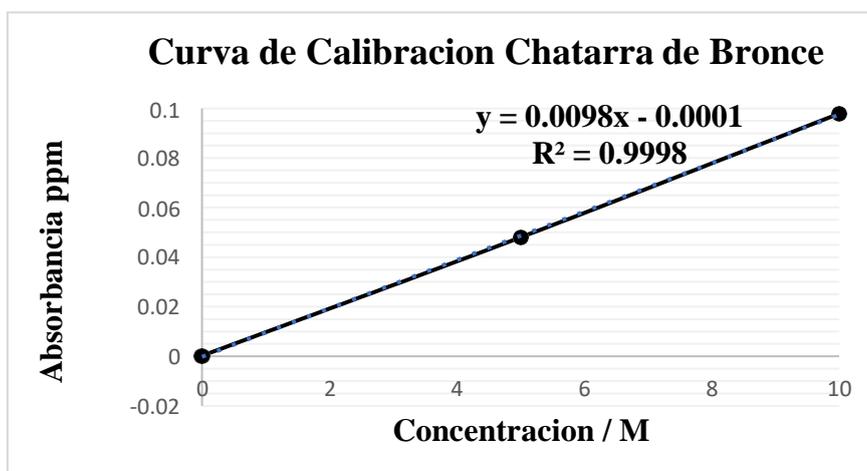


Figura 8 Curva de calibración de Chatarra de Bronce para el elemento Fe

Criterio Propuesto: $R^2 \geq 0.995$, Criterios Obtenidos: $R^2 \geq 0.997$; $R^2 \geq 0.997$; $R^2 \geq 0.998$

C: La curva de calibración posee un R^2 mayor al propuesto. La linealidad está comprobada.

- **Límite de Detención y Cuantificación**

Tabla 5 Desviación Estándar de los blancos de la materia prima del elemento Fe

Nivel ppm	Lingotes	Lingotes	Chatarra	Prom	DEVEST
	Reyes	Rojas	Latón	Abs	BK
	0.0002	0.0002	0.0004		
	0.0004	0.0003	0.0002		
Blanco	0.0000	0.0003	0.0003	0.0002	0.000139
	0.0001	0.0004	0.0001		
	0.0000	0.0001	0.0001		

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 6 Parámetro del Límite de Detención y Limite de Cuantificación del elemento Fe

Con / M	Abs	X * Y	X ²	Y ²	Pen	LD	LC
0ppm	0.0002	0.0000	0.0000	0.000			
5ppm	0.07733	0.3867	25.0	0.0060			
10ppm	0.15633	1.5633	100.0	0.0244	0.01561	0.0294	0.0881
15.0	0.2339	1.9500	125	0.0304			

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c

Límite de Detención Propuesto: 0.025% Limite de Detención Obtenido: 0.0294%

Límite de Cuantificación Propuesto: 0.1% Limite de Cuantificación Obtenido: 0.0881%

- **Repetibilidad**

Tabla 7 Parámetro de Repetibilidad del elemento Fe

Nivel ppm	Lingotes Reyes	Lingotes Rojas	Chatarra Bronce	Prom Abs
	0.0002	0.0002	0.0004	
	0.0004	0.0003	0.0002	
Blanco	0.0000	0.0003	0.0003	0.0002
	0.0001	0.0004	0.0001	
	0.0000	0.0001	0.0001	
MR1 5ppm	0.1048	0.0774	0.0480	0.0773
MR2 10ppm	0.2032	0.1591	0.0979	0.1563
DEVEST	0.0803	0.0622	0.0383	0.0602
MEDIA	0.0441	0.0339	0.021	0.0330
CV	1.8202	1.8314	1.8238	1.8251
CVr	1.2013	1.2087	1.2037	1.2046

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

- **Reproducibilidad**

Tabla 8 Parámetro de Reproducibilidad del elemento Fe

	W muestra	Lect	% Fe	Resultado
Lingotes Reyes	0.1202	6.126mg/ml	1.02	No
Lingotes Rojas	0.1208	5.16mg/ml	0.86	No
Chatarra Bronce	0.1207	3.09mg/ml	0.51	Si

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 9 Resumen de Resultados Estadísticos para el elemento Fe

parámetro	Criterio Propuesto	Criterio Obtenido
Linealidad	$(R^2) \geq 0.995$	$R^2 \geq 0.997$; $R^2 \geq 0.997$; $R^2 \geq 0.998$
Límite de Detención	0.025%	0.0228%
Límite de Cuantificación	0.1%	0.0881%
Sensibilidad	Concentración/Calibración: 5-10	6.126mg/ml; 5.16mg/ml
	Concentración/Calibración: 2.5-5	3.09mg/ml
Repetibilidad (CVr)	1.8251	1.2046
Reproducibilidad (LR)	0.6 %	1.02%; 0.86%; 0.51%

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

4.2. Resultados del elemento de Aluminio

- **Sensibilidad**

Tabla 10 Sensibilidad de la materia prima del elemento Al

Nivel ppm	Lingotes Reyes	Lingotes Rojas	Chatarra Bronce	Prom Abs
	0.0001	0.0000	0.0004	
	0.0002	0.0000	0.0002	
Blanco	0.0001	0.0002	0.0001	
	0.0001	0.0002	0.0000	0.0001
	0.0000	0.0001	0.0002	
Prom Bk	0.0001	0.0001	0.0002	
MR1 5ppm	0.0079	0.0078	0.0057	0.0071
MR2 10ppm	0.0169	0.0145	0.0114	0.0143

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 11 Comparación de parámetros de sensibilidad de la materia prima del elemento Al

Sensibilidad Propuesta	Sensibilidad Obtenida	Rango (5 - 10)
0.0102 / 0.0205ppm	Concentración/Calibración: 10	-
0.0079 / 0.169ppm	Concentración/Calibración: 8.25mg/ml	Está dentro del rango
0.0068 / 0.0145ppm	Concentración/Calibración: 7.31mg/ml	Está dentro del rango
0.0061 / 0.0114ppm	Concentración/Calibración: 5.58mg/ml	Está dentro del rango

