

**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**  
**ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL**

**“DETERMINACIÓN ANALÍTICA VOLUMÉTRICA DE COBRE,  
PLOMO Y ZINC EN MINERALES CONCENTRADOS EN EL  
LABORATORIO SGS DEL PERÚ S.A.C”**

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

**PRESENTADO POR**

**CONTRERAS CONTRERAS VIRGINIA**

**ASESOR**

**ING° JULIO CÉSAR CALDERÓN CRUZ**

**CALLAO – 2022**

**PERÚ**

## PRÓLOGO DEL JURADO

El presente Trabajo de Suficiencia Profesional fue expuesto por la Bachiller **CONTRERAS CONTRERAS VIRGINIA** ante el Jurado de Exposición del Informe de Trabajo de Suficiencia Profesional conformado por los siguientes docentes ordinarios de la Universidad Nacional del Callao:

ING° POLICARPO AGATÓN SUERO IQUIAPAZA	Presidente
ING° CARMEN GILDA AVELINO CARHUARICRA	Secretaria
ING° CÉSAR CABRERA ARISTA	Vocal
ING° JULIO CÉSAR CALDERÓN CRUZ	Asesor

Tal como está asentado en el Libro de actas N° 02 Folio N° 41 y Acta N° 234 de fecha agosto 10 de 2022, para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico en la Modalidad de Titulación por Trabajo de Suficiencia Profesional, de conformidad a lo dispuesto en el Art. 27 del Reglamento de Grados y Títulos de la Universidad Nacional del Callao, aprobado por Resolución de Consejo Universitario N° 099-2021-CU del 30 de junio de 2021

# ÍNDICE

I	ASPECTOS GENERALES .....	2
1.1	Objetivos.....	2
1.2	Organización de la empresa o institución.....	2
II	FUNDAMENTACIÓN DE LA EXPERIENCIA PROFESIONAL.....	4
2.1	Marco Teórico .....	4
2.1.1	Química Analítica .....	4
2.1.2	Análisis Volumétrico.....	4
2.1.3	Valoraciones.....	7
2.1.4	Detección de puntos finales en valoraciones con yodo / tiosulfato.....	9
2.1.5	Agua para uso en laboratorios .....	10
2.1.6	Ácidos Inorgánicos.....	12
2.1.7	Descomposición de muestras con ácidos inorgánicos.....	16
2.1.8	Analitos a cuantificar.....	17
2.1.9	Exactitud, veracidad y precisión .....	20
2.1.10	Cartas de Control.....	22
2.1.11	Materiales de referencia .....	22
2.1.12	Calidad en el Proceso Analítico .....	23
2.1.13	El contraste t para datos emparejados .....	24
2.1.14	Contraste de dos colas .....	24
2.2	Descripción de las actividades desarrolladas.....	24
2.2.1	Determinación volumétrica de Cobre en concentrado de Cobre.....	24
2.2.2	Determinación volumétrica de Plomo en concentrado de Plomo .....	35
2.2.3	Determinación volumétrica de Zinc en concentrado de Zinc.....	43
III	APORTES REALIZADOS .....	56
3.1	Mejora del análisis de concentrado de Cobre: Cobre – Método Volumétrico .....	56
3.2	Preparación de materiales de referencia internos (MRI) .....	56
IV	DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES .....	58
4.1	Evaluación y Discusión de resultados .....	58
4.1.1	Estudio comparativo para reemplazo del bromo por H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .....	58
4.1.2	Reducción del costo por reemplazo del reactivo Bromo por H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .....	63
4.2	Conclusiones.....	64
V	RECOMENDACIONES.....	66
VI	BIBLIOGRAFIA.....	68
	ANEXOS.....	70

## **I ASPECTOS GENERALES**

### **1.1 Objetivos**

#### Objetivo General

Dar a conocer la experiencia profesional en la determinación volumétrica de cobre, plomo y zinc en minerales concentrados en el laboratorio SGS del Perú S.A.C

#### Objetivo Específico

1. Determinar la concentración de cobre, plomo y zinc en concentrados polimetálicos por medio del método Volumétrico.
2. Evaluar los resultados analíticos para la emisión del informe de ensayo.

### **1.2 Organización de la empresa o institución**

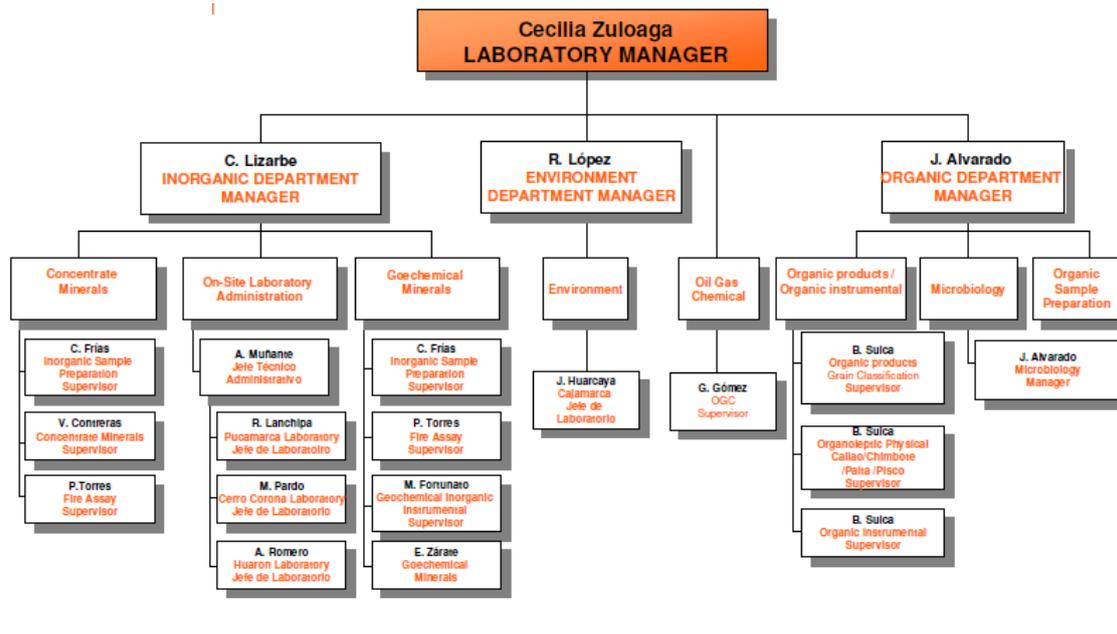
Si bien es cierto SGS está representada en el Perú desde hace unos 30 años aproximadamente por SGS del Perú S.A; es recién a fines de 1987 que se constituye SGS sucursal del Perú S.A. para colaborar con el gobierno peruano en la supervisión del comercio exterior, de acuerdo con el contrato suscrito entre el instituto de comercio exterior y SGS Ginebra – Suiza.

Al término del contrato de supervisión mencionado anteriormente, parte del personal que venía trabajando en SGS Sucursal Perú S, A, fue contratado por SGS del Perú. S.A. el cual ha sido diseñado y construido para la verificación, Control de calidad y la certificación de una amplia gama de productos de exportación e importación.

SGS del Perú S.A.C. ofrece una amplia gama de servicios a través de sus Divisiones Comerciales: De Laboratorios, Agricultural Services, Consumer Services, Oil, Gas & Chemicals Services, Minerals Services, Industrial Services, Systems & Services Certification, Environmental Services, Trade Assurance Services.

**Figura 1**

*Organigrama Estructural de Laboratorio SGS del Perú S.A.C*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

## II FUNDAMENTACIÓN DE LA EXPERIENCIA PROFESIONAL

### 2.1 Marco Teórico

#### 2.1.1 Química Analítica

La química analítica estudia los métodos y las técnicas que se emplean para determinar la composición de la materia. Dado que la “composición” puede definirse en función de qué, o de cuánto está presente, así la química analítica se puede subdividir según el tipo de información que se busque en el análisis. (Skoog y West, 2002, p.1).

El objetivo final de un análisis cuantitativo es la determinación de la cantidad de una especie dada presente en una muestra; que ello se consiga directa o indirectamente depende del método particular que se considere (Skoog y West, 2002, p.3).

#### 2.1.2 Análisis Volumétrico

En el análisis volumétrico, la cantidad de analito que se investiga se cuantifica indirectamente midiendo el volumen de una especie valorante que tiene como soporte una ecuación estequiométrica. Su aplicación se fundamenta en el uso de material volumétrico, como matraces aforados para llevar la disolución de las muestras a un volumen de referencia, utilizando volúmenes exactos con pipetas aforadas para la toma de alícuotas, mientras que para la cuantificación se utilizan buretas para medir el volumen desalojado de una disolución patrón de una especie química de concentración exactamente conocida necesario para alcanzar el punto estequiométrico de una reacción química. (Clavijo, 2002, p.449).

Todos los materiales volumétricos deben ser calibrados para obtener mejores resultados (Clavijo, 2002, p.449).

##### 2.1.2.1 Requisitos para Aplicar un Método Volumétrico

Para que un proceso pueda ser utilizado como un método volumétrico, es preciso que cumpla con los siguientes requisitos: (Clavijo, 2002, p.451).

- La reacción estequiométrica correspondiente entre el analito y el valorante debe ser sencilla y definida, y estar sustentada por la calibración frente a patrones primarios y definida, y estar sustentada por la calibración frente a patrones primarios o secundarios. Es la base para realizar los cálculos.

- La velocidad relativa de reacción debe ser elevada para poder realizar el análisis en el menor tiempo posible. Esto es válido para la mayoría de las reacciones inorgánicas tipo se aceleran por la adición o presencia de catalizadores.
- La reacción debe ser completa en el momento en que se han añadido las cantidades estequiométricas (equivalentes) de las sustancias reaccionantes.
- Debe disponerse de una solución del valorante de concentración exactamente conocida.
- Debe existir un indicador interno o externo para señalar el momento de alcanzar el punto estequiométrico.
- Deben utilizarse instrumentos de medida exactos y para ello deben estar calibrados (buretas, pipetas aforadas, balanzas, etc.).
- El método analítico debe ser de bajo costo y amable con el ambiente, durante la valoración y en el momento de realizar de los vertimientos.

#### 2.1.2.2 Clasificación de los métodos volumétricos

Existe gran cantidad de métodos de análisis volumétricos independientes y es necesario agruparlos en tipos de reacciones. Esta clasificación es la siguiente. (Clavijo, 2002, p.455).

- Volumetrías en precipitación. A este grupo pertenecen las reacciones en las que se produce un material insoluble (precipitado) y, a diferencia de los métodos gravimétricos, aquí se mide el volumen del valorante necesario para precipitar exactamente la especie de interés analítico. Aunque en teoría todas las reacciones de precipitación podrían ser aplicables a este grupo, esto no es posible por la dificultad de adquirir indicadores del punto final. Existen algunos métodos electrométricos (instrumentales) para realizar un número limitado de valoraciones de este tipo. (Clavijo, 2002, p.455).
- Volumetrías ácido-base. A este grupo pertenecen todas las reacciones que involucren la transferencia de protones y se denominan reacciones de neutralización. Según el tipo de valorante se subdividen en acidimetría y alcalimetría; en el primer caso se determinan especies de carácter básico, utilizando para ello una solución patrón de un ácido y, en el segundo caso, determinan especies con carácter ácido con una solución patrón de una especie alcalina. (Clavijo, 2002, p.456).

- Volumetrías de formación de complejos. Los métodos correspondientes a este grupo son aquellos en los que se forman especies complejas solubles por la adición de un valorante que tienen su estructura química pares de electrones libres (base de Lewis) y un ion de metálico, por lo general de transición (Acido Lewis); esto corresponde a la teoría ácido-base de Lewis. (Clavijo, 2002, p.456).

EDTA:

El EDTA: Ácido Etilendiamino tetraacético o ácido etilendinitrilo tetraacético es un estándar primario, pero tiene la desventaja de ser poco soluble en agua, por eso se prefiere usar la sal disódica que si es soluble. Se combina con lo iones metálicos en proporción 1:1 sin importar la carga del catión.

Se puede titular una gran gama de cationes con EDTA, con solo variar el pH del medio titulante. (Luzardo, 2006, p. 6)

El EDTA es con mucho el agente quelante más ampliamente usado en Química analítica. Se pueden determinar prácticamente todos los elementos de la tabla periódica con EDTA, ya sea por medio de una valoración directa o una secuencia indirecta de reacciones. (Harris, 2016, p. 272)

Indicadores de iones metálicos:

Un indicador de ion metálico es un compuesto cuyo color cambia cuando se une a un ion metálico, en la tabla se encuentran varios indicadores conocidos. Para que sea útil un indicador debe unirse al metal con menos fuerza que el EDTA.

La mayoría de los indicadores de los iones metálicos son también indicadores ácido-base. Como el color del indicador libre depende del pH, la mayoría de los indicadores sólo se pueden utilizar en determinados intervalos de pH, por ejemplo, el naranja de xilenol vira del amarillo a rojo cuando se une a un metal a pH 5.4. Este cambio es fácil de observar. A pH 7.5 el cambio del violeta a rojo, que es más difícil de detectar (Harris, 2016, p. 272 - 273).

- Volumetrías de oxidación-reducción o redox. Estas reacciones implican cambios en los números de oxidación de los elementos implicados en el análisis. Esto es, el agente reductor transfiere electrones (sufre una oxidación) al agente oxidante (la especie se reduce). La factibilidad de aplicar un método redox está determinada por el potencial redox (la fuerza electromotriz, fem) de donde se deriva el valor de la constante termodinámica de equilibrio). (Clavijo, 2002, p.456).

Existe toda una gama de métodos de análisis basados en diferentes reacciones redox. Entre ellos destacan las permanganometrías, dicromatometrías, yodometrías, entre otros.

Yodometría:

1. Es una titulación indirecta, ya que se produce yodo ( $I_2$ ) que luego es titulado con tiosulfato de sodio.
2. El tiosulfato de sodio se usa como patrón primario, aunque se descompone y debe utilizarse recién preparado (el mismo día).
3. La Titulación es indirecta: Se añade exceso de KI para que el analito reaccione y produzca yodo libre, el cual es titulado posteriormente con tiosulfato de sodio.
4. Indicador: Se usa almidón como indicador. Se debe añadir cerca del punto final, pues si se añade al principio de la titulación, el almidón puede atrapar parte del yodo que no será liberado, dando errores. La solución de almidón debe prepararse el mismo día que se va a utilizar. Se recomienda utilizar “almidón soluble”, o en su defecto, se puede utilizar almidón comercial, pero debe hervirse durante su preparación. (Luzardo, 2006, p. 6 – 7)

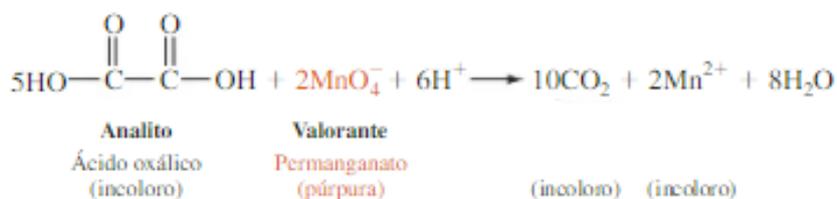
### 2.1.3 Valoraciones

En una valoración se añaden al analito incrementos de la disolución del reactivo -el valorante- hasta que la reacción se completa. A partir de la cantidad de valorante gastada, se puede calcular la cantidad de analito que debía haber en la muestra. El valorante normalmente se añade desde una bureta.

Los principales requisitos de una reacción para que sirva de base a una valoración son que tenga una constante de equilibrio grande y que transcurra rápidamente. Es decir, cada nuevo incremento de valorante debe consumirse completa y rápidamente por el analito hasta su total agotamiento. Las valoraciones más comunes están basadas en reacciones ácido-base, oxidación-reducción, formación de complejos y precipitación. El punto de equivalencia es el punto en que la cantidad de valorante añadida es exactamente la necesaria para que reaccione estequiométricamente con el analito. Por ejemplo, 5 moles de ácido oxálico reaccionan con 2 moles de permanganato en disolución ácida caliente. (Ver figura 2)

## Figura 2

### Punto de equivalencia



**Fuente:** Análisis Químico Cuantitativo 3° edición (sexta edición original)

Si el problema contiene ácido oxálico 5,000 mM, el punto de equivalencia se alcanza cuando se han añadido 2,000 mM de  $\text{MnO}_4^-$ .

