

ANÁLISIS DE ENSAYO NO CONFORME

Fecha de análisis: 21 al 25 de junio 2018

A continuación, se presentan los respaldos de las acciones implementadas, para evitar la recurrencia de las siguientes desviaciones detectadas en ensayo de aptitud EA-SMA-01-18." La evaluación de desempeño resultó insatisfactoria para los analitos Níquel y Cinc".

NIQUEL (Ni)

Curva de Calibración Nº 1 (0,20 mg/L – 1,50 mg/L)

Concentración mg/L Ni	nm
0,00	232,0
0,20	
0,30	
0,50	
1,00	
1,50	

Curva de Calibración Nº 2 (1,00 mg/L – 8,00 mg/L)

Concentración mg/L Ni	nm
0,00	232,0
1,00	
2,00	
4,00	
6,00	
8,00	

En ensayo de aptitud EA-SMA-01-18, se trabajó con **curva de calibración Nº1** (curva habitual del laboratorio, por tener resultados bajos en muestras de Riles ingresadas para Níquel al laboratorio), donde las muestras enviadas para ensayo fueron digeridas y luego se le realizaron las diluciones respectivas, para que las lecturas estuvieran comprendidas en el rango de la curva Nº 1 (0,2 mg/L a 1,50 mg/L). Al realizar el ensayo de trabajo no conforme, se verificó que la curva utilizada, al ser de rango bajo, fue necesario realizar diluciones, después de realizar la digestión de la muestra, al realizar esta dilución posterior y cambiar las concentraciones de ácido de la muestra con respecto a la curva, los valores obtenidos en ensayo de aptitud EA-SMA-01-18, resultaron insatisfactorios.

En el proceso de levantamiento de la no conformidad se realizó con **curva de calibración Nº 1 y Nº2**, se realizaron patrones de concentraciones conocidas, cercanas al ensayo de

aptitud EA-SMA-01-18, a partir de Material de Referencia Certificado de 999 mg/L Ni, Lote N° HC60114292. Las concentraciones y resultados se detallan a continuación:

1. Patrones digeridos y luego realizada la dilución
2. Patrones digeridos con dilución previa.

Las concentraciones y resultados se detallan a continuación:

Lecturas realizadas con Curva de calibración N° 1, Leídos en Equipo Absorción Atómica SAVANTAA Σ.

Concentración Ni mg/L	Resultados Obtenidos por laboratorio Ni mg/L 1. patrones digeridos y luego realizada la dilución	%Exactitud Obtenida por laboratorio	Resultados Obtenidos por laboratorio Ni mg/L 2. patrones digeridos con dilución previa	%Exactitud Obtenida por laboratorio
		Exactitud mínima en términos de recuperación (NCh 3373) 90% – 110%		Exactitud mínima en términos de recuperación (NCh 3373) 90% – 110%
1	0,95	95		
	0,94	94		
	0,96	96		
	0,95	95		
	Nota: para el patrón de 1 mg/L de Ni, no fue necesario realizar dilución ya que el patrón estaba dentro de la curva, solo se realizó la digestión y luego la lectura.			
3	3,48	116	3,02	101
	3,41	114	3,01	100,3
	3,37	112	3,01	100,3
	3,40	113	2,99	99,7
4	3,32	83	4,07	102
	3,31	83	4,04	101
	3,30	83	3,95	99
	3,25	81	4,02	101
8	6,42	80	7,81	98
	6,32	79	7,93	99
	6,43	80	7,88	99
	6,44	81	7,76	97

Lecturas realizadas con Curva de calibración N° 2, Leídos en Equipo Absorción Atómica SAVANTAA Σ.

Concentración Ni mg/L	Resultados Obtenidos por laboratorio Ni mg/L	%Exactitud Obtenida por laboratorio
		Exactitud mínima en términos de recuperación (NCh 3373) 90 – 110%
1	0,96	96,2
	1,01	101,5
3	3,00	100,2
	2,96	98,6
4	4,03	100,8
	3,99	99,9
8	7,71	96,3
	7,82	97,8

De acuerdo a los resultados obtenidos, se evidencia que al realizar ensayos de Níquel con curva N° 2, no fue necesario realizar diluciones por encontrarse la lectura dentro de la curva de calibración, por lo que disminuye error y también porque las concentraciones de ácidos de muestras y curva se mantuvieron con curva N° 2 de Ni.