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

- Linealidad

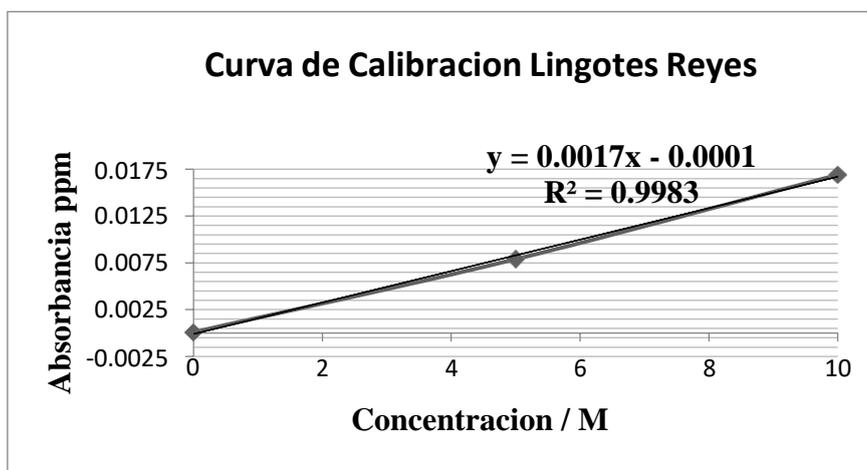


Figura 9 Curva de calibración de Lingotes Reyes para el elemento Al

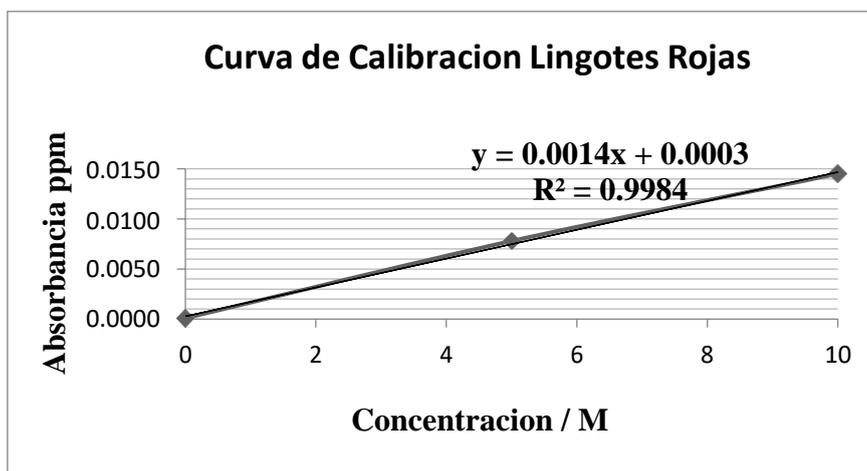


Figura 10 Curva de calibración de Lingotes Rojas para el elemento Al

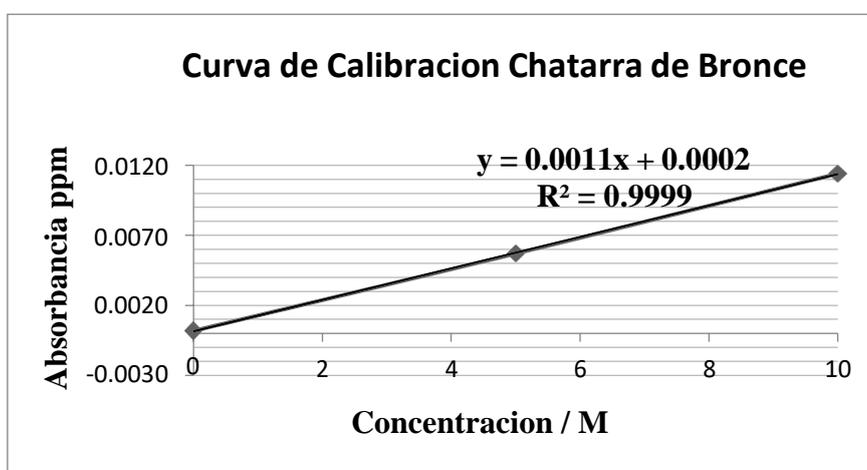


Figura 11 Curva de calibración de Chatarra de Bronce para el elemento Al

Criterio Propuesto: $R^2 \geq 0.995$, Criterios Obtenidos: $R^2 \geq 0.998$; $R^2 \geq 0.998$; $R^2 \geq 0.999$

C: La curva de calibración posee un R^2 mayor al propuesto. La linealidad está comprobada.

- **Límite de Detención y Cuantificación**

Tabla 12 Desviación Estándar de los blancos de la materia prima del elemento Al

Nivel	Lingotes	Lingotes	Chatarra	Prom	DEVEST
ppm	Reyes	Rojas	Latón	Abs	BK
	0.0001	0.0000	0.0004		
	0.0002	0.0000	0.0002		
Blanco	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001	0.00011
	0.0001	0.0002	0.0000		
	0.0000	0.0001	0.0002		

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 13 Parámetros del Límite de Detención y Limite de Cuantificación del elemento Al

Con / M	Abs	$X * Y$	X^2	Y^2	Pen	LD	LC
0ppm	0.0002	0.0000	0.0	0.00000			
5ppm	0.0071	0.0355	25	0.00005			
10ppm	0.0143	0.1430	100	0.00020	0.00142	0.2555	0.7667
15.0	0.0215	1.785	125	0.00025			

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Límite de Detención Propuesto: 0.025%

Limite de Detención Obtenido: 0.25%

Límite de Cuantificación Propuesto: 0.1%

Limite de Cuantificación Obtenido: 0.77%

- **Repetibilidad**

Tabla 14 Parámetro de Repetibilidad del elemento Al

Nivel ppm	Lingotes Reyes	Lingotes Rojas	Chatarra Bronce	Prom Abs
	0.0001	0.0000	0.0004	
	0.0002	0.0000	0.0002	
Blanco	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001
	0.0001	0.0002	0.0000	
	0.0000	0.0001	0.0002	
MR1 5ppm	0.0079	0.0078	0.0057	0.0071
MR2 10ppm	0.0169	0.0145	0.0114	0.0143
DEVEST	0.0062	0.0054	0.0042	0.0053
MEDIA	0.0036	0.0032	0.0026	0.0031
CV	1.7102	1.6714	1.6196	1.6671
CVr	1.1288	1.1031	1.0690	1.1003

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

- **Reproducibilidad**

Tabla 15 Parámetro de Reproducibilidad del elemento Al

	W muestra	Lect	% Al	Resultado
Lingotes Reyes	0.12007	8.24mg/ml	1.31	No
Lingotes Rojas	0.1204	7.07mg/ml	1.13	No
Chatarra Bronce	0.1203	5.56mg/ml	0.89	Si

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 16 Resumen de Resultados Estadísticos para el elemento Al

parámetro	Criterio Propuesto	Criterio Obtenido
Linealidad	$(R^2) \geq 0.995$	$R^2 \geq 0.998$; $R^2 \geq 0.998$; $R^2 \geq 0.999$
Límite de Detención	0.025%	0.2555%
Límite de Cuantificación	0.1%	0.7667%
Sensibilidad	Concentración/Calibración: 5-10	8.24mg/ml; 7.07mg/ml; 5.56mg/ml
Repetibilidad (CVr)	1.6671	1.1003
Reproducibilidad (LR)	0.6 %	1.31%; 1.13%; 0.89%