El punto de equivalencia es el resultado ideal (teórico) que se busca en una valoración. Lo que en realidad medimos es el punto final, que lo indica un brusco cambio de una propiedad física de la disolución. En la figura, un punto final adecuado es la aparición brusca de color púrpura de permanganato en el matraz. Hasta el punto de equivalencia, el ácido oxálico consume todo el permanganato y la disolución permanece incolora. Después del punto de equivalencia, el  $\text{MnO}_4^-$  que ya no reacciona se acumula, hasta que hay bastante para poder verse. La primera traza de color púrpura señala el punto final. Cuanto mayor sensibilidad tenga la vista, más cerca del punto de equivalencia estará el punto final medido. En este caso particular, el punto final no puede ser exactamente igual al punto de equivalencia, porque se necesita un pequeño exceso de  $\text{MnO}_4^-$ , respecto al necesario para reaccionar con el ácido oxálico, para que se pueda ver el color púrpura.

Entre los métodos para determinar cuándo ha sido consumido el analito se pueden

citar: (1) detectar un cambio brusco de voltaje o de corriente entre un par de electrodos; (2) observar un cambio de color del indicador; y (3) seguimiento de la absorción de la luz. Un indicador es un compuesto con una propiedad física (normalmente el color), que cambia bruscamente en las proximidades del punto de equivalencia. El cambio lo causa la desaparición del analito o la aparición del exceso de valorante.

La diferencia entre el punto final y el punto de equivalencia es el error de valoración, que prácticamente es inevitable. Escogiendo una propiedad física cuyo cambio sea fácilmente observable (como el cambio de color del indicador, la absorbancia óptica de un reactivo o del producto, o el pH), es posible conseguir que el punto final esté muy próximo al

punto de equivalencia. Normalmente es posible estimar el error de la valoración con una valoración de blanco, que consiste en realizar el mismo procedimiento, pero sin el analito.

Por ejemplo, una disolución que no contiene ácido oxálico podría valorarse con permanganato potásico para ver cuánto reactivo se necesita para observar el color púrpura. Este volumen del  $\text{MnO}_4^-$  se resta del volumen observado en la valoración analítica.

La validez de un resultado analítico depende de que se sepa la cantidad de uno de los reactivos usados. La concentración del valorante se conoce si fue preparada disolviendo una cantidad conocida de reactivo puro en un volumen conocido de disolución. En ese caso, el reactivo se llama un patrón primario, porque es suficientemente puro para ser pesado y usado directamente. Un patrón primario debe tener una pureza del 99,9% o más. No debe descomponerse en las condiciones normales de almacenamiento, y debe ser estable al calor y al vacío, porque es preciso secarlo, para eliminar trazas de agua adsorbida de la atmósfera.

En una valoración directa, el valorante se añade al analito hasta completar la reacción. Ocasionalmente es deseable hacer una valoración por retroceso, en la que se añade al analito un exceso de un reactivo estándar, y se usa un segundo reactivo estándar para valorar el exceso del primer reactivo. Las valoraciones por retroceso se usan cuando el punto final de la valoración por retroceso es más claro que el de la valoración directa, o cuando se necesita un exceso del primer reactivo para llevar a cabo por completo la reacción con el analito. (Harris, 2016, p. 129 – 130)

#### 2.1.4 Detección de puntos finales en valoraciones con yodo / tiosulfato

Una solución que es aproximadamente  $5 \times 10^{-6}$  M en  $\text{I}_2$  tiene un color distinguible, que corresponde a menos de una gota de una solución de yodo 0.05 M en 100 ml. Por lo tanto, siempre que la solución que se valora sea incolora, la desaparición del color del yodo puede servir como indicador en valoraciones con tiosulfato de sodio.

Más comúnmente, las titulaciones que se incluyen yodo se llevan a cabo con una suspensión de almidón como indicador. El color azul intenso que aparece en presencia de yodo se supone que surge de la absorción del yodo en la cadena helicoidal del  $\beta$ -amilosa, componente macromolecular de la mayoría de almidones. La estrechamente relacionada  $\alpha$ -amilosa forma un aducto rojo con el yodo. Esta reacción no es fácilmente reversible y por lo tanto es indeseable. En el almidón soluble comercialmente disponible, la fracción

alfa se ha eliminado para dejar principalmente  $\beta$ -amilosa: las soluciones de indicador se preparan fácilmente a partir de este producto.

Las suspensiones acuosas de almidón se descomponen en unos cuantos días, principalmente debido a la acción bacteriana. Los productos de la descomposición tienden a interferir en las propiedades de indicador de la preparación y pueden también ser oxidadas con el yodo. La velocidad de descomposición se puede inhibir preparando y almacenando el indicador en condiciones de esterilidad y añadiendo yoduro de mercurio (II) o cloroformo como bacteriostático. Tal vez la alternativa más sencilla es preparar una suspensión del indicador el día en que se va a usar, lo que requiere solo unos cuantos minutos.

El almidón se descompone irreversiblemente en soluciones que contienen altas concentraciones de yodo. Por lo tanto, al valorar soluciones de yodo con ion tiosulfato, como en la determinación indirecta de oxidantes, se retrasa la adición del indicador hasta que el color de la solución cambia de marrón a rojizo a amarillo; en este punto, la valoración casi se ha completado. Se puede introducir el indicador al principio, cuando las soluciones de tiosulfato se valoran directamente con yodo. (Skoog, et al., 2005, p. 573).

#### 2.1.5 Agua para uso en laboratorios

Uno de los reactivos más comunes y considerado como disolvente universal es el agua, por lo tanto, es de vital importancia cuidar su pureza. Si se mantiene a un control sistemático de la pureza o calidad del agua para uso en el laboratorio se promueve la eliminación de sesgo en los resultados, se evitan interferencias o reacciones colaterales y se aumenta así la confiabilidad en dichos resultados.

El agua está compuesta por sales de calcio y magnesio, las cuales aportan dureza, también contiene otra sustancia como hierro, sílice, manganeso, cloruros, sulfatos, sodio y otros materiales en suspensión. La dureza del agua es un factor que limita su uso en determinados procesos, es importante el conocimiento del contenido de calcio y magnesio, por la propiedad que tienen de producir incrustaciones. Varios son los métodos utilizados en el tratamiento de las aguas y el empleo de cada uno de ellos depende del objetivo que se persiga con el agua tratada.

En la actualidad los laboratorios que usan agua, tienen establecidos requisitos de calidad o pureza, así como métodos de producción y análisis de agua donde deben establecerse él o los procesos para su purificación.

#### 2.1.5.1 Clasificación de los tipos de agua según ISO 3696:2004

**Grado 1:** Exenta básicamente de contaminantes constituidos por iones disueltos o coloidales y materias orgánicas. Es apropiada para los requisitos de análisis más exigentes, incluyendo la cromatografía líquida de alta definición. Se puede preparar por un tratamiento adicional del agua de grado 2 (por ejemplo, osmosis inversa o desionización seguida de filtrado a través de una membrana con tamaño de poro de 0,2  $\mu\text{m}$  para separar las partículas, o por redistilación en un aparato de sílice fundido). (Valdivia-Medina, Pedro-Valdés y Laurel-Gómez, 2010, p.5).

**Grado 2:** Con muy pocos contaminantes inorgánicos, orgánicos o coloidales. Es apropiada para análisis delicados, incluyendo la espectrometría de absorción atómica (EAA) y la determinación de componentes en cantidades mínimas. Se puede preparar por destilación múltiple o por desionización u osmosis inversa seguida de destilación. (Valdivia-Medina, et al., 2010, p.5).

**Grado 3:** Apropriada para la mayoría de los trabajos de química en laboratorios por vía húmeda y la preparación de soluciones de reactivos. Se puede preparar mediante una sola destilación, por desionización o por osmosis inversa. Salvo indicación en contrario, se puede utilizar para el trabajo normal de análisis. (Valdivia-Medina, et al., 2010, p.5 - 6).

**Tabla 1**

*Clasificación del agua de acuerdo a su característica fisicoquímica*

Parámetros Físicoquímicos	Grado 1	Grado 2	Grado 3
Conductividad eléctrica valor máximo a 25°C, $\mu\text{S}/\text{cm}$	0.1	1	5
Resistividad, $\text{M}\Omega$	10	1	0.25
Absorbancia (UA a 254 nm)	0.001	0.01	-
Sílice Total valor máximo mg/L	0.01	0.02	1
pH	-	-	5.0 a 7.5

**Fuente:** NC-ISO 3696: 2004

### 2.1.5.2 Purificación del agua

Existen diferentes calidades de agua y diversas necesidades en función de su uso. En la purificación existen distintos procesos para eliminar las impurezas; entre los más importantes se encuentran: (Valdivia-Medina, et al., 2010, p.7)

- Filtración.
- Ultrafiltración.
- Destilación.
- Osmosis Inversa.
- Adsorción con carbón activado.
- Desionización.

### 2.1.6 Ácidos Inorgánicos

Un ácido inorgánico es un compuesto de hidrógeno y uno o más elementos (a excepción del carbono) que, cuando se disuelve en agua u otro disolvente, se rompe o disocia, produciendo iones hidrógeno. La solución resultante tiene ciertas características, como la capacidad de neutralizar bases, tornar de color rojo el papel tornasol y producir determinados cambios de color cuando se combina con otros indicadores. A los ácidos inorgánicos se les denomina a menudo ácidos minerales. La forma anhidra puede ser gaseosa o sólida.

Un anhídrido inorgánico es un óxido de metaloide que puede combinarse con agua para formar un ácido inorgánico. Puede producirse por síntesis, como, por ejemplo,  $S+O_2 \rightarrow SO_2$ , que se transforma en ácido por adición de una molécula de agua (hidratación); o mediante eliminación de agua del correspondiente ácido, como, por ejemplo:



Los anhídridos inorgánicos comparten, en general, las propiedades biológicas de sus ácidos, ya que en medios biológicos acuosos se produce rápidamente la hidratación. (Hinkamp, 1998, p.104.5)

#### 2.1.6.1 Riesgos

Los riesgos específicos de los ácidos inorgánicos más importantes desde el punto de vista industrial se describen más adelante; no obstante, debe decirse que todos estos ácidos poseen ciertas propiedades peligrosas comunes a todos ellos. Las soluciones de ácidos inorgánicos no son inflamables por sí mismas, pero cuando entran en contacto con ciertos

productos químicos o materiales combustibles, se pueden producir incendios o explosiones. Estos ácidos reaccionan con determinados metales liberando hidrógeno, que es una sustancia altamente inflamable y explosiva cuando se mezcla con el aire o con oxígeno. También pueden actuar como agentes oxidantes y, cuando contactan con productos orgánicos u otras sustancias oxidables, pueden reaccionar de forma violenta.

Efectos en la salud. Los ácidos inorgánicos son corrosivos, especialmente cuando se encuentran a altas concentraciones. Pueden destruir los tejidos corporales y producir quemaduras químicas cuando entran en contacto con la piel y las mucosas. Son especialmente peligrosos los accidentes oculares. Los vapores o nieblas de los ácidos inorgánicos irritan el tracto respiratorio y las mucosas, dependiendo el grado de irritación de su concentración; los trabajadores expuestos a estos ácidos pueden sufrir también decoloración o erosiones de los dientes. El contacto repetido con la piel provoca dermatitis. La ingestión accidental de ácidos inorgánicos concentrados causa grave irritación de la garganta y el estómago, así como destrucción tisular de los órganos internos, a veces mortal a no ser que se efectúe inmediatamente el tratamiento de urgencia adecuado. Algunos ácidos inorgánicos actúan también como agentes tóxicos sistémicos

#### 2.1.6.2 Medidas de salud y seguridad

Siempre que sea posible, los ácidos muy corrosivos deben sustituirse por ácidos que presenten menos riesgos, siendo, además, esencial utilizarlos a la menor concentración necesaria. Cuando se utilicen ácidos inorgánicos, se deberán extremar las medidas de seguridad en cuanto a almacenamiento, manipulación, eliminación de residuos, ventilación, protección personal y primeros auxilios.

- **Almacenamiento:** Siempre debe evitarse el contacto con otros ácidos y materiales combustibles u oxidables. Las instalaciones eléctricas deben ser resistentes a los ácidos.

Las zonas dedicadas al almacenaje de estos productos deben estar separadas de las demás dependencias, bien ventiladas y protegidas de los rayos solares y otras fuentes de calor. El suelo de estas áreas será de cemento y no contendrá sustancias que puedan reaccionar con un ácido. Los grandes almacenes deben estar rodeados por un muro, con el fin de retener el ácido en caso de derrame accidental, debiendo existir, además, los elementos precisos para neutralizarlo. Fuera de los almacenes deberá haber una boca de incendios y un equipo autónomo de protección

respiratoria para casos de emergencia o para rescate. Los derrames se limpiarán inmediatamente con una manguera. En el caso de que se produzca un gran derrame, se mandará evacuar las instalaciones a todo el personal y después, una vez provistos del equipo de emergencia, se intentará neutralizar el ácido con agua o arena calcinada. Las instalaciones eléctricas deben ser resistente al agua y al ataque de los ácidos. Es conveniente contar con iluminación de seguridad.

Los envases deben mantenerse herméticamente cerrados y claramente etiquetados, indicando su contenido. Cuando sea preciso se tomarán medidas de descompresión. Todas las conducciones, uniones, juntas y válvulas deben ser de un material resistente al ácido nítrico. Los envases de cristal o plástico deben estar convenientemente protegidos contra impactos y por encima del nivel del suelo para facilitar el vaciado en caso de derrame. Los bidones se almacenarán sobre bastidores o caballetes y estarán debidamente calzados. Los cilindros de gas de ácidos anhidrosos gaseosos se deben almacenar en posición vertical y con la capucha puesta. Los envases llenos y los vacíos se almacenarán en lugares separados. Es muy importante la limpieza y un buen mantenimiento.

- **Manipulación.** En la medida de lo posible, los ácidos deben ser bombeados mediante sistemas cerrados para prevenir todo peligro de contacto. Siempre que se proceda al transporte de los envases o al trasvase del producto, se empleará el equipo apropiado y sólo podrán realizar estos trabajos personas especializadas. El trasvase de los ácidos debe realizarse con sifones especiales, bombas de trasiego o plataformas basculantes para garrafas o bidones, etc. Los cilindros de gas ácido anhidro requieren válvulas de descarga o conexiones especiales.

Los trabajadores deben saber que, si los ácidos se mezclan con otros productos químicos o con agua, pueden ocurrir reacciones violentas o peligrosas. Por ejemplo, un ácido concentrado debe añadirse lentamente al agua, y no a la inversa, para así evitar la generación de un calor excesivo o reacciones violentas que pueden provocar salpicaduras o contacto con la piel y los ojos.

- **Ventilación.** Cuando, durante los procesos, se producen nieblas o vapores ácidos, como ocurre en la galvanoplastia, se deben instalar sistemas extractores de ventilación.
- **Protección personal.** Las personas expuestas a salpicaduras peligrosas de ácidos inorgánicos deben utilizar equipos protectores resistentes a los ácidos en manos, brazos, ojos y cara, así como mandiles, monos y guardapolvos. Cuando se hayan

adoptado procedimientos de trabajo seguros, no será necesario el uso de equipos de protección respiratoria, aunque siempre deberán estar disponibles para su uso en casos de emergencia, como derrames o fugas.

Cuando haya que introducirse en los tanques donde se encuentra almacenado el ácido, para su limpieza o reparación, primero tendrán que purgarse los tanques y adoptarse todas las precauciones necesarias para el acceso a espacios cerrados, según se describen en otros artículos de esta Enciclopedia.

- **Formación.** Todos los trabajadores que manipulen ácidos deben ser informados de sus propiedades peligrosas. Algunas actividades laborales, como las que se llevan a cabo en espacios cerrados o las que exigen la manipulación de grandes cantidades de ácidos, deben ser realizadas siempre por dos personas, una de ellas preparada para acudir en ayuda de la otra en caso necesario.
- **Instalaciones sanitarias.** La higiene personal tiene una importancia fundamental cuando se produce contacto con ácidos inorgánicos. Los trabajadores deben disponer de unas instalaciones sanitarias y de lavado adecuadas y se les debe insistir para que se laven cuidadosamente antes de las comidas y al final de cada turno.
- **Primeros auxilios.** El tratamiento más importante en caso de contaminación de la piel o de los ojos con ácidos inorgánicos consiste en lavar inmediatamente la zona afectada con agua corriente. Para este fin deben colocarse estratégicamente duchas de urgencia, fuentes para lavar los ojos, baños y botellas.

Las salpicaduras en los ojos deben lavarse con agua abundante.

Las ropas contaminadas deben retirarse en seguida y el personal debe conocer los procedimientos de emergencia para el tratamiento de la piel. Un procedimiento habitual es la neutralización del ácido en el área afectada con una solución alcalina, como bicarbonato sódico al 2-3 % o carbonato sódico al 5% e hiposulfito sódico al 5% o trietanolamina al 10 %.