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

4.3. Resultados del elemento de Plomo

- **Sensibilidad**

Tabla 17 Sensibilidad de la materia prima del elemento Pb

Nivel ppm	Lingotes Reyes	Lingotes Rojas	Chatarra Bronce	Prom Abs
	0.0000	0.0001	0.0002	
	0.0001	0.0000	0.0000	
	0.0002	0.0000	0.0000	
Blanco	0.0002	0.0002	0.0000	0.0001
	0.0000	0.0003	0.0001	
Prom Bk	0.0001	0.0001	0.0001	
MR1 5ppm	0.0422	0.0530	0.0575	0.0509
MR2				
10ppm	0.0821	0.1032	0.1193	0.1015

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 18 Comparación de parámetros de sensibilidad de la materia prima del elemento Pb

Sensibilidad Propuesta	Sensibilidad Obtenida	Rango (5 - 10)
0.0751 / 0.1524ppm	Concentración/Calibración: 20 mg/ml	-
0.0422 / 0.0821ppm	Concentración/Calibración: 10.30mg/ml	Está dentro del rango
0.0530 / 0.1032ppm	Concentración/Calibración: 12.54mg/ml	Está dentro del rango
0.0575 / 0.1193ppm	Concentración/Calibración: 15.63mg/ml	Está dentro del rango

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

- Linealidad

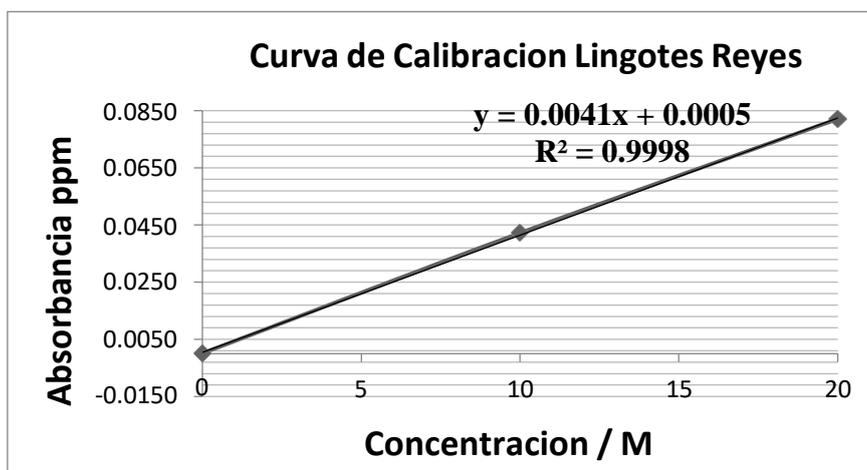


Figura 12 Curva de calibración de Lingotes Reyes para el elemento Pb

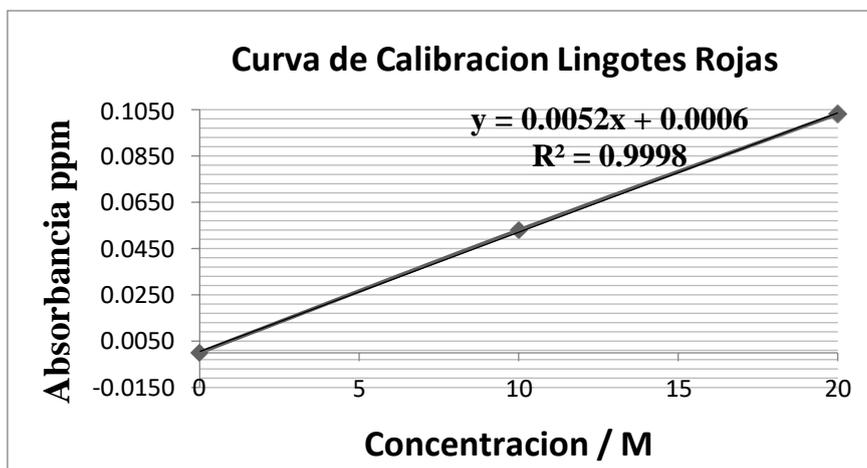


Figura 13 Curva de calibración de Lingotes Rojas para el elemento Pb

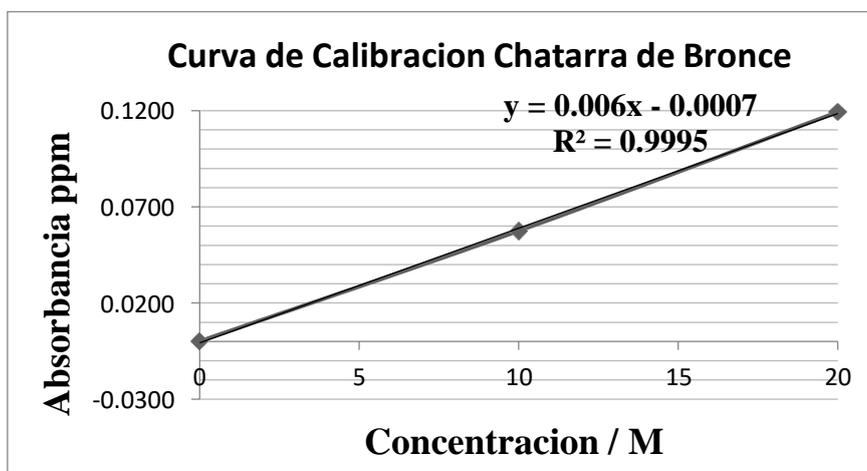


Figura 14 Curva de calibración de Chatarra de Bronce para el elemento Pb

Criterio Propuesto: $R^2 \geq 0.995$, Criterios Obtenidos: $R^2 \geq 0.9998$; $R^2 \geq 0.9998$; $R^2 \geq 0.9995$

C: La curva de calibración posee un R^2 mayor al propuesto. La linealidad está comprobada.