Las personas que hayan inhalado vapores ácidos deben retirarse inmediatamente de la zona contaminada, impidiéndose que realicen ningún tipo de esfuerzo y solicitando atención médica inmediata. En caso de ingestión accidental, deberá administrarse a la víctima una sustancia neutralizante y efectuarla un lavado gástrico. En general no deben provocarse vómitos, ya que éstos podrían extender la lesión.

- **Supervisión médica.** Los trabajadores deben someterse a exámenes médicos previos al empleo y, a partir de entonces, a reconocimientos periódicos. El examen previo al empleo debe enfocarse a la detección de enfermedades respiratorias, gastrointestinales o nerviosas crónicas, así como cualquier enfermedad de la piel y los ojos. Los reconocimientos periódicos deben realizarse a intervalos frecuentes, prestando especial atención al estado de la dentadura.
- **Contaminación de las aguas.** La contaminación de las aguas debe prevenirse prohibiendo terminantemente el vertido de aguas residuales que contengan el ácido utilizado a cloacas o cursos fluviales en tanto que el pH (acidez) no se reduzca hasta 5.5-8.5

#### 2.1.7 Descomposición de muestras con ácidos inorgánicos

Los reactivos más utilizados en la descomposición de muestras analíticas inorgánicas en vasos de reacción abiertos son los ácidos minerales. Mucho menos frecuente es la utilización de amoníaco y soluciones acuosas de hidróxidos de metales alcalinos. Habitualmente, una suspensión de la muestra en el ácido se calienta a la llama o en placa caliente hasta que la disolución se considere completa, por desaparición total de la fase sólida. La temperatura de la descomposición es el punto de ebullición (o descomposición) del reactivo ácido (Skoog, et al., 2005, p. 1056 – 1057).

##### 2.1.7.1 Ácido Nítrico

El ácido nítrico concentrado caliente es un oxidante fuerte que disuelve todos los metales comunes, salvo el aluminio y el cromo que se vuelven pasivos ante este reactivo por la formación de óxidos de superficie. Cuando se tratan aleaciones que contienen estaño, tungsteno o antimonio con el reactivo caliente, se forman óxidos hidratados ligeramente solubles, como el  $\text{SnO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ . Después de la coagulación, estos materiales coloidales se pueden separar de otras especies metálicas por filtración.

El ácido nítrico caliente, solo o en combinación con otros ácidos y agentes oxidantes, como el peróxido de hidrogeno o bromo, se utiliza ampliamente en la descomposición de muestras orgánicas para determinar su contenido de metales traza. Este proceso de descomposición, llamado calcinación vía húmeda, convierte la muestra orgánica en dióxido de carbono y agua. A menos que el proceso se efectúe en un vaso cerrado, se pierden parcial o totalmente, por volatilización, elementos no metálicos del tipo de los halógenos, azufre y nitrógeno. (Skoog, et al., 2005, p. 1056 – 1057).

### 2.1.7.2 Ácido Clorhídrico

El ácido clorhídrico concentrado es el disolvente por excelencia para muestras inorgánicas, si bien tiene aplicación limitada en la descomposición de materiales orgánicos. Se utiliza de forma general para disolver muchos óxidos metálicos, así como metales que se oxidan fácilmente que el hidrógeno, y suele ser un mejor disolvente de óxidos que los ácidos oxidantes. El ácido clorhídrico concentrado es casi 12M. Sin embargo, con su calentamiento se pierde HCl gaseoso hasta que queda una solución 6M a ebullición constante (punto de ebullición cercano a 110°C). (Skoog, et al., 2005, p. 1056 – 1057).

### 2.1.7.3 Ácido Sulfúrico

Muchos materiales se descomponen y disuelven con ácido sulfúrico concentrado caliente, que debe en parte su efectividad como disolvente a su punto de ebullición alto (cercano a 340°C). Numerosos compuestos orgánicos se deshidratan y oxidan a esa temperatura, con lo que con este tratamiento de calcinación húmeda se eliminan de las muestras en forma de dióxido de carbono y agua. También son numerosos los metales y aleaciones que son atacados por el ácido caliente. (Skoog, et al., 2005, p. 1056 – 1057).

## 2.1.8 Analitos a cuantificar

### 2.1.8.1 Cobre

El cobre destaca por su alta conductividad eléctrica y su facilidad para ser trabajado como hilos o láminas. Gracias a estas propiedades, sirve para la fabricación de cables eléctricos, circuitos integrados, transformadores, radiadores, motores, tuberías y monedas. Los mayores productores del mundo son Chile, Perú, China y Estados Unidos.

El proceso productivo comprende cuatro etapas principales: (Del Águila, Martínez y Regalado, 2017, p.30).

- Extracción: este proceso puede realizarse a tajo abierto o de manera subterránea y consiste normalmente en la perforación y voladura de las zonas de minado. Luego las rocas fragmentadas se transportan a las plantas concentradoras.
- Procesamiento: consiste en la reducción del tamaño de las rocas para liberar las partículas metálicas y el aumento de la concentración del metal por métodos físicos y químicos. Involucra la molienda de las rocas fragmentadas, la flotación, que separa sulfurados de cobre por adhesión a burbujas de aire, y la lixiviación,

que consiste en usar una solución ácida para separar el cobre de los óxidos y poder obtener los cátodos de cobre.

- Fundición: el concentrado de cobre seco que no se ha usado para la producción de cátodos de cobre por lixiviación pasa a hornos especiales a altas temperaturas, en los cuales se eliminan impurezas y se forman los ánodos de cobre.
- Refinación: los ánodos se llevan a celdas electrolíticas que permiten incrementar la pureza del cobre.

#### 2.1.8.2 Zinc

El zinc es un mineral metálico que se caracteriza por ser bastante abundante en la tierra. Si bien históricamente ha solido usarse en la fabricación de latón, actualmente las aplicaciones del zinc refinado son: i) la galvanización de metales como el acero, siendo esta un proceso que permite recubrir a dicho metal con la finalidad de evitar su corrosión; ii) la fabricación de baterías; y iii) la creación de aleaciones como la alpaca.

El proceso productivo de este mineral es extenso y va desde su extracción en la mina hasta la obtención del zinc puro luego de la refinación. En su primera etapa, la roca que contiene al mineral se extrae de la mina correspondiente y luego es enviada a una planta procesadora de concentrados, en la cual se la muele hasta convertirla en polvo fino. Dicho compuesto comprende el zinc que se buscará obtener, pero en porcentajes distintos según la ley mineral propia del yacimiento.

Posteriormente, el concentrado de zinc es enviado a una refinería, en la cual atraviesa una serie de pasos intermedios hasta llegar al producto final refinado. En Perú, la única refinería de zinc es operada por Nexa Resources, por lo que solo una parte de la producción nacional del concentrado se procesa localmente y el remanente es exportado con la finalidad de ser refinado en el extranjero.

Una vez que el concentrado llega a la refinería, este pasa por un proceso de tostación, en el cual se separa el compuesto en ácido sulfúrico (que se usa como producto secundario para otros fines) y calcina. Esta última pasa por la lixiviación, a través de la cual se obtiene sulfato de zinc impuro. Dicho producto pasa posteriormente por un proceso de purificación para luego ser tratado mediante la técnica de electrodeposición, a partir de la cual se obtienen los cátodos de zinc.

Después de Australia y China, Perú es el país que posee mayores reservas en el mundo. Por ello, existe aún potencial para seguir desarrollando proyectos para la producción de

zinc concentrado. En este sentido, se señala que, en la última década, la producción ha sido relativamente constante y se ha ubicado en promedio alrededor de 1 400 miles de TM por año. Así, en 2018, Perú se mantuvo como el segundo productor mundial de zinc, registrando 1 475 miles de TM, por debajo de China (4 300 miles de TM) y por encima de Australia (940 miles de TM). (Gershy-Damet y Saldarriaga, 2019, p. 38)

#### 2.1.8.3 Plomo

El plomo es un mineral muy requerido en electrónica y electricidad, para producción de baterías, lastres, alambres, tubos de televisión, aislantes de radiación, municiones, entre muchos usos.

Gran parte del plomo se extrae de minas subterráneas. No obstante, este metal no se encuentra en su estado elemental, por lo que existen varios minerales que pueden contener plomo, pero son fundamentalmente tres los minerales que se usan para extraerlo: la galena, la cerusita y la anglesita.

En la galena el plomo se encuentra principalmente en forma de sulfuro de plomo (II) (PbS), en la cerusita en forma de carbonatos (PbCO<sub>3</sub>) y en la anglesita formando sulfatos (PbSO<sub>4</sub>). Existen otros minerales que contienen plomo, pero son menos abundantes.

El mineral del que más se extrae plomo es la galena, donde se encuentra como sulfuro de plomo (II). Este mineral contiene un 85% de plomo y el resto es sulfuro, cadmio, antimonio, bismuto, cobre y plata.

Para extraer el plomo de la galena se utilizan hornos donde se tuesta la mena (roca o mineral que contiene determinado elemento químico) y se obtiene óxido de plomo y una mezcla de sulfatos y silicatos de plomo, además de sales de otros metales que pueden aparecer en pequeñas cantidades.

Si el plomo se somete a horno por calcinación de este proceso se desprenden varios contaminantes: bismuto, arsénico, cadmio, cobre, plata, oro y zinc. Tras obtener una masa fundida en un horno que recibe el nombre de horno reverbero con aire, azufre y vapor, estos logran oxidar los metales contaminantes a excepción del oro, plata y bismuto. El resto de los contaminantes que flotan como residuos son eliminados del proceso. (Recuperado de: <https://www.ejemplos.co/de-donde-se-obtiene-el-plomo/>, 2019).

Según el ministerio de energía y minas el Perú es el tercer productor de plomo a nivel mundial.

## 2.1.9 Exactitud, veracidad y precisión

### 2.1.9.1 Exactitud

Proximidad entre un valor medido y un valor verdadero de un mensurando. (VIM, 2012, p. 31).

NOTA 1 El concepto “exactitud de medida” no es una magnitud y no se expresa numéricamente. Se dice que una medición es más exacta cuanto más pequeño es el error de medida.

NOTA 2 El término “exactitud de medida” no debe utilizarse en lugar de veracidad de medida, al igual que el término “precisión de medida” tampoco debe utilizarse en lugar de “exactitud de medida”, ya que esta última incluye ambos conceptos.

NOTA 3 La exactitud de medida se interpreta a veces como la proximidad entre los valores medidos atribuidos al mensurando.

La norma ISO 5725 utiliza dos términos veracidad y precisión para describir la exactitud de un método de medición. “veracidad” se refiere al grado de concordancia entre la media aritmética de un gran número de resultados de ensayo, el valor de referencia verdadero o aceptado. “Precisión se refiere al grado de concordancia entre los resultados del ensayo. (NTE INEN-ISO 5725-1, 2015, p. introducción)

### 2.1.9.2 Veracidad

Proximidad entre la media de un número infinito de valores medidos repetidos y un valor de referencia.

NOTA 1 La veracidad de medida no es una magnitud y no puede expresarse numéricamente, aunque la norma ISO 5725 especifica formas de expresar dicha proximidad.

NOTA 2 La veracidad de medida está inversamente relacionada con el error sistemático, pero no está relacionada con el error aleatorio.

NOTA 3 No debe utilizarse el término exactitud de medida en lugar de “veracidad de medida” y viceversa.

La veracidad de un método de medición es de interés cuando es posible concebir un verdadero valor para la propiedad que se está midiendo. Aunque, para algunos métodos de medición, el valor verdadero no se puede conocer exactamente, puede ser posible tener

un valor de referencia aceptado para la propiedad que se está midiendo; por ejemplo, materiales de referencia, o si están disponibles adecuadamente, o si el valor de referencia aceptado se puede establecer por referencia a otro método de medición o mediante la preparación de una muestra conocida. La veracidad del método de medición puede ser investigada mediante la comparación del valor de referencia aceptado con el nivel de los resultados dados por el método de medición. (NTE INEN-ISO 5725-1, 2015, p. introducción).

### 2.1.9.3 Precisión

Proximidad entre las indicaciones o los valores medidos obtenidos en mediciones repetidas de un mismo objeto, o de objetos similares, bajo condiciones especificadas

NOTA 1 Es habitual que la precisión de una medida se exprese numéricamente mediante medidas de dispersión tales como la desviación típica, la varianza o el coeficiente de variación bajo las condiciones especificadas.

NOTA 2 Las “condiciones especificadas” pueden ser condiciones de repetibilidad, condiciones de precisión intermedia, o condiciones de reproducibilidad (véase la norma ISO 5725-1:1994).

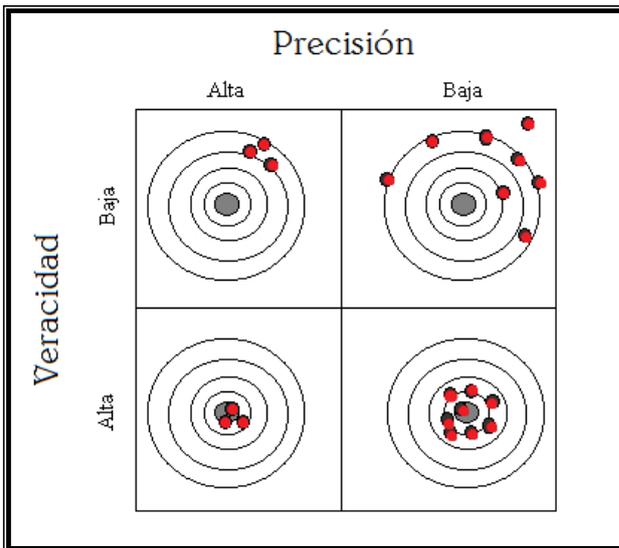
NOTA 3 La precisión se utiliza para definir la repetibilidad de medida, la precisión intermedia y la reproducibilidad.

NOTA 4 Con frecuencia, “precisión de medida” se utiliza, erróneamente, en lugar de exactitud de medida.

El termino general para la variabilidad entre mediciones repetidas es la precisión. Se han considerado necesarias dos condiciones de precisión, denominados condiciones de repetibilidad y reproducibilidad, para muchos casos prácticos, útiles para describir la variabilidad de un método de medición. Bajo condiciones de repetibilidad, los factores de operador, equipo utilizado, calibración de equipos, el medio ambiente (temperatura, humedad, contaminación del aire) y el tiempo transcurrido entre las mediciones, se consideran constantes y no contribuyen a la variabilidad, mientras que bajo la reproducibilidad y de hecho contribuyen a la variabilidad de los resultados de los ensayos. Por lo tanto, la repetibilidad y la reproducibilidad son los dos extremos de la precisión, la primera que describe el mínimo y segunda a la máxima variabilidad en los resultados. (NTE INEN-ISO 5725-1, 2015, p. introducción).

**Figura 3**

*Diagrama de precisión y veracidad*



**Fuente:** Wikipedia

#### 2.1.10 Cartas de Control

La carta de Control es una representación gráfica de los resultados obtenidos en el curso de un estudio analítico, o en una labor de rutina. Este método es de gran utilidad en la supervisión de laboratorios industriales. Sobre todo, para la detección de errores e identificación de sus causas. Las cartas de control permiten conocer la exactitud y la fidelidad de los resultados junto con la confianza que se puede tener en ellos. (Bermejo, 1991, p. 30).

Muchas veces una representación gráfica indica con máxima eficacia los comportamientos anormales, y sirve como registro del comportamiento de un proceso durante cierto tiempo. Los gráficos de control de calidad se usan con frecuencia como parte de un proceso de control de calidad, para mantener y registrar el desempeño de un sistema durante cierto tiempo. Si el proceso permanece dentro de los límites predefinidos, se dice que el proceso está bajo control. En contraste, si el proceso sale de los límites impuestos al sistema, se dice que está fuera de control. (Higson, 2007, p. 42)

#### 2.1.11 Materiales de referencia

Los materiales de referencia certificados, o sustancias patrón son muestras preparadas especialmente por un tercero, las cuales contienen un analito a una concentración predeterminada, con un alto grado de exactitud y precisión. (Higson, 2007, p. 39)

Esas muestras se suministran en un certificado en el cual se detalla el analito y se pueden usar como referencia contra la que se vaya a juzgar la eficiencia analítica de otro laboratorio.

El uso de materiales certificados de referencia debe tener un papel central en el aseguramiento de calidad del laboratorio analítico. En realidad, es casi seguro que se requerirá su empleo si un tercero va a otorgar una acreditación de aseguramiento de calidad.

Los materiales de referencia certificados se usan para asegurar la exactitud de los resultados de tal modo que puedan coincidir los resultados de distintos laboratorios. El uso de material de referencia también sirve para identificar, y con ello eliminar, errores sistemáticos que no se identifiquen con otros métodos, por ejemplo, verificar que los datos estén dentro de los límites aceptables de desviación estándar. (Recuerde que una desviación estándar inaceptable solo indica que la precisión de un análisis es mala.