- **Límite de Detención y Cuantificación.**

Tabla 19 Desviación Estándar de los blancos de la materia prima del elemento Pb

Nivel	Lingotes	Lingotes	Chatarra	Prom	DEVEST
ppm	Reyes	Rojas	Latón	Abs	BK
	0.0000	0.0001	0.0002		
	0.0001	0.0000	0.0000		
Blanco	0.0002	0.0000	0.0000	0.0001	0.00010
	0.0002	0.0002	0.0000		
	0.0000	0.0003	0.0001		

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 20 Parámetros del Límite de Detención y Límite de Cuantificación del elemento Pb

Con / M	Abs	$X * Y$	X^2	Y^2	Pen	LD	LC
0ppm	0.0002	0.0000	0.0	0.00000			
10ppm	0.0509	0.5088	100	0.0026			
20ppm	0.1015	2.0307	400	0.0103	0.00507	0.0672	0.2016
30.0	0.1525	2.5394	500	0.0129			

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Límite de Detención Propuesto: 0.025% Límite de Detención Obtenido: 0.0672%

Límite de Cuantificación Propuesto: 0.1% Límite de Cuantificación Obtenido: 0.2016%

- **Repetibilidad**

Tabla 21 Parámetro de Repetibilidad del elemento Pb

Nivel ppm	Lingotes Reyes	Lingotes Rojas	Chatarra Bronce	Prom Abs
	0.0000	0.0001	0.0002	
	0.0001	0.0000	0.0000	
Blanco	0.0002	0.0000	0.0000	0.0001
	0.0002	0.0002	0.0000	
	0.0000	0.0003	0.0001	
MR1 5ppm	0.0422	0.0530	0.0575	0.0509
MR2				
10ppm	0.0821	0.1032	0.1193	0.1015
DEVEST	0.0324	0.0407	0.0466	0.0399
MEDIA	0.0178	0.0224	0.0253	0.0218
CV	1.8171	1.8179	1.8440	1.8264
CVr	1.1993	1.1998	1.2171	1.2054

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

- **Reproducibilidad**

Tabla 22 Parámetro de Reproducibilidad del elemento Pb

	W muestra	Lect	% Pb	Resultado
Lingotes Reyes	0.1200	10.30mg/ml	1.72	No
Lingotes Rojas	0.1201	12.54mg/ml	2.09	No
Chatarra Bronce	0.1202	15.63mg/ml	2.6	Si

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 23 Resumen de Resultados Estadísticos para el elemento Pb

parámetro	Criterio Propuesto	Criterio Obtenido
Linealidad	$(R^2) \geq 0.995$	$R^2 \geq 0.9998$; $R^2 \geq 0.9998$; $R^2 \geq 0.9995$
Límite de Detención	0.025%	0.067%
Límite de Cuantificación	0.1%	0.2016%
Sensibilidad	Concentración/Calibración: 5-10	10.30mg/ml; 12.54mg/ml; 15.63mg/ml
Repetibilidad (CVr)	1.8171	1.1993
Reproducibilidad (LR)	2.5%	1.72%; 2.09%; 2.6%

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

4.4. Resultados del elemento de Níquel

- **Sensibilidad.**

Tabla 24 Sensibilidad de la materia prima del elemento Ni

Nivel ppm	Lingotes Reyes	Lingotes Rojas	Chatarra Bronce	Prom Abs
	0.0000	0.0001	0.0002	
	0.0000	0.0000	0.0001	
Blanco	0.0001	0.0000	0.0000	
	0.0001	0.0002	0.0000	0.0001
	0.0000	0.0002	0.0000	
Prom Bk	0.0001	0.0001	0.0001	
MR1 1ppm	0.0361	0.0392	0.0421	0.0391
MR2 2ppm	0.0768	0.0697	0.0792	0.0752

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 25 Comparación de parámetros de sensibilidad de la materia prima del elemento Ni

Sensibilidad Propuesta	Sensibilidad Obtenida	Rango (1 - 2)
0.0661 / 0.1315ppm	Concentración/Calibración: 2 mg/ml	-
0.0361 / 0.0768ppm	Concentración/Calibración: 1.168/ml	Está dentro del rango
0.0392 / 0.0697ppm	Concentración/Calibración: 1.06mg/ml	Está dentro del rango
0.0421 / 0.0792ppm	Concentración/Calibración: 1.20mg/ml	Está dentro del rango