Los materiales de referencia certificados suelen ser suministrados con información que describe su composición. (Higson, 2007, p. 40-41)

#### 2.1.12 Calidad en el Proceso Analítico

La química analítica, como ciencia metodológica química, tiene como misión fundamental la generación de información cualitativa, cuantitativa y estructural sobre cualquier tipo de materia o sistema (proceso). En la actualidad sus objetivos genéricos consisten en tener más cantidad de información y de mayor calidad utilizando cada vez menos material, menor tiempo, menor esfuerzo, con menores costes y riesgos. Por tanto, la calidad de la información generada es un objetivo prioritario de la química analítica de hoy y del futuro. La calidad se puede atribuir a varios aspectos analíticos y conviene establecer una jerarquía entre ellos. La calidad analítica del laboratorio representada por el problema analítico puede considerarse integrada por la calidad a cuatro niveles: calidad de los resultados generados (relacionados con propiedades como la exactitud y la representación, denominada propiedades supremas), calidad del proceso analítico (relacionada con propiedades analíticas como precisión sensibilidad, coste, etc.), calidad del trabajo y la organización de laboratorio y, finalmente, la calidad de materiales, instrumentos, etc. implicados en el trabajo analítico. (Compañó y Ríos, 2002, p.85-87).

### 2.1.13 El contraste t para datos emparejados

A menudo se compararán dos métodos de análisis estudiando muestras de ensayo que contienen sustancialmente diferentes cantidades de analito.

El contraste para comparar dos medias no es apropiado en este caso porque no separa la variación de vida al método de la que resulta de la variación. Esta dificultad se soslaya observando la diferencia  $\bar{d}$ , entre cada par de resultados dado por los dos métodos. Si no existen diferencias entre los dos métodos, entonces estas diferencias se obtienen de una población con media  $\mu_d = 0$ . Para probar la hipótesis nula, se prueba si  $\bar{d}$  difiere significativamente de cero utilizando el estadístico t.

Para contrastar si n resultados emparejados se extraen de la misma población, es decir,  $H_0: \mu_d = 0$ , se calcula el estadístico t:

$$t = \bar{d} \times \frac{\sqrt{n}}{Sd}$$

Donde  $\bar{d}$  y Sd son la media y desviación estándar, respectivamente, de d, la diferencia entre los valores que forman cada par.

El número de grados de libertad de t es n-1. (Miller y Miller, 2002, p. 49 – 50).

### 2.1.14 Contraste de dos colas

En muchas situaciones el analista no tiene una idea preconcebida, previa a las mediciones experimentales, en cuanto a si la diferencia entre la media experimental y el valor de referencia será positiva o negativa. Así pues, el contraste utilizado debe cubrir cualquier posibilidad. Dicho contraste se denomina de dos colas (o bilateral). (Miller y Miller, 2002, p. 51).

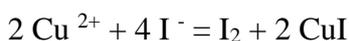
## 2.2 Descripción de las actividades desarrolladas

### 2.2.1 Determinación volumétrica de Cobre en concentrado de Cobre

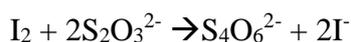
#### 2.2.1.1 Principio del método

El cobre es determinado volumétricamente por yodometría. Se basa en la medición del yodo, liberado por la reacción del cobre (II) y el yoduro en una solución ligeramente ácida, usando como agente titulante el tiosulfato de sodio:

El  $\text{Cu}^{+2}$  al actuar sobre el KI se reduce a  $\text{Cu}^+$  liberándose una cantidad de  $\text{I}_2$ .



El yodo liberado se titula en una segunda etapa con  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



### 2.2.1.2 Equipos, reactivos y materiales

#### A) Equipos de Protección Personal

- Lentes de seguridad.
- Mandil.
- Pantalón antiácido.
- Botas y/o zapatos de seguridad.
- Guantes de Nitrilo.
- Respirador con cartuchos para material particulado P-100.
- Careta.

#### B) Equipos y Materiales

- Agitador magnético y soporte universal.
- Balanza analítica con sensibilidad 0,1 mg.
- Plancha de ataque.
- Matraz de 300 ml.
- Matraz aforado de 1 litro.
- Vasos de 250 ml.
- Probetas de 25 y 10 ml.
- Dispensador de ácidos.
- Bureta de 50 ml.
- Magneto de agitación y varilla.

#### C) Reactivos

- Agua desionizada o agua purificada.

Nota: Cuando en el texto se mencione la palabra “agua”, se entenderá que se refiere a agua desionizada o agua purificada.

- Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$  65% - 70% q.p.)
- Ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ , 35% - 38% q.p.)
- Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 95% - 98% q.p.)
- Ácido sulfúrico al 50 % (v/v)
- Peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ , 50%)

- Hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$  28% - 30%)
- Solución de hidróxido de amonio 1:1
- Solución de ácido acético glacial 1:1 ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  p.a.)
- Fluoruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{F}$  p.a.)
- Solución de yoduro de potasio al 30 % (m/v)
- Solución de almidón al 0.5 % (m/v).

Pesar 0.5 g  $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$  y macerar con una cantidad pequeña de agua fría, luego agregar lentamente 100 ml de agua en ebullición y hervir por 2 minutos.

- Solución de Tiocianato de Amonio al 10%  
Pesar 10 g de  $\text{SCNNH}_4$ , y diluir a 100 ml con agua.

- Solución de tiosulfato de Sodio 0.05N ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )

- Solución de Urea al 10 %

Pesar 10 g de  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  y diluir a 100 ml con agua

- Cobre metálico, mínimo 99,9%

- Preparación de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  0.05N:

Pesar 25 gramos de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (p.a.) en vaso de precipitado de 250 ml disolver en agua desionizada, transvasar y enrasar a matraz aforado de 2 litros.

### 2.2.1.3 Procedimiento experimental

- 1) Pesar 0.25 g aproximadamente por duplicado de muestra de concentrado de cobre en un matraz de 300 ml. Ver figura 4

#### **Figura 4**

*Pesado de muestra*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 2) Agregar 5 ml de ácido sulfúrico y luego 10 ml de ácido nítrico, lavar las paredes del matraz y añadir por las paredes 10 ml de ácido clorhídrico, luego colocar en la plancha a temperatura suave para un ataque completo, cuando se hayan eliminado los vapores nitrosos ubicar el matraz en una zona de mayor temperatura y dejar que lleguen a sequedad total. Ver figura 5

### **Figura 5**

#### *Digestión de Cobre*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 3) Luego enfriar la muestra, agregar 1 ml de ácido sulfúrico al 50%; lavar cuidadosamente las paredes del matraz; agregar aproximadamente 150 ml de agua desionizada.
- 4) Agregar 5 ml de  $H_2O_2$  al 50% y enseguida llevar a plancha caliente hasta reducción de volumen (100 ml aprox.).
- 5) Retirar de la plancha y enfriar.
- 6) Adicionar solución de hidróxido de amonio 1:1 hasta precipitación incipiente de hierro (un precipitado de color pardo-marrón). Ver figura 6. No debe agregarse exceso de amoniaco, de ser necesario usar solución de ácido acético 1:1.

## Figura 6

*Adición de Hidróxido de Amonio*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 7) Añadir 10 ml de ácido acético y agitar hasta que la muestra de un color marrón – rojizo. Ver figura 7

## Figura 7

*Adición de ácido acético*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 8) Agregar 0.8 – 0.9 g de fluoruro de Amonio, luego agitar la muestra y se tornará de un color celeste. Ver figura 8

## Figura 8

*Adición de fluoruro de Amonio*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 9) Adicionar 10 ml de yoduro de potasio (solución al 30 %) y agitar suavemente, la solución se tornará a un color pardo - oscuro, luego titular con solución de tiosulfato de sodio 0.05N, usando aproximadamente 5 ml de solución de almidón como indicador que deberá añadirse casi al término de la titulación (cuando la muestra se torne amarillo débil), continuar con la titulación hasta que el color azul comience a ser difuso. Agregar 5 ml de solución de tiocianato de amonio, proseguir con la titulación hasta que el color azul desaparezca tornándose a un color blanco lechoso. Ver figuras 9 - 14

## Figura 9

*Muestras de cobre por titular*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Figura 10**

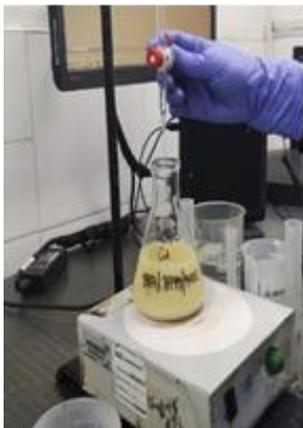
*Muestras con adición de yoduro de potasio*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Figura 11**

*Muestras sin adición de almidón (amarillo débil)*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Figura 12**

*Muestras con adición de Almidón*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

### Figura 13

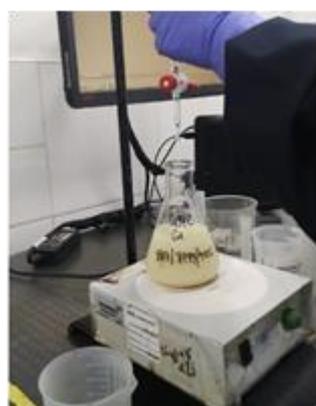
*Muestras con adición de Tiocianato de Amonio*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

### Figura 14

*Muestra titulada*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

10) Anotar el gasto de titulante y reportar.

#### 2.2.1.4 Estandarización de la Solución de Tiosulfato de Sodio 0.05N.

- 1) Pesar 0.1 g aproximadamente de cobre Electrolítico.
- 2) Atacar con 10 ml de ácido nítrico concentrado.
- 3) Llevar al estado pastoso en plancha caliente.
- 4) Sacar dejar enfriar lavar las paredes del matraz, agregar agua desionizada hasta 150 ml aproximadamente y 10 ml de urea.
- 5) Luego llevar a la plancha hasta que reduzca volumen hasta 100 ml aprox. Enfriar y titular según el paso número 9 descrito anteriormente.

$$f = \frac{\text{Peso de cobre electrolítico}(g)}{\text{Gasto de tiosulfato}(mL)}$$

Donde f: Factor de la solución de tiosulfato de sodio.

Estandarización de la solución de tiosulfato de sodio al 0.05 N para un determinado peso de cobre electrolítico:

**Tabla 2**

*Datos de los estándares de cobre*

Peso del cobre electrolítico (g)	Gasto de la solución (ml)	Factor
<b>0.0998</b>	31.15	0.0032
<b>0.1002</b>	31.25	0.0032
<b>0.1</b>	31.20	0.0032

**Fuente:** Base de datos SGS del Perú S.A.C

El Factor que se utilizará es el promedio de los tres  $f = 0.0032$

#### 2.2.1.5 Cálculo de la determinación de Cobre

$$\%Cu = \frac{V_g * f}{W_m} * 100$$

Donde:

- $V_g$ : Volumen tiosulfato de sodio gastado (ml).
- $W_m$ : Peso de la muestra (g)
- f: Factor del  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  (g de Cu metálico / ml de  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  gastado)

#### 2.2.1.6 Exactitud

##### A) Precisión:

La tolerancia (límite de repetibilidad LRSDr) permisible entre determinaciones de la muestra efectuadas por duplicado no debe ser mayor a 0.74%, en caso contrario se debe repetir el análisis.

##### B) Veracidad:

La tolerancia (límite de reproducibilidad LRSDR) permisible de la determinación de la muestra patrón no debe ser mayor al 1.06% del valor convencionalmente verdadero, caso contrario se repite el análisis.

Cuando se cumpla el criterio de aceptación de exactitud (precisión y veracidad), se procede a reportar el resultado.

### 2.2.1.7 Cálculo y evaluación de resultados

En esta sección se presenta los resultados de los valores obtenidos en la titulación.

Determinación de : Cobre en la muestra problema.

Método usado : Volumétrico.

Calculo : Realizado en Lims propio de la empresa SGS del Perú S.A.C

**Tabla 3**

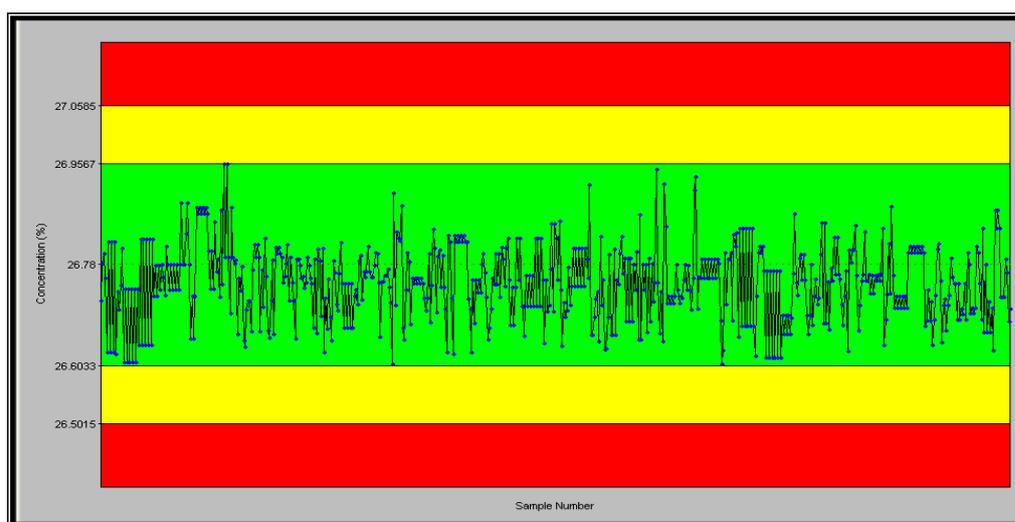
*Resultados del análisis de cobre*

Muestra MN100051	Peso Muestra W(g)	Gasto Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .5H <sub>2</sub> O V(ml)	Factor solución Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .5H <sub>2</sub> O f(g/ml)	%Cu	%Cu promedio
Unk 100051	0.2501	19	0.0032	24.31	
Rep 100051	0.2515	19.1	0.0032	24.30	24.31
Patrón CuC-1C	0.2508	20.1	0.0032	25.65	25.65

**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Figura 15**

*Gráfica de control del patrón CCu-1c*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

### **Evaluación de resultados:**

#### **Precisión:**

LRSD<sub>r</sub> = 0.74% (Tolerancia de repetibilidad del método)

Calculando la repetibilidad de la muestra:

$$r_{muestra} = \frac{24.31 * 0.74}{100} = 0.18\%$$

Diferencia entre muestra y su réplica es:

$$24.31 - 24.30 = 0.01\%$$

Como el valor de la diferencia entre muestra y su réplica (0.01%) es menor a la tolerancia de repetibilidad de la muestra (0.18%), entonces se acepta los resultados de la muestra.

#### **Veracidad:**

LRSD<sub>R</sub> = 1.06% (Tolerancia de reproducibilidad del método)

VCV=25.62% obtenido del certificado de patrón internacional cobre ver (anexo 4)

$$R_{muestra} = \frac{25.62 * 1.06}{100} = 0.27\%$$

Diferencia entre el VCV del patrón y el valor práctico obtenido en el análisis es

$$R_{muestra} = 25.62 - 25.65 = 0.03\%$$

El valor de la diferencia entre el VCV del patrón y el valor práctico 0.03% es menor a la tolerancia de Reproducibilidad del método 0.27%, por lo tanto, se acepta los resultados del patrón

#### **Exactitud:**

Siendo el resultado del análisis preciso y veraz se concluye que el resultado es Exacto y se procede a validar la orden MN100051, para su reporte respectivo.

En el caso que no cumpla uno de los parámetros se procede a reanalizar la orden.

## 2.2.2 Determinación volumétrica de Plomo en concentrado de Plomo

### 2.2.2.1 Principio del método

Precipitación de plomo como sulfato de plomo, disolución de este con solución de acetato de amonio y titulación complexométrica con solución de ácido etilendiaminotetraacético, sal disódica dihidrato (EDTA)

### 2.2.2.2 Equipos, reactivos y materiales

#### A) Equipos de protección personal

- Lentes de seguridad.
- Mandil.
- Pantalón antiácido.
- Botas y/o zapatos de seguridad.
- Guantes de nitrilo.
- Respirador con cartuchos para material particulado P-100.
- Careta.

#### B) Equipos y materiales

- Agitador magnético y soporte universal.
- Balanza analítica con sensibilidad 0,1 mg.
- Plancha de ataque.
- Potenciómetro.
- Lunas de reloj.
- Espátula y pincel.
- Vasos de precipitado de 400 ml
- Matraz aforado de 1 litro.
- Matraz aforado de 250 ml.
- Pinza para vasos.
- Papel Filtro (whatman N° 42, diámetro 15 cm o equivalente).
- Piseta.
- Porta embudo.
- Dispensador de ácidos.
- Bureta de 50 ml, clase A.
- Magneto y varilla Magnética.
- Embudos, diámetro 8 cm cuello largo.

### C) Reactivos

- Agua desionizada o agua purificada

Nota: Cuando en el texto se mencione la palabra “agua”, se entenderá que se refiere a agua desionizada o agua purificada.

- Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$  65% - 70% q.p.)
- Ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ , 35% - 38% q.p.)
- Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 95% - 98% q.p.)
- Acetato de amonio ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ , p.a.)
- Solución de ácido acético glacial ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ , p.a.)
- Nitrato de Potasio.
- Indicador Anaranjado de xilenol ( $\text{C}_{31}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_{13}\text{S}$ ).

Mezclar 1 g de  $\text{C}_{31}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_{13}\text{S}$  con 99g de  $\text{KNO}_3$ , pulverizar en un mortero y guardar en frasco de vidrio de color ámbar.

- Solución Buffer de pH 4 y 7.
- Solución extractiva de plomo.

Disolver 400 g de  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  en 500 ml de agua, adicionar 30 ml de  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , aforar a volumen de 1 litro y homogeneizar. Regular el pH a 6.3 con  $\text{CH}_3\text{COOH}$

- Plomo metálico, mínimo 99.9%.
- Solución de ácido etilendiaminotetraacético, sal disódica dihidrato (EDTA) 0.025M

Pesar 9,308 g de  $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , disolver en agua, diluir a 1 litro y homogeneizar.

#### 2.2.2.3 Procedimiento experimental

- 1) Pesar 0.3 g de muestra en un vaso de precipitado de 400ml por duplicado. Ver figura 16

## Figura 16

### *Pesado de muestra*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 2) Añadir 10 ml de ácido clorhídrico, cubrir con una luna de reloj, atacar hasta casi sequedad.
- 3) Añadir 10 ml de ácido nítrico, calentar hasta pastoso.
- 4) Retirar enfriar ligeramente y adicionar 5 ml de ácido sulfúrico hasta precipitar el sulfato de plomo, cubrir el vaso con una luna de reloj, llevar a la plancha y calentar hasta desprendimiento de vapores blancos y llevar a sequedad. Ver figura 17

## Figura 17

### *Digestión de muestra*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 5) Lavar las paredes del vaso y la luna de reloj con agua desionizada y completar hasta un volumen aproximado de 50 ml Calentar y hervir por 10 minutos; enfriar y filtrar usando papel filtro fino.
- 6) Lavar con agua desionizada, hasta eliminar la acidez del papel. Ver figura 18

### Figura 18

#### *Filtración de plomo*

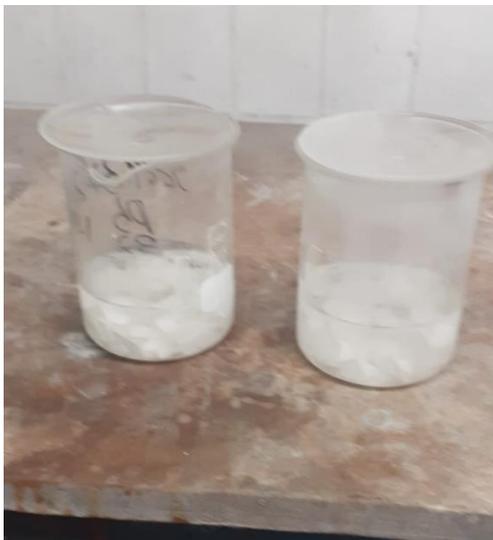


**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 7) Recibir el filtrado en matraz aforado de 250 ml y retomar con 25 ml de HCl, llevar a volumen con agua y homogeneizar. Enviarlo al área de absorción atómica para determinar la cantidad de plomo como plomo residual.
- 8) En el vaso original, desmenuzar el papel de filtro. Agregar 30 ml de solución extractiva de acetato de amonio y hervir por 5 minutos, añadir agua hirviendo hasta 100 ml y dejar hervir por 15 minutos. Añadir agua caliente hasta 200 ml. Ver figura 19

### Figura 19

#### *Muestra hirviendo por 15 minutos*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 9) Agregar el indicador anaranjado de xilenol hasta coloración grosella y titular la solución de EDTA 0.025 M hasta viraje amarillo. Ver figuras 20 y 21

**Figura 20**

*Muestra con indicador anaranjado de xilenol*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Figura 21**

*Titulación hasta viraje amarillo*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

10) Anotar el gasto de titulante y reportar.

#### 2.2.2.4 Estandarización de la solución EDTA 0.025M.

- 1) Pesar aproximadamente 0.2 g de plomo metálico al 99.9% de pureza y transferir a un vaso de 400 ml, cubrir con luna de reloj, añadir 10 ml de  $\text{HNO}_3$  1:1 hasta disolver la muestra en plancha suave; llevar a sequedad, retomar con 50 ml de agua desionizada lavando la luna y la pared del vaso y agregar 30 ml de solución

extractiva de acetato de amonio; hervir por 5 minutos, añadir agua hirviendo hasta 100 ml y dejar hervir por 15 minutos. Añadir agua caliente hasta 200 ml

2) Titular según el paso 9 descrito en el procedimiento experimental.

$$f = \frac{\text{Peso de plomo metálico}(g)}{\text{gasto de EDTA}(mL)}$$

Donde:

f: factor de la solución de EDTA.

Para la estandarización de la solución de EDTA al 0.025 M. para un determinado peso de plomo electrolítico.

**Tabla 4**

Datos de los estándares de Plomo

Peso del plomo electrolítico (g)	Gasto de la solución (ml)	Factor
0.2001	38.55	0.005
0.1999	38.50	0.005
0.1999	38.50	0.005

**Fuente:** Base de datos SGS del Perú S.A.C

El factor que se utilizará es el promedio de los tres  $f = 0.005$

2.2.2.5 Cálculo de la determinación de Plomo

$$\%Pb = \frac{V_g * f}{W_m} * 100 + \%Pb_{residual}$$

Donde:

- $V_g$ : volumen EDTA gastado (ml)
- f: factor de EDTA =  $\frac{\text{Peso de plomo metálico patrón (g)}}{\text{Volumen de solución EDTA (ml)}}$
- $\%Pb_{residual}$ : porcentaje de plomo residual
- $W_m$ : peso de la muestra (g)
- $\%Pb_{residual}$ : porcentaje de plomo residual

#### 2.2.2.6 Exactitud

##### A) Precisión:

La tolerancia (límite de repetibilidad LRSDr) permisible entre determinaciones de la muestra efectuadas por duplicado no debe ser mayor a 0.52%, en caso contrario se debe repetir el análisis.

##### B) Veracidad:

La tolerancia (límite de reproducibilidad LRSDR) permisible de la determinación de la muestra patrón no debe ser mayor al 0.58% del valor convencionalmente verdadero, caso contrario se repite el análisis.

Cuando se cumpla el criterio de aceptación de exactitud (precisión y veracidad), se procede a reportar el resultado.

#### 2.2.2.7 Cálculo y evaluación de resultados

En esta sección del informe se presenta los resultados de los valores obtenidos en la titulación.

Determinación de : Plomo en la muestra problema.

Método usado : Volumétrico.

Calculo : Realizado en Lims propio de la empresa SGS del Perú S.A.C.

#### Tabla 5

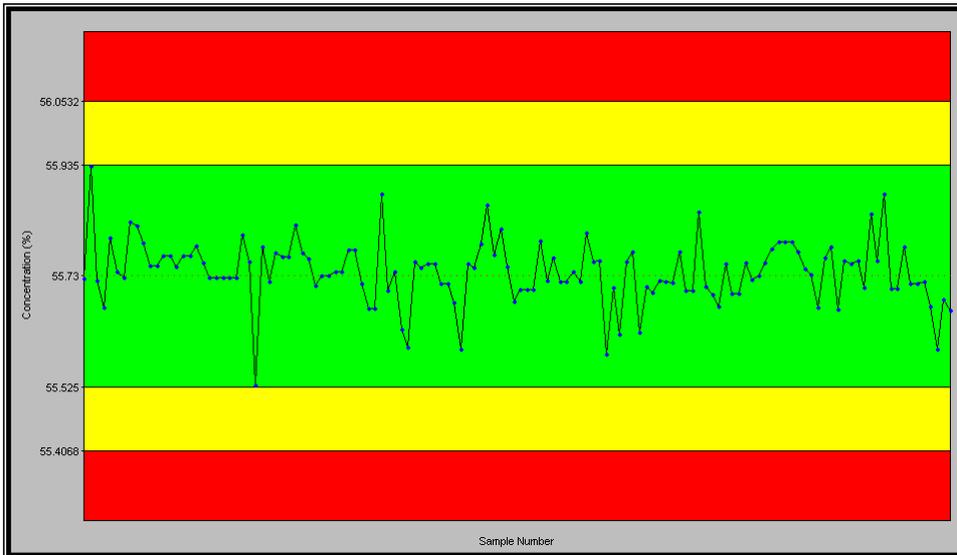
##### Resultados del análisis de Plomo

Muestra MN10052	Peso Muestra W(g)	Gasto EDTA V(ml)	% Pb Residual	Factor de solución EDTA f(g/ml)	%Pb	%Pb Promedio
Unk. 10052	0.2966	36	0.08	0.0052	63.20	63.22
Rep 10052	0.3045	37	0.05	0.0052	63.24	
PBC-2	0.295	36.1	0.06	0.0052	63.69	

Fuente: SGS del Perú S.A.C.

## Figura 22

Gráfico de control del patrón PBC-02



Fuente: SGS del Perú S.A.C.

### Evaluación de resultados:

#### Precisión:

$LRSD_r = 0.52\%$  (Tolerancia de repetibilidad del método)

Calculando la repetibilidad de la muestra:

$$r_{muestra} = \frac{63.22 * 0.52}{100} = 0.33\%$$

diferencia entre muestra y su réplica es:

$$63.20 - 63.24 = 0.04\%$$

Como el valor de la diferencia entre muestra y su réplica (0.04%) es menor a la tolerancia de repetibilidad de la muestra (0.33%), entonces se acepta los resultados de la muestra.

#### Veracidad:

$LRSD_R = 0.58\%$  (Tolerancia de reproducibilidad del método)

$VCV = 63.52\%$  obtenido del certificado de patrón internacional plomo ver (anexo 2)

$$R_{muestra} = \frac{63.52 * 0.58}{100} = 0.37\%$$

Diferencia entre el VCV del patrón y el valor práctico obtenido en el análisis es

$$R_{muestra} = 63.52 - 63.69 = -0.17\%$$

El valor de la diferencia entre el VCV del patrón y el valor práctico 0.17% es menor a la tolerancia de Reproducibilidad del método 0.37%, por lo tanto, se acepta los resultados del patrón

### **Exactitud:**

Siendo el resultado del análisis preciso y veraz se concluye que el resultado es Exacto y se procede a validar la orden MN100052, para su reporte respectivo.

En el caso que no cumpla uno de los parámetros se procede a reanalizar la orden.

## 2.2.3 Determinación volumétrica de Zinc en concentrado de Zinc

### 2.2.3.1 Principio del método

El zinc es determinado por titulación complexométrica con solución de ácido etilendiaminotetraacético, sal disódica dihidrato (EDTA)

### 2.2.3.2 Equipos, reactivos y materiales

#### A) Equipos de protección personal

- Lentes de seguridad.
- Mandil.
- Pantalón antiácido.
- Botas y/o zapatos de seguridad.
- Guantes de Nitrilo.
- Respirador con cartuchos para material particulado P-100.
- Careta.

#### B) Equipos y materiales

- Agitador magnético y soporte universal.
- Balanza analítica; resolución 0.1 mg.
- Potenciómetro.
- Plancha de ataque.
- Lunas de reloj.
- Pinzas para vasos.
- Espátula y pincel.

- Vasos de precipitado de 250 ml.
- Vasos de precipitado de 400 ml.
- Vasos de precipitado de 600 ml o frasco de vidrio de volumen similar.
- Piseta.
- Papel Filtro whatman N° 541 y 42, diámetro 15cm o equivalente.
- Probetas de 25 y 10 ml.
- Embudos, diámetro 8 cm cuello largo.
- Portaembudos.
- Matraz aforado de 100 ml.
- Matraz aforado de 1 L.
- Dispensador de ácidos.
- Bureta de 50 ml, clase A.
- Magneto y varilla magnética.

#### C) Reactivos

- Agua desionizada o agua purificada

Nota: Cuando en el texto se mencione la palabra “agua”, se entenderá que se refiere a agua desionizada o agua purificada.

- Ácido Clorhídrico (HCl, 35% - 38% q.p.)
- Ácido Sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 95% - 98% q.p.)
- Ácido Nítrico (HNO<sub>3</sub>, 65% - 70% q.p.)
- Peróxido de Hidrogeno (30% p.a.)
- Hidróxido de Amonio (NH<sub>4</sub>OH 28% - 30% q.p)
- Cloruro de Amonio (NH<sub>4</sub>Cl p.a.)
- Persulfato de amonio ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> p.a.)
- Solución de ácido acético glacial 1:1 (CH<sub>3</sub>COOH p.a.)
- Anaranjado de Xilenol (C<sub>31</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>4</sub>O<sub>13</sub>S).

Mezclar 1 g de C<sub>31</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>4</sub>O<sub>13</sub>S con 99g de KNO<sub>3</sub>, pulverizar en el mortero y guardar en frasco de vidrio de color ámbar

- Nitrato de potasio
- Solución de ácido etilendiaminotetraacético, sal disódica dihidrato (EDTA) 0.05M

Pesar 18.612 g de  $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ , disolver en agua, diluir a 1L y homogeneizar.

- Zinc metálico, mínimo 99.9%
- Soluciones Buffer de pH 4 y 7
- Solución de tiosulfato de sodio al 10% ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  p.a.)
- Solución de fluoruro de amonio al 5% ( $NH_4F$ , p.a.)
- Solución extractiva de Zinc

Pesar 143 g de  $NH_4Cl$  y disolver en 800 ml de  $NH_4OH$ , llevar a volumen de un litro con agua

- Solución de lavado

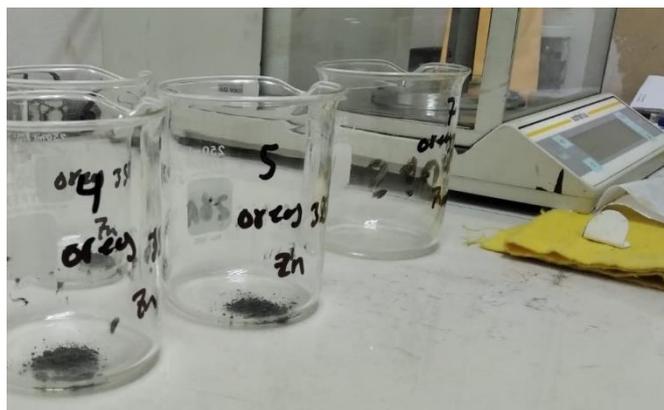
Mezclar 100 ml de solución extractiva y 400 ml de agua caliente

### 2.2.3.3 Procedimiento experimental

- 1) Pesar aproximadamente 0.25 g de muestra en un vaso de precipitado de 250 ml por duplicado. Ver figura 23

#### **Figura 23**

*Pesado de Zinc*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 2) Añadir 10 ml de ácido clorhídrico concentrado, cubrir con una luna de reloj, llevar a la plancha, hasta casi sequedad.
- 3) Agregar 10 ml de ácido nítrico concentrado y calentar hasta pastoso. Ver figura 24

## Figura 24

*Calentamiento hasta pastoso con ácido nítrico*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 4) Retirar, enfriar ligeramente y adicionar 3 ml de ácido sulfúrico concentrado. Calentar hasta desprendimiento de abundantes humos blancos. Continuar sulfatando hasta pastoso y enfriar. Ver figura 25

## Figura 25

*Calentamiento de la muestra hasta desprendimiento de vapores blancos*

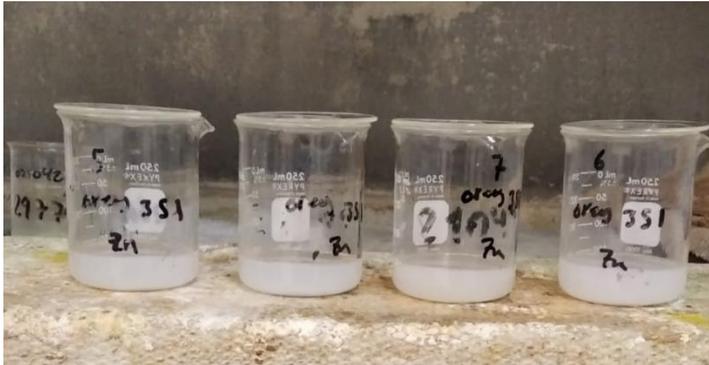


**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 5) Lavar las paredes del vaso y la luna de reloj con agua desionizada, diluir hasta un volumen de 50 ml. Calentar hasta ebullición.
- 6) Retirar de la plancha y enfriar. Ver figura 26