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

- **Linealidad.**

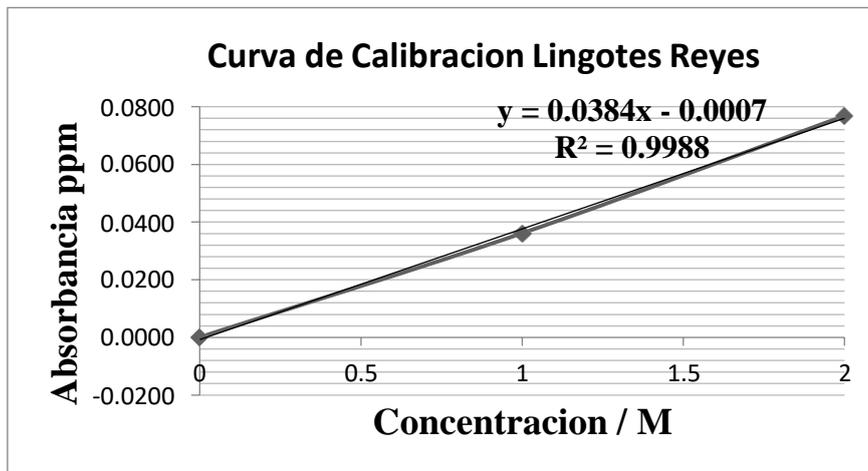


Figura 15 Curva de calibración de Lingotes Reyes para el elemento Ni

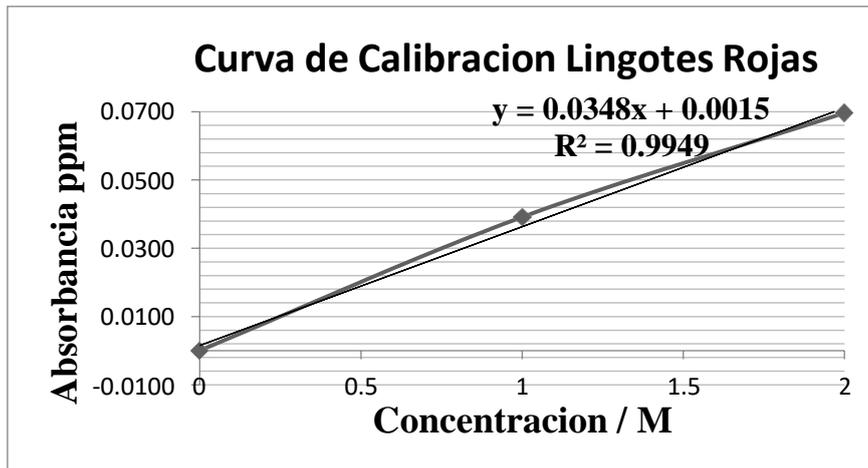


Figura 16 Curva de calibración de Lingotes Rojas para el elemento Ni

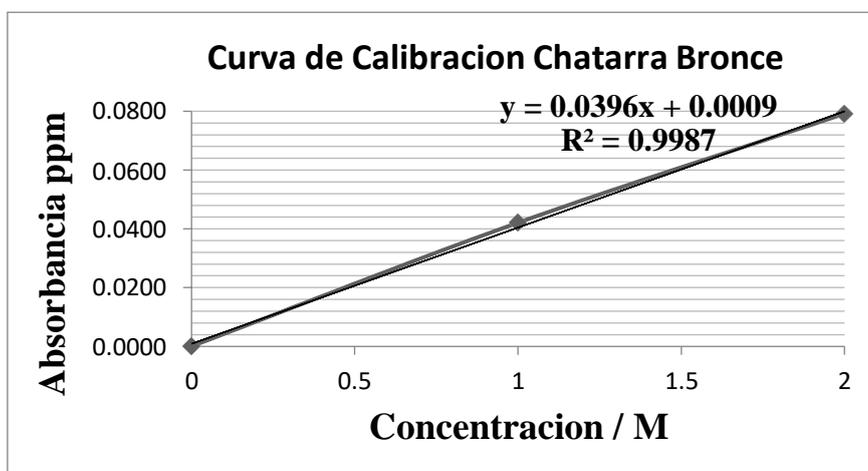


Figura 17 Curva de calibración de Chatarra de Bronce para el elemento Ni

Criterio Propuesto: $R^2 \geq 0.995$, Criterios Obtenidos: $R^2 \geq 0.9988$; $R^2 \geq 0.9949$; $R^2 \geq 0.9987$

C: La curva de calibración posee un R^2 mayor al propuesto. La linealidad está comprobada.

- **Límite de Detención y Cuantificación**

Tabla 26 Desviación Estándar de los blancos de la materia prima del elemento Ni

Nivel ppm	Lingotes	Lingotes	Chatarra	Prom	DEVEST
	Reyes	Rojas	Latón	Abs	BK
Blanco	0.0000	0.0001	0.0002		
	0.0000	0.0000	0.0001		
	0.0001	0.0000	0.0000	0.0001	0.00011
	0.0001	0.0002	0.0000		
	0.0000	0.0002	0.0000		

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 27 Parámetros del Límite de Detención y Limite de Cuantificación del elemento Ni

Con / M	Abs	$X * Y$	X^2	Y^2	Pen	LD	LC
0ppm	0.0001	0.0	0.0	0.00000			
1ppm	0.0391	0.0391	1.0	0.0015			
2ppm	0.0752	0.1504	4.0	0.0057	0.03755	0.0097	0.0290
3.0	0.1144	0.1895	5.0	0.0072			

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Límite de Detención Propuesto: 0.025% Limite de Detención Obtenido: 0.0097%

Límite de Cuantificación Propuesto: 0.1% Limite de Cuantificación Obtenido: 0.0290%

- **Repetibilidad**

Tabla 28 Parámetro de Repetibilidad del elemento Ni

Nivel ppm	Lingotes Reyes	Lingotes Rojas	Chatarra Bronce	Prom Abs
	0.0000	0.0001	0.0002	
	0.0000	0.0000	0.0001	
Blanco	0.0001	0.0000	0.0000	0.0001
	0.0001	0.0002	0.0000	
	0.0000	0.0003	0.0001	
MR1 1ppm	0.0361	0.0392	0.0421	0.0391
MR2 2ppm	0.0768	0.0697	0.0792	0.0752
DEVEST	0.0299	0.0279	0.0314	0.0298
MEDIA	0.0161	0.0156	0.0174	0.0164
CV	1.8523	1.7880	1.8102	1.8168
CVr	1.2225	1.1801	1.1947	1.1991

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

- **Reproducibilidad**

Tabla 29 Parámetro de Reproducibilidad del elemento Ni

	W muestra	Lect	% Ni	Resultado
Lingotes Reyes	0.1200	1.168mg/ml	0.19	Si
Lingotes Rojas	0.1203	1.06mg/ml	0.17	SI
Chatarra Bronce	0.1202	1.20mg/ml	0.19	Si

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 30 Resumen de Resultados Estadísticos para el elemento Ni

parámetro	Criterio Propuesto	Criterio Obtenido
Linealidad	$(R^2) \geq 0.995$	$R^2 \geq 0.9988$; $R^2 \geq 0.9949$; $R^2 \geq 0.9987$
Límite de Detención	0.025%	0.0097%
Límite de Cuantificación	0.1%	0.0290%
Sensibilidad	Concentración/Calibración: 1-2	1.168mg/ml; 1.06mg/ml; 1.20mg/ml
Repetibilidad (CVr)	1.8168	1.1991
Reproducibilidad (LR)	0.5%	0.19%; 0.17%; 0.19%

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

4.5. Resultados del elemento de Manganeso

- **Sensibilidad.**

Tabla 31 Sensibilidad de la materia prima del elemento Mn

Nivel ppm	Lingotes Reyes	Lingotes Rojas	Chatarra Bronce	Prom Abs
Blanco	0.0000	0.0001	0.0001	
	0.0001	0.0000	0.0001	
	0.0002	0.0000	0.0000	
	0.0000	0.0001	0.0000	0.0001
	0.0000	0.0001	0.0001	
Prom Bk	0.0001	0.0001	0.0001	
MR1 0.25 ppm	0.0363	0.0360	0.0420	0.0381
MR2 0.50 ppm	0.0714	0.0748	0.0821	0.0761

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 32 Comparación de parámetros de sensibilidad de la materia prima del elemento Mn

Sensibilidad Propuesta	Sensibilidad Obtenida	Rango (0.25 – 0.50)
0.0647 / 0.1305ppm	Concentración/Calibración: 0.5 mg/ml	-
0.0360 / 0.0714ppm	Concentración/Calibración: 0.273mg/ml	Está dentro del rango
0.0360 / 0.0748ppm	Concentración/Calibración: 0.286mg/ml	Está dentro del rango
0.0420 / 0.0821ppm	Concentración/Calibración: 0.314mg/ml	Está dentro del rango

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

- Linealidad.

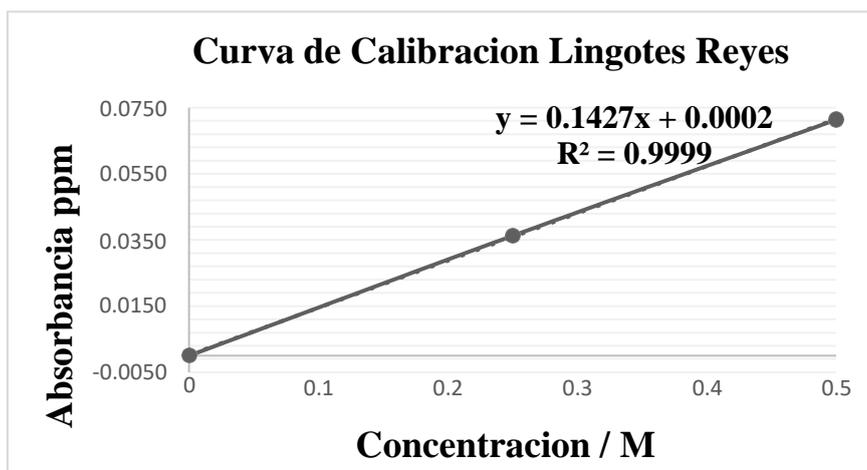


Figura 18 Curva de calibración de Lingotes Reyes para el elemento Mn

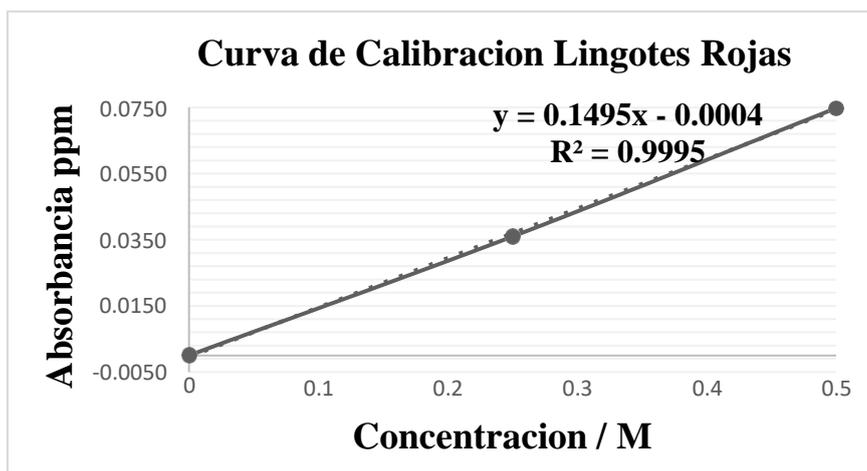


Figura 19 Curva de calibración de Lingotes Rojas para el elemento Mn

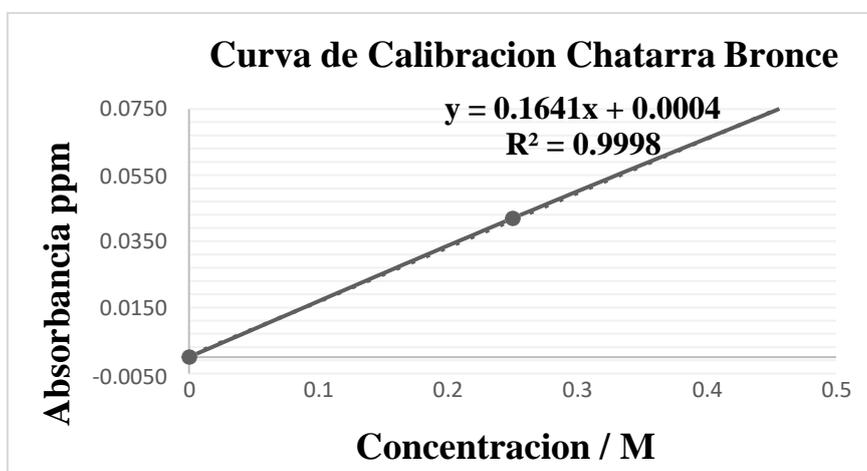


Figura 20 Curva de calibración de Chatarra de Bronce para el elemento Mn

Criterio Propuesto: $R^2 \geq 0.995$, Criterios Obtenidos: $R^2 \geq 0.9999$; $R^2 \geq 0.9995$; $R^2 \geq 0.9998$

C: La curva de calibración posee un R^2 mayor al propuesto. La linealidad está comprobada.

- **Límite de Detención y Cuantificación.**

Tabla 33 Desviación Estándar de los blancos de la materia prima del elemento Mn

Nivel ppm	Lingotes	Lingotes	Chatarra	Prom	DEVEST
	Reyes	Rojas	Latón	Abs	BK
	0.0000	0.0001	0.0001		
	0.0001	0.0000	0.0001		
Blanco	0.0002	0.0000	0.0000	0.0001	0.00011
	0.0000	0.0001	0.0000		
	0.0000	0.0001	0.0001		

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 34 Parámetros del Límite de Detención y Límite de Cuantificación del elemento Mn

Con / M	Abs	$X * Y$	X^2	Y^2	Pen	LD	LC
0ppm	0.0001	0.0	0.0	0.0000			
0.25ppm	0.081	0.0095	0.0625	0.0014			
0.5ppm	0.0761	0.0380	0.2500	0.0058	0.00451	0.0408	0.1224
0.75	0.1143	0.0476	0.3125	0.0072			

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Límite de Detención Propuesto: 0.025% Límite de Detención Obtenido: 0.0408%

Límite de Cuantificación Propuesto: 0.1% Límite de Cuantificación Obtenido: 0.1224%

- **Repetibilidad.**

Tabla 35 Parámetro de Repetibilidad del elemento Mn

Nivel ppm	Lingotes Reyes	Lingotes Rojas	Chatarra Bronce	Prom Abs
	0.0000	0.0001	0.0001	
	0.0001	0.0000	0.0001	
Blanco	0.0002	0.0000	0.0000	0.0001
	0.0000	0.0001	0.0000	
	0.0000	0.0001	0.0001	
MR1 0.25ppm	0.0363	0.0360	0.0420	0.0381
MR2 0.5ppm	0.0714	0.0748	0.0821	0.0761
DEVEST	0.0357	0.0374	0.0410	0.0380
MEDIA	0.0154	0.0159	0.0178	0.0164
CV	2.3120	2.3551	2.3084	2.3252
CVr	1.5259	1.5544	1.5235	1.5346

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 36 Parámetro de Reproducibilidad del elemento Mn

	W muestra	Lect	% Mn	Resultado
Lingotes Reyes	0.1201	0.270mg/ml	0.045	Si
Lingotes Rojas	0.1200	0.286mg/ml	0.048	SI
Chatarra Bronce	0.1200	0.314mg/ml	0.052	Si

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 37 Resumen de Resultados Estadísticos para el elemento Mn

parámetro	Criterio Propuesto	Criterio Obtenido
Linealidad	$(R^2) \geq 0.995$	$R^2 \geq 0.9999$; $R^2 \geq 0.9995$; $R^2 \geq 0.9998$
Límite de Detención	0.025%	0.0408%
Límite de Cuantificación	0.1%	0.1224%
Sensibilidad	Concentración/Calibración: 0.25-0.50	0.27mg/ml; 0.286mg/ml; 0.314mg/ml
Repetibilidad (CVr)	2.3252	1.5346
Reproducibilidad (LR)	0.05%	0.045%; 0.047%; 0.052%