## Figura 26

### Enfriamiento



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 7) Filtrar cuidadosamente por el borde del embudo hasta vaciado total para realizar el lavado con pizeta de punta fina (cuatro veces según la técnica; utilizando para esto un vaso de precipitado de 400 ml) y lavar el precipitado con porciones de agua fría hasta un volumen aproximado de 150 ml. Desechar el papel filtro. Ver figura 27

## Figura 27

### Primera filtración



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 8) Adicionar 10 ml de ácido clorhídrico y 2 ml de  $H_2O_2$  para oxidar el Hierro y calentar para eliminar el peróxido y reducir hasta un volumen de 100 ml. dejar enfriar y flocular con 1 g de persulfato de amonio (para precipitar el manganeso) y 60 ml de solución extractiva (para precipitar el hierro), hervir a temperatura moderada por 15 minutos. Ver figuras 28 y 29

**Figura 28**

*Eliminando el peróxido*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Figura 29**

*Muestras de Zinc con precipitado de Manganeso y hierro hirviendo 10 minutos*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 9) Enfriar y filtrar en papel Whatman N° 541 o equivalente, recibiendo el filtrado en vasos de 600 ml o frascos de vidrio de volumen similar. Lavar el vaso y el precipitado con solución de lavado caliente hasta aproximadamente 200 ml. Finalmente lavar con agua caliente hasta completar un volumen aproximado de 300 ml. Retirar el filtrado y añadir 20 ml de solución de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (1:1). Ver figura 30

**Figura 30**

*Segunda filtración*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 10) El precipitado obtenido se disuelve en caliente con solución de ácido clorhídrico al 10% recibiendo la solución en un matraz aforado de 100 ml y enviar la solución al área de instrumental inorgánica para su lectura como zinc residual en el equipo de absorción atómica. Ver figura 31

**Figura 31**

*Disolución de precipitado*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 11) Al filtrado se le regula el pH a 5.3 +/- 0.1 usando solución de CH<sub>3</sub>COOH 1:1 y NH<sub>4</sub>OH, se enmascara el hierro con 2.5 ml de fluoruro de amonio al 5%, se enmascara el Cu con 20 ml de solución de tiosulfato de sodio al 10%. Ver figuras 32 y 33

**Figura 32**

*Regulación de pH*



**Fuente:** SGS del Perú

**Figura 33**

*Enmascaramiento*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

- 12) Agregar el indicador anaranjado de xilenol hasta coloración grosella y titular con solución de EDTA 0.05 M hasta viraje amarillo. Ver figuras 34 – 36.

**Figura 34**

*Muestra con indicador anaranjado de xilenol*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Figura 35**

*Empezando el cambio de viraje*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Figura 36**

*Titulación hasta viraje amarillo*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

13) Anotar el gasto de titulante y reportar.

#### 2.2.3.4 Estandarización de la solución EDTA 0.05M.

- 1) Pesar por triplicado aproximadamente 0.15 g de zinc metálico pureza mínima de 99.9% en un vaso de 400 ml cubrir con una luna de reloj, añadir 10 ml de ácido clorhídrico, llevar a plancha hasta pastoso luego retomar con 150 ml de agua y 20 ml de solución extractiva de zinc hervir por 5 minutos. Retirar, agregar 10 ml de CH<sub>3</sub>COOH y enfriar.
- 2) Regular el pH a 5.3 añadir indicador anaranjado de xilenol y titular con solución de EDTA 0.05M para su respectiva estandarización.

$$f = \frac{\text{Peso de zinc metalico}(g)}{\text{gasto de EDTA}(ml)}$$

Donde:

f: factor de la solución de EDTA.

Para la estandarización de la solución de EDTA al 0.05 M para un determinado peso de zinc electrolítico.

**Tabla 6**

*Datos de los estándares de zinc*

Peso del Zinc electrolítico (g)	Gasto de la solución (ml)	Factor
0.1500	45.80	0.0033
0.1502	45.85	0.0033
0.1500	45.80	0.0033

**Fuente:** SGS del Perú S.A.C

El Factor que se utilizará es el promedio de los tres  $f = 0.0033$

#### 2.2.3.5 Cálculo de la determinación de zinc

$$\%Zn = \frac{(V_1 - V_2) * f}{W_m} * 100 + \%Zn_R$$

Donde:

V<sub>1</sub>: Volumen EDTA gastado (ml).

V<sub>2</sub>: Volumen de EDTA equivalente a gasto de Cd = (W x % Cd) / 0.562

$$f: \text{Factor de EDTA} = \frac{\text{Peso de zinc metálico patrón (g)}}{\text{Volumen de solución EDTA gastado (ml)}}$$

%Cd: Contenido de cadmio en la muestra, determinado por espectrofotometría de absorción atómica.

$W_m$ : Peso de la muestra (g).

%Zn<sub>R</sub>: Porcentaje de zinc residual.

#### 2.2.3.6 Exactitud

##### A) Precisión:

La tolerancia (límite de repetibilidad LRSDr) permisible entre determinaciones de la muestra efectuadas por duplicado no debe ser mayor a 0.39%, en caso contrario se debe repetir el análisis.

##### B) Veracidad:

La tolerancia (límite de reproducibilidad LRSDR) permisible de la determinación de la muestra patrón no debe ser mayor al 0.45% del valor convencionalmente verdadero, caso contrario se repite el análisis.

Cuando se cumpla el criterio de aceptación de exactitud (precisión y veracidad), se procede a reportar el resultado.

#### 2.2.3.7 Cálculo y evaluación de resultados

En esta sección del informe se presenta los resultados de los valores obtenidos en la titulación.

Determinación de : Zinc en la muestra problema.

Método usado : Volumétrico.

Calculo : Realizado en Lims propio de la empresa SGS del Perú S.A.C.

**Tabla 7**

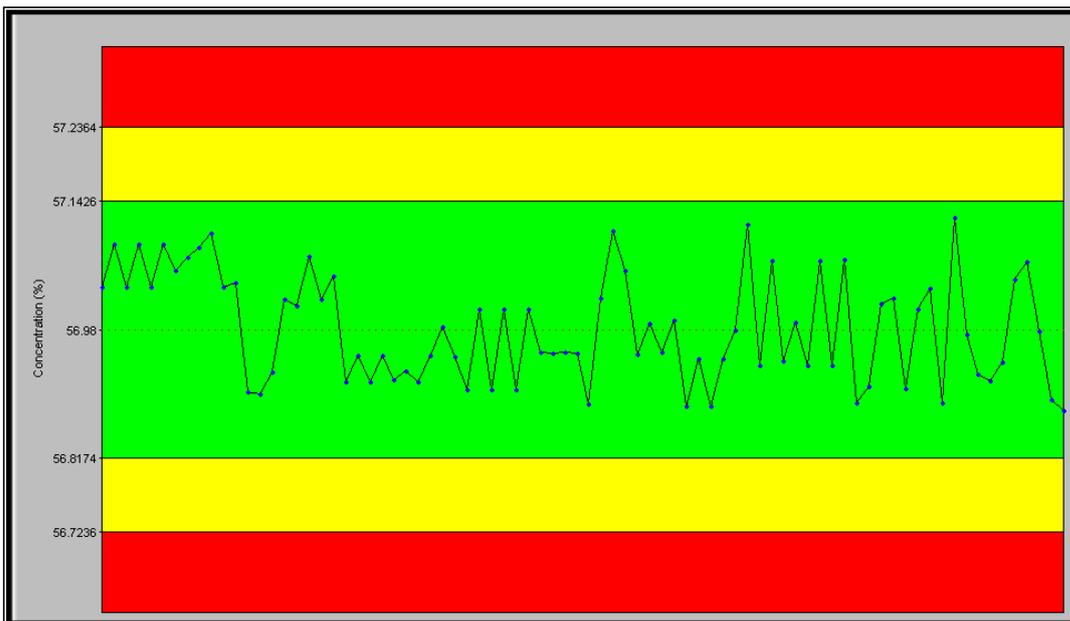
*Resultados del análisis de Zinc*

Muestra MN900003	Peso Muestra W(g)	Gasto EDTA V(ml)	%Zn Residual	%Cd	V de Cd (ml)	Factor de solución EDTA f(g/ml)	%Zn	%Zn promedio
Unk 900003	0.2498	42.95	0.08	0.52	0.23	0.0033	56.52	56.56
Rep 900003	0.253	43.6	0.05	0.53	0.24	0.0033	56.61	
Pat CZN-3	0.2499	38.6	0.06	0.12	0.03	0.0033	50.99	

**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Figura 37**

*Gráfica control del patrón CZN-3*



**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Evaluación de resultados:**

**Precisión:**

LRSD<sub>r</sub> = 0.39% (Tolerancia de repetibilidad del método)

Calculando la repetibilidad de la muestra:

$$r_{muestra} = \frac{56.52 * 0.39}{100} = 0.22\%$$

Diferencia entre muestra y su réplica es:

$$56.52 - 56.61 = 0.09\%$$

Como el valor de la diferencia entre muestra y su réplica (0.09%) es menor a la tolerancia de repetibilidad de la muestra (0.22%), entonces se acepta los resultados de la muestra.

**Veracidad:**

$LRSD_R = 0.45\%$  (Tolerancia de reproducibilidad del método)

$VCV = 50.92\%$  obtenido del certificado de patrón internacional Zinc (ver anexo 3)

$$R_{muestra} = \frac{50.92 * 0.45}{100} = 0.22\%$$

Diferencia entre el VCV del patrón y el valor práctico obtenido en el análisis es

$$R_{muestra} = 50.92 - 50.99 = -0.07\%$$

El valor de la diferencia entre el VCV del patrón y el valor práctico 0.07% es menor a la tolerancia de Reproducibilidad del método 0.22%, por lo tanto, se acepta los resultados del patrón

**Exactitud:**

Siendo el resultado del análisis preciso y veraz se concluye que el resultado es Exacto y se procede a validar la orden MN900003, para su reporte respectivo. En el caso que no cumpla uno de los parámetros se procede a reanalizar la orden.

### III APORTES REALIZADOS

#### 3.1 Mejora del análisis de concentrado de Cobre: Cobre – Método Volumétrico

- a. Objetivo: Reemplazar el agua de bromo por  $H_2O_2$ .
- b. Alcance: Determinación de cobre (por método volumétrico) en concentrado de cobre cuyo contenido se encuentre entre 10% a 55%.

El Bromo, por ser un elemento corrosivo es difícil de encontrar en el mercado y además es un reactivo peligroso; razón por la que se consideró necesario reemplazar este reactivo por el Peróxido de Hidrógeno que ofrece los mismos resultados, presenta una mayor disponibilidad en el mercado y un menor costo.

#### 3.2 Preparación de materiales de referencia internos (MRI)

- a. Objetivo: Reemplazar los materiales de referencia certificados (MRC) por materiales de referencia internos (MRI).
- b. Alcance: Para ser usado en los análisis de rutina en los concentrados minerales.

Los materiales de referencia certificados (MRC), usados en los análisis como patrones para verificar la veracidad de los resultados en los análisis de rutina se pueden reemplazar por materiales de referencia internos (MRI). Estos patrones son validados mediante pruebas interlaboratorios y ofrecen los mismos resultados a un menor costo y mayor disponibilidad.

Se prepararon los tres tipos de concentrados: de cobre, plomo y zinc para ser usadas aproximadamente en un año.

En este caso paso se prepararon 65 sobres de 100 gramos cada uno de cada tipo de concentrado polimetálico, se analizaron en el laboratorio y se envió a 5 laboratorios competentes para realizar una prueba interlaboratorios.

Los materiales de referencia certificados presentan un costo de aproximadamente \$600 para una presentación de 200 gramos mientras que el material de referencia interno preparado en el área de preparación de muestras el costo es de aproximadamente \$39 para 200 gramos observándose un ahorro sustancial al remplazar los materiales de referencia certificados por materiales de referencia internos.

Se muestra en el cuadro resumen los costos para obtener los materiales de referencia internos.

**Tabla 8***Costo de preparación de material de referencia interno (MRI)*

<b>Costo</b>	<b>Unidad</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Sub total</b>
<b>Preparación de material de referencia interna (MRI)</b>	USD 5.00	65	USD 325.00
<b>Análisis en laboratorio</b>	USD 10.00	65	USD 650.00
<b>Análisis interlaboratorios</b>	USD 60.00	5	USD 300.00
		<b>Total (6500g)</b>	<b>USD 1,275.00</b>

Para 2 sobres de 100g que equivale a 200g se tiene un costo aproximado de \$39.23, el costo de 200g de material de referencia certificado (MRC) es aproximadamente \$600. Por lo tanto, se tiene un ahorro aproximado de \$560 por cada 200g de patrón.

## IV DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

### 4.1 Evaluación y Discusión de resultados

#### 4.1.1 Estudio comparativo para reemplazo del bromo por H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

En el estudio para reemplazo del bromo por H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> se utilizó la t pareada, se han aplicado ambos métodos a 8 muestras cubriendo un amplio intervalo de concentración. Se han realizado 10 réplicas por cada nivel de concentración de cobre.

Se comparó los resultados del método revisión 8 con el método propuesto revisión 9 y se evaluó los resultados obtenidos de manera global mediante la aplicación del método test de Student de muestras apareadas.

#### **Estadística usada: Método test de Student**

En cada cuadro comparativo se halló el t (test de student)

$$t = \bar{d} \times \frac{\sqrt{n}}{Sd}$$

Donde:

t= test de student

n= tamaño de la muestra

$\bar{d}$ = diferencia de los valores medios obtenidos

Sd= desviación estándar de la diferencia de los valores medios obtenidos

**Tabla 9***Datos experimentales de la muestra 1*

<b>Muestra 1</b>			
	<b>REV. 08</b>	<b>REV. 09</b>	
	<b>Con 20 ml Agua de Bromo</b>	<b>Con 5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	<b>Diferencia</b>
	25.85	25.88	-0.030
	25.88	25.90	-0.020
	25.90	25.88	0.020
	25.91	25.88	0.030
<b>Cu %</b>	25.89	25.85	0.040
	25.85	25.80	0.055
	25.82	25.88	-0.055
	25.88	25.92	-0.039
	25.83	25.91	-0.077
	25.85	25.87	-0.016
<b>Promedio</b>	<b>25.87</b>	<b>25.88</b>	<b>-0.009</b>
<b>Desv. Estd</b>	<b>0.03</b>	<b>0.03</b>	<b>0.044</b>

**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.**Tabla 10***Datos experimentales de la muestra 2*

<b>Muestra 2</b>			
	<b>REV. 08</b>	<b>REV. 09</b>	
	<b>Con 20 ml Agua de Bromo</b>	<b>Con 5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	<b>Diferencia</b>
	26.63	26.66	-0.030
	26.59	26.59	0.000
	26.63	26.63	0.000
	26.68	26.60	0.080
<b>Cu %</b>	26.65	26.63	0.020
	26.56	26.66	-0.102
	26.59	26.68	-0.092
	26.63	26.61	0.020
	26.69	26.66	0.034
	26.57	26.63	-0.055
<b>Promedio</b>	<b>26.62</b>	<b>26.64</b>	<b>-0.012</b>
<b>Desv. Estd</b>	<b>0.04</b>	<b>0.03</b>	<b>0.057</b>

**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Tabla 11***Datos experimentales de la muestra 3*

<b>Muestra 3</b>			
	<b>REV. 08</b>	<b>REV. 09</b>	
	<b>Con 20 ml Agua de Bromo</b>	<b>Con 5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	<b>Diferencia</b>
<b>Cu %</b>	24.59	24.64	-0.050
	24.50	24.53	-0.030
	24.62	24.52	0.100
	24.54	24.59	-0.050
	24.56	24.52	0.040
	24.59	24.61	-0.020
	24.62	24.59	0.030
	24.62	24.51	0.110
	24.59	24.65	-0.060
	24.57	24.62	-0.050
<b>Promedio</b>	<b>24.58</b>	<b>24.58</b>	<b>0.002</b>
<b>Desv. Estd</b>	<b>0.04</b>	<b>0.05</b>	<b>0.064</b>

**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.**Tabla 12***Datos experimentales de la muestra 4*

<b>Muestra 4</b>			
	<b>REV. 08</b>	<b>REV. 09</b>	
	<b>Con 20 ml Agua de Bromo</b>	<b>Con 5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	<b>Diferencia</b>
<b>Cu %</b>	18.92	18.98	-0.060
	18.96	19.00	-0.040
	18.92	18.89	0.030
	18.95	18.96	-0.010
	18.95	18.92	0.030
	19.01	19.00	0.010
	18.91	19.00	-0.090
	18.95	18.98	-0.030
	18.92	18.85	0.072
	18.94	18.92	0.020
<b>Promedio</b>	<b>18.94</b>	<b>18.95</b>	<b>-0.007</b>
<b>Desv. Estd</b>	<b>0.03</b>	<b>0.05</b>	<b>0.049</b>

**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Tabla 13***Datos experimentales de la muestra 5*

<b>Muestra 5</b>			
	<b>REV. 08</b>	<b>REV. 09</b>	
	<b>Con 20 ml Agua de Bromo</b>	<b>Con 5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	<b>Diferencia</b>
<b>Cu %</b>	27.18	27.21	-0.030
	27.21	27.14	0.070
	27.14	27.17	-0.030
	27.14	27.16	-0.020
	27.20	27.25	-0.041
	27.26	27.17	0.096
	27.23	27.20	0.026
	27.13	27.21	-0.080
	27.22	27.21	0.008
	27.12	27.24	-0.113
<b>Promedio</b>	<b>27.19</b>	<b>27.20</b>	<b>-0.011</b>
<b>Desv. Estd</b>	<b>0.05</b>	<b>0.03</b>	<b>0.064</b>

**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.**Tabla 14***Datos experimentales de la muestra 6*

<b>Muestra 6</b>			
	<b>REV. 08</b>	<b>REV. 09</b>	
	<b>Con 20 ml Agua de Bromo</b>	<b>Con 5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	<b>Diferencia</b>
<b>Cu %</b>	22.50	22.47	0.030
	22.49	22.53	-0.040
	22.53	22.54	-0.010
	22.50	22.49	0.010
	22.50	22.54	-0.040
	22.49	22.49	0.000
	22.49	22.50	-0.010
	22.50	22.51	-0.010
	22.48	22.52	-0.040
	22.49	22.50	-0.010
<b>Promedio</b>	<b>22.50</b>	<b>22.51</b>	<b>-0.012</b>
<b>Desv. Estd</b>	<b>0.01</b>	<b>0.02</b>	<b>0.023</b>

**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Tabla 15***Datos experimentales de la muestra 7*

<b>Muestra 7</b>			
	<b>REV. 08</b>	<b>REV. 09</b>	
	<b>Con 20 ml Agua de Bromo</b>	<b>Con 5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	<b>Diferencia</b>
	10.46	10.45	0.010
	10.46	10.45	0.010
	10.42	10.43	-0.010
	10.45	10.46	-0.010
<b>Cu %</b>	10.49	10.46	0.030
	10.44	10.47	-0.030
	10.47	10.45	0.020
	10.47	10.45	0.020
	10.45	10.42	0.030
	10.43	10.40	0.030
<b>Promedio</b>	<b>10.45</b>	<b>10.44</b>	<b>0.010</b>
<b>Desv. Estd</b>	<b>0.02</b>	<b>0.02</b>	<b>0.021</b>

**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.**Tabla 16***Datos experimentales de la muestra 8*

<b>Muestra 8</b>			
	<b>REV. 08</b>	<b>REV. 09</b>	
	<b>Con 20 ml Agua de Bromo</b>	<b>Con 5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	<b>Diferencia</b>
	54.79	54.74	0.050
	54.85	54.72	0.130
	54.80	54.81	-0.010
	54.80	54.85	-0.050
<b>Cu %</b>	54.77	54.80	-0.030
	54.75	54.80	-0.050
	54.83	54.76	0.070
	54.86	54.80	0.060
	54.78	54.84	-0.060
	54.82	54.81	0.010
<b>Promedio</b>	<b>54.805</b>	<b>54.793</b>	<b>0.012</b>
<b>Desv. Estd</b>	<b>0.035</b>	<b>0.041</b>	<b>0.063</b>

**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.

**Tabla 17***Cuadro resumen de resultados*

<b>Cuadro Resumen de Resultados</b>			
	<b>REV. 08</b>	<b>REV. 09</b>	
	<b>Con 20 ml Agua de Bromo</b>	<b>Con 5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	<b>Diferencia</b>
<b>Muestra 1</b>	25.87	25.88	-0.009
<b>Muestra 2</b>	26.62	26.64	-0.012
<b>Muestra 3</b>	24.58	24.58	0.002
<b>Muestra 4</b>	18.94	18.95	-0.007
<b>Muestra 5</b>	27.19	27.20	-0.011
<b>Muestra 6</b>	22.50	22.51	-0.012
<b>Muestra 7</b>	10.45	10.44	0.010
<b>Muestra 8</b>	54.805	54.793	0.012
<b>Promedio</b>	<b>26.37</b>	<b>26.37</b>	<b>-0.003</b>
<b>Desv. Estandar</b>	<b>12.74</b>	<b>12.74</b>	<b>0.010</b>

**Fuente:** SGS del Perú S.A.C.Hipótesis:  $H_0 \mu_d = 0, md = 0,$  md, media de las diferenciasHipótesis:  $H_a \mu_d \neq 0$ 

$$t = \bar{d} \times \frac{\sqrt{n}}{Sd}$$

$$\bar{d} = -0.003$$

$$Sd = 0.010$$

$$n = 8$$

$$t = -0.9769$$

**Numero de grados de libertad = 7**

Para un nivel de Confianza del 95% t tablas: 2.365

El valor calculado de t es inferior al t tablas (ver anexo 7). Se acepta la hipótesis nula, es decir no hay diferencia significativa entre los resultados de ambos métodos.

**4.1.2 Reducción del costo por reemplazo del reactivo Bromo por H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**

El bromo es un reactivo cuyo costo es de aproximadamente 298 \$/L y el costo del Peróxido de Hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) es de 10 \$/L.

Se muestra en el cuadro resumen los costos del reactivo que involucran ambos métodos.

**Tabla 18**

*Costos del reactivo que involucran ambos métodos*

<b>Costos del reactivo que involucran ambos métodos</b>	
<b>Costo de agua de bromo por muestra</b>	\$ 0.72
<b>Costo de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> por muestra</b>	\$ 0.20
<b>Ahorro por muestra</b>	\$ 0.52
<b>Cantidad de muestras mensuales</b>	1800
<b>(unidades)</b>	
<b>Ahorro mensual</b>	\$ 936.00
<b>Ahorro anual proyectado</b>	\$ 11,232.00

#### 4.2 Conclusiones

1) Durante la experiencia profesional que adquirí en la determinación volumétrica de cobre, plomo y zinc en minerales concentrados, el proceso de análisis se realiza de acuerdo al procedimiento de ensayo correspondiente el cual se encuentra disponible para los analistas, de esta manera se evita cometer errores en los análisis y generar sobrecostos. Los métodos volumétricos utilizados para determinar los elementos mayoritarios en los concentrados son confiables siempre y cuando se siga estrictamente el método. Es importante que antes de empezar los análisis se controlen los equipos involucrados en el proceso y se registren los parámetros para asegurar que cumplen los criterios de aceptación establecidos para su uso. También se debe controlar la calidad del agua que se emplea en el laboratorio porque ejerce una gran influencia en la calidad de los resultados, el grado que utiliza el laboratorio es de grado 3 clasificación de acuerdo a su característica fisicoquímica NC-ISO 3696: 2004, que es una calidad adecuada para los análisis.

Las No Conformidades detectadas en el ensayo se toman como oportunidades de mejora continua. Como parte de mejora del análisis de Cu, se sustituyó el bromo por el peróxido de hidrógeno que también es oxidante asegurando así trabajar con un reactivo que no presenta problemas en su logística y reduciendo costos en el proceso.

2) La determinación de la concentración de cobre, plomo y zinc en concentrados polimetálicos por volumetría cuenta con cuatro pasos definidos: pesado, digestión, filtración y titulación con el fin de gestionar adecuadamente el proceso; excepto la

determinación de cobre que no requiere filtración, razón por la que presenta mejor precisión en sus resultados que pueden ser por duplicado o triplicado. En la determinación de zinc, los agentes de enmascaramiento tienen un papel muy importante del poder selectivo en la valoración con EDTA, el cobre es enmascarado con tiosulfato de sodio al 10%; los elementos aluminio, berilio, hierro, calcio y magnesio son enmascarados con fluoruro de amonio al 5%. Para la determinación de cobre se empleó el método yodométrico, y para las determinaciones de plomo y zinc se utilizó el método complexométrico, con resultados precisos y veraces trazables a un patrón internacional.

- 3) El proceso analítico por el cual se somete a las muestras a un tratamiento determinado a partir de la cual obtenemos resultados, no termina ahí, si no que se requiere realizar una evaluación de los resultados analíticos obtenidos con vista a proceder a emitir los informes de ensayo. No hay errores de cálculo ya que se realizan en el sistema con esquemas que ya han sido previamente validados. Los resultados se evalúan de acuerdo a las precisiones (de repetibilidad y reproducibilidad) y veracidades establecidas por el sistema de aseguramiento de calidad del laboratorio, la veracidad debe ser trazable a un patrón de control; también puede ser abordado considerando tendencias observando los gráficos de control, naturaleza de la muestra si presentan dispersión de resultados, o resultados no correspondan al tipo de concentrado declarado por el cliente.

Los resultados analíticos contenidos en los informes de ensayo son importantes en el comercio de los minerales concentrados y un error en el proceso de análisis puede generar pérdidas financieras al cliente, por lo que debemos asegurar la calidad de nuestros resultados. los resultados obtenidos son importantes.

## V RECOMENDACIONES

- 1) Se debe garantizar la manipulación de las sustancias químicas, el almacenamiento y la eliminación adecuada de residuos.
- 2) La seguridad es importante y es por eso que se recomienda el uso de equipos de protección personal, familiarizarse con el equipo contra incendio y la localización y uso de duchas de seguridad.
- 3) A fin de obtener resultados precisos, se recomienda homogenizar la muestra para que los análisis duplicados presenten dispersión dentro de la tolerancia del método.
- 4) La balanza debe ubicarse de tal manera que se encuentre libre de vibraciones y deberá calibrarse según programa establecido.
- 5) Cuando se cometen errores sobre los registros, cada error debe ser tachado, sin borrar ni deteriorar su legibilidad, e ingresar el valor corregido al lado. Todas las alteraciones a los registros deben ser firmadas por la persona que realiza la corrección. En el caso de registros almacenados en forma electrónica, se deben tomar medidas similares para evitar pérdida o cambio de los datos originales.
- 6) El laboratorio debe periódicamente realizar auditorías internas de sus actividades para verificar que sus operaciones continúan cumpliendo con los requisitos del sistema de calidad con el fin de asegurar la consistencia y eficacia del sistema de la calidad.
- 7) Para permitir una comparación confiable de los resultados obtenidos en los distintos laboratorios que son la base de decisiones, que pueden afectar a la economía, a la salud o al medio ambiente, deben usarse métodos analíticos normalizados o validados, junto con la aplicación de sistemas de aseguramiento de la calidad.
- 8) Es recomendable que los laboratorios analíticos trabajen con un sistema de gestión de calidad con el objetivo estratégico de alcanzar una mayor competitividad y mantenerlo en el tiempo.
- 9) En la rutina de trabajo se pueden usar materiales de referencia internos (MRI) que reemplazan a los materiales de referencia certificados (MRC). Los MRI deben

validarse frente a materiales de referencia certificados o mediante pruebas interlaboratorios.

## **VI BIBLIOGRAFIA**

- Douglas A. Skoog y Donald M. West (2002). Introducción a la Química Analítica. Editorial Reverté S.A.
- Alfonso Clavijo Díaz (2002). Fundamentos de química analítica. Universidad Nacional de Colombia Sede Bogotá.
- Ramón Compañó Beltrán y Ángel Ríos Castro (2002). Garantía de la Calidad en los laboratorios analíticos. Editorial Síntesis.
- Francisco Bermejo Martínez (1991). Química analítica general, cuantitativa e instrumental Vol.1. Editorial Paraninfo.
- James N. Miller y Jane C. Miller (2002). Estadística y Quimiometría para Química Analítica. Editorial Prentice Hall.
- Valdivia-Medina, Rodes Yanet; Pedro-Valdés, Sandra; Laurel-Gómez, Maylin (2010). Agua para uso en laboratorios. Boletín Científico Técnico INIMET, núm. 1, pp. 3-10 Instituto Nacional de Investigaciones en Metrología Ciudad de la Habana, Cuba.
- Douglas A. Skoog, Donald M. West, F. James Holler y Stanley R. Crouch (2005). Fundamentos de Química Analítica 8va edición. Thomson
- David L. Hinkamp (1998). Enciclopedia de salud y seguridad en el trabajo. Gestión editorial Chantal Dufresne, BA
- Pablo del Águila, Martín Martínez y Fernando Regalado (2017). Revista moneda. Banco Central de Reserva del Perú.
- Kevin Gershy-Damet\* y Miguel Saldarriaga (2019). Revista moneda. Banco Central de Reserva del Perú.
- Séamus P. J. Higson (2007). Química analítica. Editorial McGraw-Hill Interamericana.
- Daniel C. Harris (2016). Análisis químico cuantitativo. Editorial Reverté.
- Marisela Luzardo (2006). Química analítica para ingenieros químicos. Universidad Nacional Experimental Politécnica Antonio José de Sucre (UNEXPO).
- <https://www.ejemplos.co/de-donde-se-obtiene-el-plomo/>, artículo web, consultada el día 15 de agosto de 2021.

[https://www.minem.gob.pe/\\_detalle.php?idSector=1&idTitular=159&idMenu=sub149&idCateg=159](https://www.minem.gob.pe/_detalle.php?idSector=1&idTitular=159&idMenu=sub149&idCateg=159), artículo web, consultada el día 15 de agosto de 2021.

## **ANEXOS**

ANEXO 1: Certificado de análisis del patrón internacional de Cobre.

ANEXO 2: Certificado de análisis del patrón internacional de Plomo.

ANEXO 3: Certificado de análisis del patrón internacional de Zinc.

ANEXO 4: Diagrama de Proceso y Aseguramiento de la Calidad Determinación de Cobre por Volumetría.

ANEXO 5: Diagrama de Proceso y Aseguramiento de la Calidad Determinación de Plomo por Volumetría.

ANEXO 6: Diagrama de Proceso y Aseguramiento de La Calidad Determinación de Zinc por volumetría.

ANEXO 7: La distribución t.

**ANEXO 1.** Certificado de análisis del patrón internacional de Cobre.



**CCRMP**  
Canadian Certified Reference Materials Project  
CCRMET Mining and Mineral Sciences Laboratories  
355 Booth Street, Ottawa, Ontario, Canada K1A 0G1  
Tel.: (613) 995-4738, Fax: (613) 943-0573  
E-mail: ccrmp@mincon.gc.ca  
www.ccrmp.ca

**PCMRC**  
Projet canadien de matériaux de référence certifiés  
Laboratoires des mines et sciences minières de CCMMET  
355, rue Booth, Ottawa (Ontario) Canada K1A 0G1  
Tel.: (613) 995-4738, Téléc.: (613) 943-0573  
Courriel : pcmrc@mincon.gc.ca  
www.pcmrc.ca

# Certificate of Analysis

First issued: November 2000

Updated: January 2006

## CCU-1c

Copper Concentrate Certified Reference Material

**Table 1 - CCU-1c Certified Values**

Element	Unit	Mean	Within-Lab Standard Deviation	Between-Lab Standard Deviation	95% confidence limit
Arsenic	µg/g	34	4	9	± 6
Cadmium	µg/g	136	5	12	± 6
Calcium Oxide	%	0.15	0.02	0.02	± 0.01
Carbon	%	0.09	0.01	0.02	± 0.01
<b>Copper</b>	<b>%</b>	<b>25.62</b>	<b>0.07</b>	<b>0.12</b>	<b>± 0.05</b>
Gold	µg/g	4.94	0.29	0.22	± 0.13
Iron	%	29.34	0.48	.68	± 0.28
Magnesium Oxide	%	1.02	0.04	0.06	± 0.04
Manganese	%	0.012	0.002	0.002	± 0.001
Molybdenum	µg/g	20	2	5	± 4
Selenium	µg/g	107	16	23	±15
Silicon Dioxide	%	2.52	0.07	0.16	± 0.10
Silver	µg/g	129	2	5	± 2
Sulphur	%	33.3	0.2	0.5	± 0.3
Zinc	%	3.99	0.08	0.19	± 0.07

**SOURCE**

CCU-1c is a copper flotation concentrate prepared from ore from the Ruttan mine, Lynn Lake, Manitoba, and donated by Hudson Bay Mining and Smelting, Flin Flon, Manitoba, Canada.