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

4.6. Resultados del elemento de Estaño

- **Sensibilidad.**

Tabla 38 Sensibilidad de la materia prima del elemento Sn

Nivel ppm	Lingotes Reyes	Lingotes Rojas	Chatarra Bronce	Prom Abs
	0.0000	0.0001	0.0001	
	0.0000	0.0000	0.0000	
	0.0000	0.0000	0.0000	
Blanco	0.0002	0.0000	0.0000	
	0.0000	0.0001	0.0001	0.0001
Prom Bk	0.0000	0.0000	0.0000	
MR1 2.5 ppm	0.0624	0.0661	0.0751	0.0679
MR2 5 ppm	0.1235	0.1285	0.1463	0.1327

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 39 Comparación de parámetros de sensibilidad de la materia prima del elemento Sn

Sensibilidad Propuesta	Sensibilidad Obtenida	Rango (2.5 –5.0)
0.1006 / 0.2014ppm	Concentración/Calibración: 5 mg/ml	-
0.0624 / 0.1234ppm	Concentración/Calibración: 3.06mg/ml	Está dentro del rango
0.0661 / 0.1285ppm	Concentración/Calibración: 3.19mg/ml	Está dentro del rango
0.0751 / 0.1463ppm	Concentración/Calibración: 3.63mg/ml	Está dentro del rango

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

- **Linealidad.**

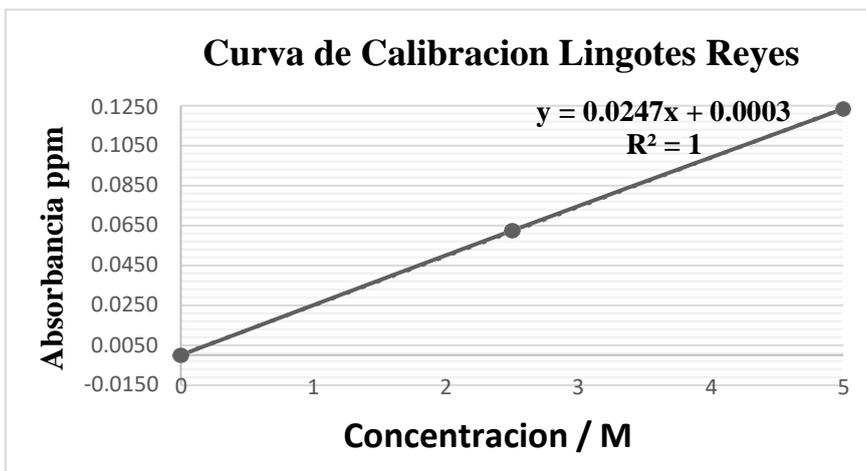


Figura 21 Curva de calibración de Lingotes Reyes para el elemento Sn

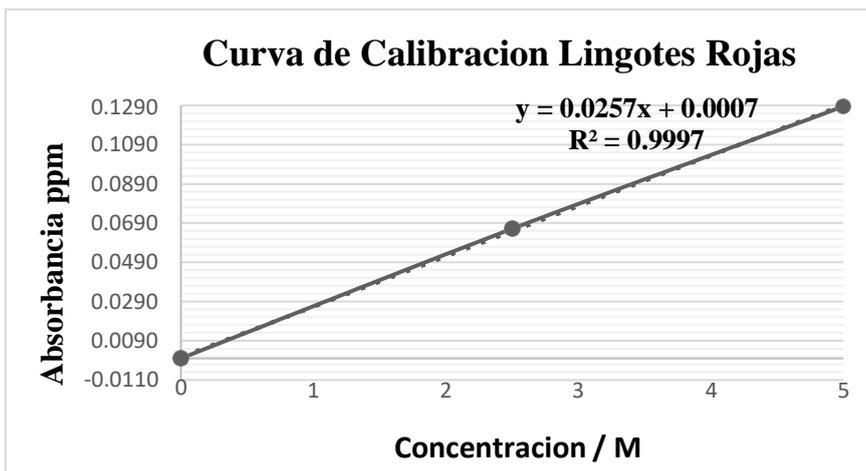


Figura 22 Curva de calibración de Lingotes Rojas para el elemento Sn

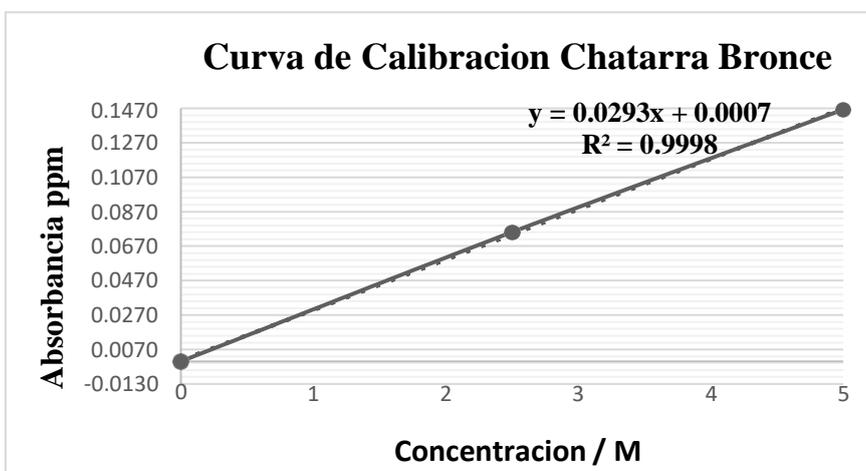


Figura 23 Curva de calibración de Chatarra de Bronce para el elemento Sn

Criterio Propuesto: $R^2 \geq 0.995$, Criterios Obtenidos: $R^2 \geq 1$ $R^2 \geq 0.9997$; $R^2 \geq 0.9998$

C: La curva de calibración posee un R^2 mayor al propuesto. La linealidad está comprobada.

- **Límite de Detención y Cuantificación.**

Tabla 40 Desviación Estándar de los blancos de la materia prima del elemento Sn

Nivel ppm	Lingotes	Lingotes	Chatarra	Prom	DEVEST
	Reyes	Rojas	Latón	Abs	BK
	0.0000	0.0001	0.0001		
	0.0000	0.0000	0.0000		
	0.0000	0.0000	0.0000	0.0001	0.0001
Blanco	0.0002	0.0000	0.0000		
	0.0000	0.0001	0.0001		

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 41 Parámetros del Límite de Detención y Límite de Cuantificación del elemento Sn

Con / M	Abs	$X * Y$	X^2	Y^2	Pen	LD	LC
0ppm	0.0001	0.0	0.0	0.0			
2.5ppm	0.0679	0.1698	6.25	0.0046			
5ppm	0.1327	0.6635	25.0	0.0176	0.01541	0.0221	0.0663
0.75	0.2007	0.8333	31.25	0.0222			

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Límite de Detención Propuesto: 0.025% Límite de Detención Obtenido: 0.0221%

Límite de Cuantificación Propuesto: 0.1% Límite de Cuantificación Obtenido: 0.0663%

- **Repetibilidad**

Tabla 42 Parámetro de Repetibilidad del elemento Sn

Nivel ppm	Lingotes Reyes	Lingotes Rojas	Chatarra Bronce	Prom Abs
	0.0000	0.0001	0.0001	
	0.0000	0.0000	0.0000	
Blanco	0.0000	0.0000	0.0000	0.0001
	0.0002	0.0000	0.0000	
	0.0000	0.0001	0.0001	
MR1 2.5ppm	0.0624	0.0661	0.0751	0.0679
MR2 5ppm	0.1235	0.1285	0.1463	0.1327
DEVEST	0.0486	0.0508	0.0578	0.0524
MEDIA	0.0266	0.0278	0.0317	0.0287
CV	1.8295	1.8241	1.8251	1.8262
CVr	1.2075	1.2039	1.2045	1.2053

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

- **Reproducibilidad.**

Tabla 43 Parámetro de Reproducibilidad del elemento Sn

	W muestra	Lect	% Sn	Resultado
Lingotes Reyes	0.1200	3.06mg/ml	0.51	Si
Lingotes Rojas	0.1201	3.19mg/ml	0.53	SI
Chatarra Bronce	0.1201	3.63mg/ml	0.60	Si

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

Tabla 44 Resumen de Resultados Estadísticos para el elemento Sn

parámetro	Criterio Propuesto	Criterio Obtenido
Linealidad	$(R^2) \geq 0.995$	$R^2 \geq 1$; $R^2 \geq 0.9997$; $R^2 \geq 0.9998$
Límite de Detención	0.025%	0.0221%
Límite de Cuantificación	0.1%	0.0663%
Sensibilidad	Concentración/Calibración: 0.25-0.50	3.06mg/ml; 3.19mg/ml; 3.63mg/ml
Repetibilidad (CVr)	1.8262	1.2053
Reproducibilidad (LR)	0.5%	0.51%; 0.53%; 0.60%

Nota: Diseñado por el autor de acuerdo a las pruebas en laboratorio químico en Fundicar s.a.c.

CAPITULO V

CONCLUSION Y RECOMENDACIÓN

5.1 Conclusiones.

- La preparación de las muestras es una parte primordial, porque una mala preparación y homogenización puede contaminar las muestras, y nos pueden dar otros resultados.
- La preparación de reactivos y soluciones estándar en el laboratorio químico, debe ser perfecta, al momento de las diluciones para no afectar al momento de las lecturas de absorbancias.
- Los parámetros y métodos de validación para el presente trabajo de investigación fueron validados por el jefe de laboratorio químico y el presente autor, mediante diseño experimental comparativa para seleccionar y comparar el de mejor calidad.

5.2. Recomendaciones.

- Realizar ensayos diarios, ya que la materia prima (lingotes reyes, lingotes rojas y chatarra de bronce) su composición química, no es uniforme y necesita estar en constante pruebas para mejorar las operaciones en planta y obtener buen producto.
- Prender el extractor de gases y usar el equipo de protección personal necesaria para evitar complicaciones con nuestra salud.
- Estar en constante investigación para desarrollar nuevos y mejores métodos de validación.

CAPITULO VI

BIBLIOGRAFÍA

- APONTE HUAMÁN, M., & CALDERÓN DAVIRÁN, I. F. (2014). VALIDACION DE UN METODO DE ANALISIS POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCION ATOMICA PARA MINERALES DE PLOMO EN LABORATORIO DEL GRUPO GLENCORE UNIDAD MINERA SANTANDER-TREVALI. *Titulo Profesional*. UNIVERSIDAD CENTRO DEL PERU, HUANCAYO.
- Cerda, H. (2011). Los elementos de la investigación. Cómo reconocerlos, diseñarlos y construirlos. En V. M. Rojas, *Metodologia de la Investigacion Diseño y Ejecucion*. Bogota: Ediciones de la U.
- Christian, G. D. (2009). *Quimica Analitica Sexta Edicion*. Mexico: McGraw-Hill Interamericana de Mexico.
- Douglas A. Skoog, F. James Holler, Stanley R. Crouch. (2009). *Principios de analisis Intrumental 6 edicion*. España: MC GRAW HILL INTERAMERICANA.
- Fernandez, C. (2014). *Metodologia de la investigación*. Mexico D.F: Mc Gram Hill .
- Hernandez, R., Fernandez, C., & Baptista, P. (2010). *Metodologia de la Investigacion Quinta Edicion*. Santa Fe: McGRAW-HILL / INTERAMERICANA EDITORES, S.A. DE C.V.
- Jurado, J. M. (2018). *Aplicación de Microsoft Excel a la Química Analítica: validación de métodos analíticos*. Departamento de Química Analítica. Mexico: Departamento de Química Analítica.
- L. Ebdon, E. H. Evans, A. Fisher, S. J. Hill. (1998). *An Introduction to Analytical Atomic Spectrometry*. Hardcover.: John Wiley & Son , Ltd.

- La Rosa, I. (15 de Junio de 2015). "ANÁLISIS QUÍMICO DE MINERALES EN LABORATORIO". *Titulo Profesional*. Universidad Nacional de San Cristobal de Huamanga, Ayacucho. Obtenido de Repositorio.unsch.edu.pe.
- Rojas, V. M. (2011). *Metodologia de la Investigacion Diseño y ejecucion*. Bogota: Ediciones de la U.
- Rosado, J. (2017). Mejoramiento de analisis quimico para minerales de oro. *Titulo Profesional*. Universidad Nacional de San Agustin de Arequipa, Arequipa.
- Sperling, Bernhard Welz & Michael. (1999). *Atomic Absorption Spectrometry Third, completely Revised Edition*. Uhdlingen, Germany: Wiley-VCH.
- Welz, B. (1983). *Atomabsoprtionsspertrometrie*. Handcover: Verlag Chemie.

ANEXO

Anexo 1. Plano de Distribución de Laboratorio Químico en Fundicar s.a.c.

Anexo 2. Plano de Distribución de Planta de Producción en Fundicar s.a.c.