## ANEXO 2. Certificado de análisis del patrón internacional de Plomo.



**CCRMP**  
Canadian Certified Reference Materials Project

CANMET Mining and Mineral Sciences Laboratories  
555 Booth Street, Ottawa, Ontario, Canada K1A 0G1  
Tel.: (613) 995-4738, Fax: (613) 943-0573  
E-mail: ccrmp@nrcan.gc.ca  
www.ccrmp.ca

**PCMRC**  
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Laboratoires des mines et sciences minières de CANMET  
555, rue Booth, Ottawa (Ontario) Canada K1A 0G1  
Tél. : (613) 995-4738, Téléc. : (613) 943-0573  
Courriel : pcmrc@nrcan.gc.ca  
www.pcmrc.ca

# Certificate of Analysis

First issued: March 2008

Version: March 2008

## CPB-2

Certified Reference Material for Lead Concentrate

Table 1 – CPB-2 Certified Values

Element	Units	Mean	Within-lab Standard Deviation	Between-labs Standard Deviation	95% Confidence Interval of Mean
Al	%	0.074	0.005	0.013	0.010
Cd	%	0.0167	0.0011	0.0017	0.0013
Cu	%	0.1213	0.0031	0.0059	0.0040
Fe	%	7.065	0.043	0.074	0.056
Mg	%	0.0683	0.0035	0.0059	0.0042
Pb	%	63.52	0.10	0.10	0.06
Zn	%	6.04	0.08	0.13	0.08

## ANEXO 3. Certificado de análisis del patrón internacional de Zinc.



**CCRMP**  
Canadian Certified Reference Materials Project

CANMET Mining and Mineral Sciences Laboratories  
555 Booth Street, Ottawa, Ontario, Canada K1A 0G1  
Tel.: (613) 995-4738, Fax: (613) 943-0573  
E-mail: ccrmp@nrcan.gc.ca  
www.ccrmp.ca

**PCMRC**  
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Laboratoires des mines et sciences minières de CANMET  
555, rue Booth, Ottawa (Ontario) Canada K1A 0G1  
Tél.: (613) 995-4738, Téléc.: (613) 943-0573  
Courriel: pcmrc@nrcan.gc.ca  
www.pcmrc.ca

# Certificate of Analysis

First issued: November 1996

Last revision: August 1997

## CZN-3

### Zinc Concentrate Reference Material

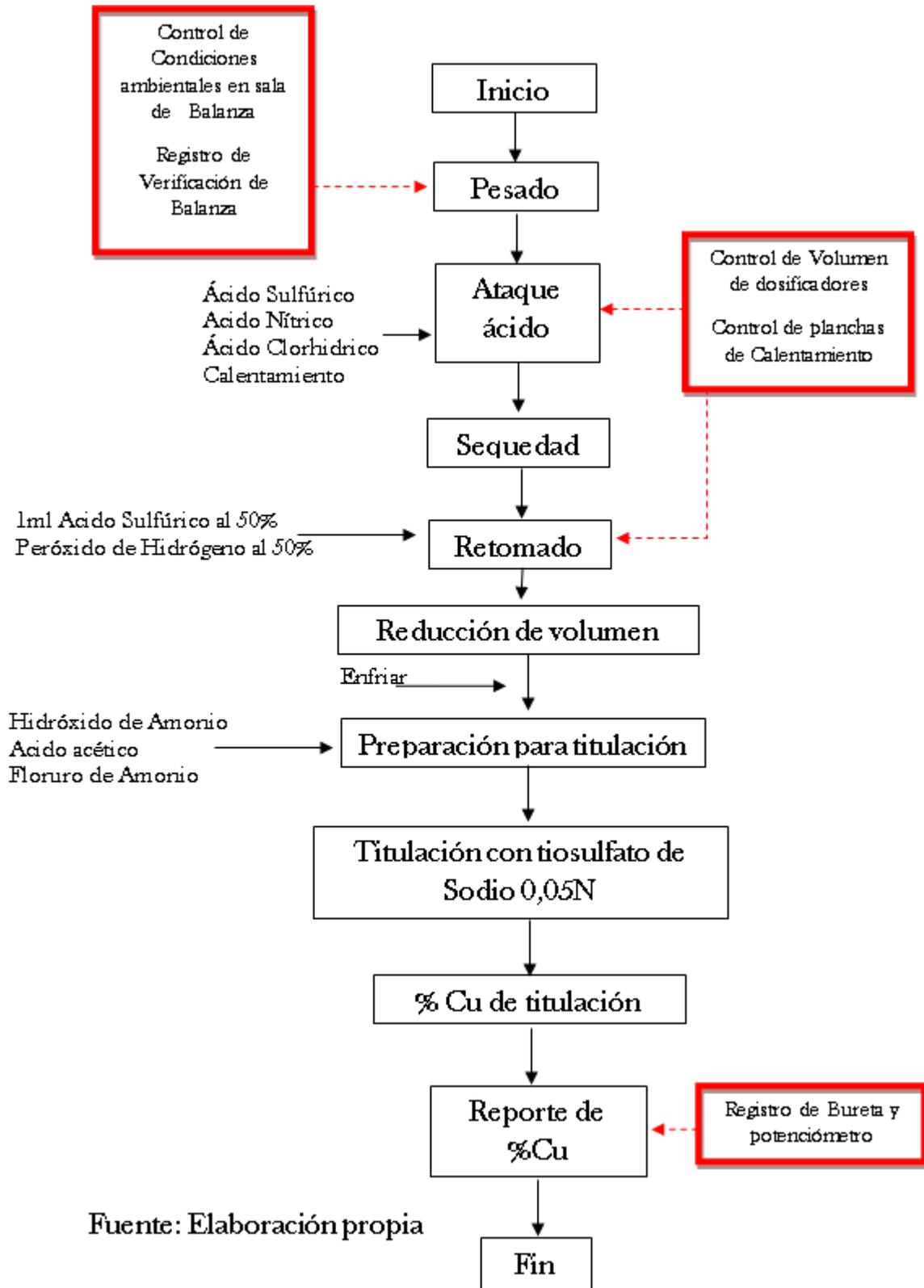
**Certified Values and  
95% Confidence Intervals**

Constituent	Certified Value	95% C.I.
Ag	45 µg/g	± 2 µg/g
As	0.039 %	± 0.003 %
Ca	0.058 %	± 0.005 %
Cd	0.248 %	± 0.003 %
Co	0.009 %	± 0.001 %
Cu	0.685 %	± 0.008 %
Fe	9.97 %	± 0.08 %
Mg	0.051 %	± 0.001 %
Pb	0.113 %	± 0.003 %
S	31.6 %	± 0.4 %
Zn	50.92 %	± 0.08 %

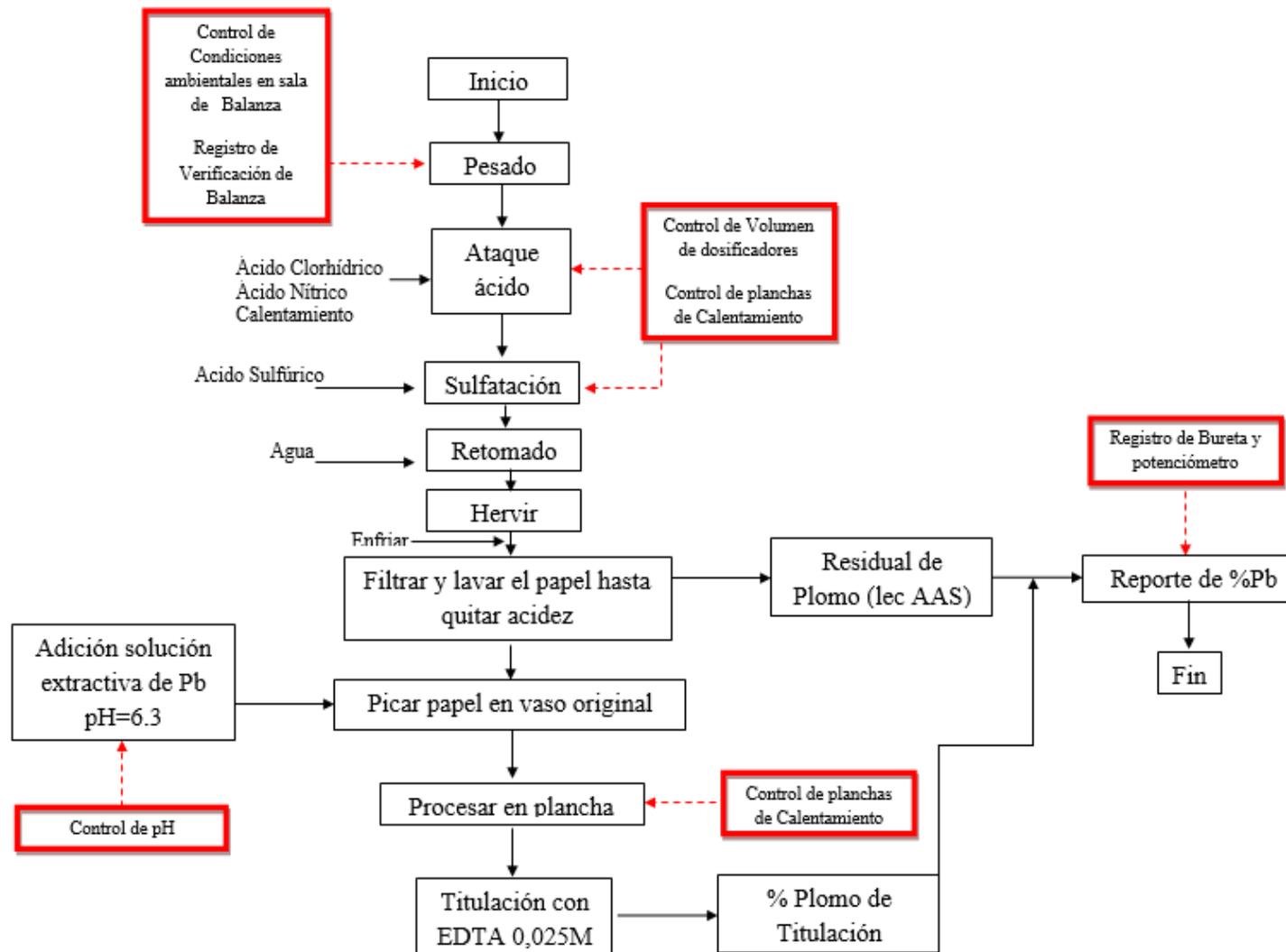
**Provisional Values and  
95% Confidence Intervals**

Constituent	Provisional Value	95% C.I.
Al	0.10 %	± 0.01 %
Hg	5 µg/g	± 1 µg/g
Mn	0.0096 %	± 0.0006 %
Ni	31 µg/g	± 10 µg/g
Sb	10 µg/g	± 2 µg/g
SiO <sub>2</sub>	0.94 %	± 0.06 %

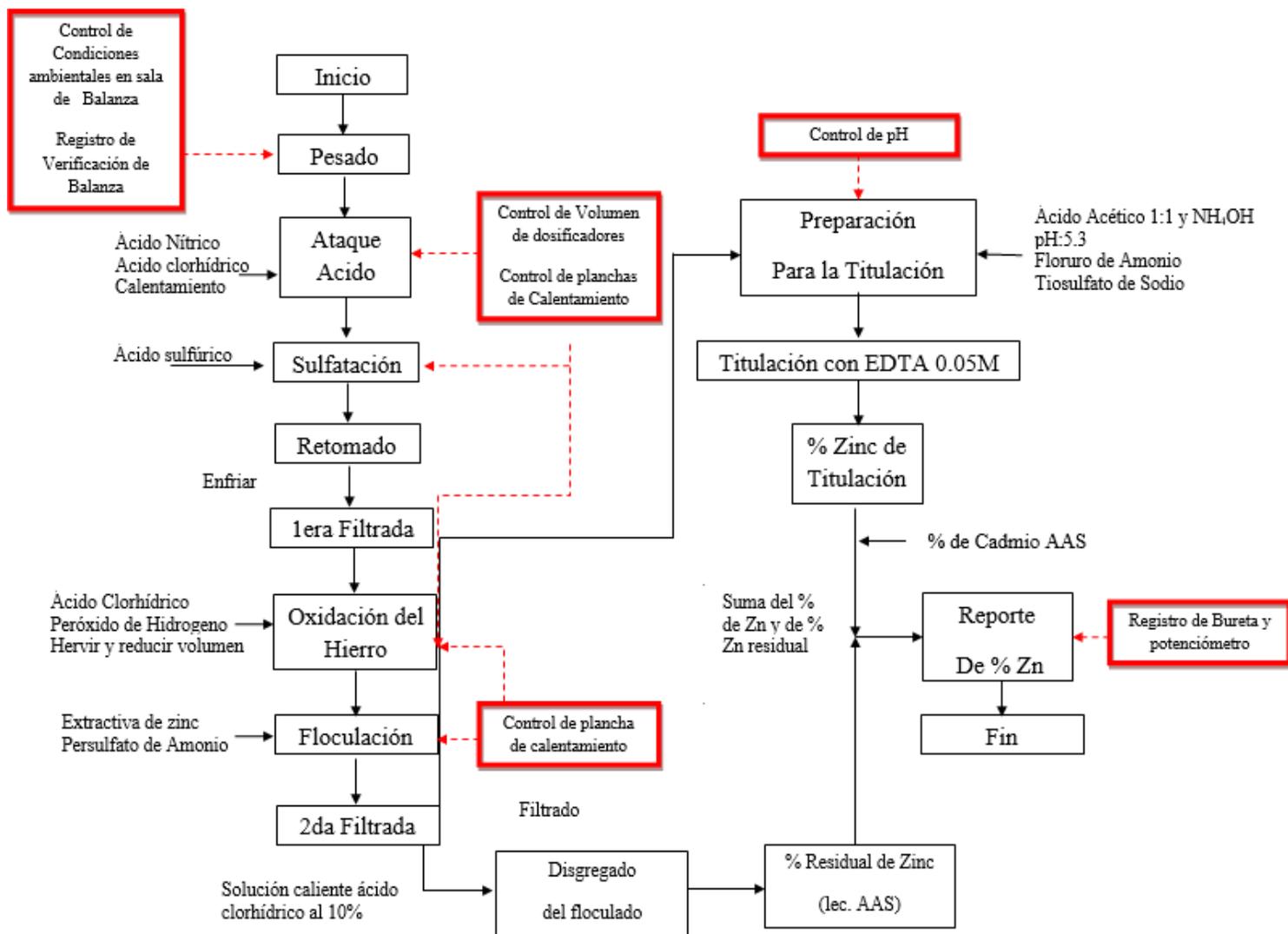
**ANEXO 4.** Diagrama de Proceso y Aseguramiento de la Calidad Determinación de Cobre por Volumetría.



ANEXO 5. Diagrama de Proceso y Aseguramiento de la Calidad Determinación de Plomo por Volumetría.



**ANEXO 6.** Diagrama de Proceso y Aseguramiento de La Calidad Determinación de Zinc por volumetría.



## ANEXO 7. La distribución t

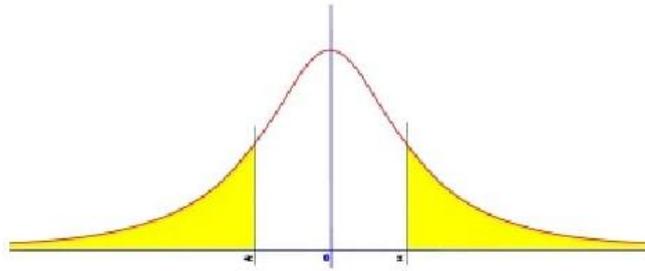


Tabla distribución t. Dos colas, probabilidad dentro(%) / fuera(0.00) del intervalo  $\mu \pm t_{n-1} \sigma / \sqrt{n}$

<i>Valor de t para un intervalo de confianza de</i>	90%	95%	98%	99%
<i>Valor crítico de  t  para valores de P de número</i>	<i>0.10</i>	<i>0.05</i>	<i>0.02</i>	<i>0.01</i>
<i>de grados de libertad</i>				
1	6.31	12.71	31.82	63.66
2	2.92	4.30	6.96	9.92
3	2.35	3.18	4.54	5.84
4	2.13	2.78	3.75	4.60
5	2.02	2.57	3.36	4.03
6	1.94	2.45	3.14	3.71
7	1.89	2.36	3.00	3.50
8	1.86	2.31	2.90	3.36
9	1.83	2.26	2.82	3.25
10	1.81	2.23	2.76	3.17
12	1.78	2.18	2.68	3.05
14	1.76	2.14	2.62	2.98
16	1.75	2.12	2.58	2.92
18	1.73	2.10	2.55	2.88
20	1.72	2.09	2.53	2.85
30	1.70	2.04	2.46	2.75
50	1.68	2.01	2.40	2.68
$\infty$	1.64	1.96	2.33	2.58