De acuerdo a los resultados obtenidos, se evidencia que, al realizar ensayos con curva N°1 de Ni, con patrones digeridos y luego realizada la dilución, no se cumple con la Exactitud mínima en términos de recuperación (90% – 110%, NCh3373), lo que si se cumple con patrones digeridos con dilución previa.

Cinc (Zn) (0,40 mg/L – 1,50 mg/L)

Curva de Calibración

Concentración Zn mg/L	nm
0,00	232,0
0,40	
0,60	
1,00	
1,50	

En ensayo de aptitud EA-SMA-01-18, se trabajó con **curva de calibración (0,40 mg/L – 1,50 mg/L)** (curva habitual del laboratorio, por tener resultados bajos en muestras de Riles para cinc, ingresadas al laboratorio), En ensayo de aptitud se realizó la digestión de la muestra y posterior a esto la dilución, lo que cambió la concentración de ácido de la muestra digerida con respecto a la curva. Por lo que los valores obtenidos en ensayo de aptitud EA-SMA-01-18, resultaron insatisfactorios.

En el proceso de levantamiento de la no conformidad se realizaron las diluciones de los patrones y luego la digestión para evitar cambiar la concentración de ácido de las muestras con respecto a la curva, obteniéndose resultados esperados de %Exactitud (90% - 110%, NCh3373), trabajándose con la misma curva (0,40 mg/L – 1,50 mg/L)

Se realizaron patrones de concentraciones conocidas, cercanas al ensayo de aptitud EA-SMA-01-18, a partir de Material de Referencia Certificado de 999 mg/L Zn, Lote N° HC72486706, los patrones fueron tratados de dos formas

3. Patrones digeridos y luego realizada la digestión.
4. Patrones digeridos con dilución previa.

Las concentraciones y resultados se detallan a continuación:

Patrones Leídos en Equipo Absorción Atómica SAVANTAA Σ.

Concentración Zn mg/L	Resultados Obtenidos por laboratorio Zn mg/L 2. patrones digeridos y luego realizada la dilución	%Exactitud Obtenida por laboratorio	Resultados Obtenidos por laboratorio Zn mg/L 2. patrones digeridos con dilución previa	%Exactitud Obtenida por laboratorio
		Exactitud mínima en términos de recuperación (NCh 3373) 90% – 110%		Exactitud mínima en términos de recuperación (NCh 3373) 90% – 110%
3	2,38	79	2,94	98
	2,39	80	2,92	97
	2,35	78	2,92	97
	2,36	79	2,94	98
4	3,51	88	3,89	97
	3,50	88	3,88	97
	3,51	88	3,89	97
	3,50	88	4,13	103
6	5,33	89	5,94	99
	5,32	89	5,96	99
	5,31	89	5,96	99
	5,32	89	5,97	99,5
8	7,12	89	8,10	101
	7,10	89	8,14	102
	7,10	89	8,10	101
	7,13	89	8,12	102

De acuerdo a los resultados obtenidos, se evidencia que, al realizar ensayos de Cinc, con patrones digeridos y luego realizada la dilución, no se cumple con la Exactitud mínima en términos de recuperación (90% – 110%, NCh3373), lo que si se cumple con patrones digeridos con dilución previa.

Conclusión

1. Las muestras con concentraciones altas en Níquel y cinc (lo cual a la fecha no han ingresado al laboratorio con estas concentraciones), se realizará una lectura previa de absorbancia, para ver cuál es el rango de concentración y poder realizar las diluciones previas y luego proceder a la digestión de la muestra, cuyas lecturas se realizarán dentro la de curva de calibración.
2. Cuando las muestras ingresadas para níquel que superen la concentración de la curva de calibración N° 1 (**0,20 mg/L – 1,50 mg/L**), se procederá a cambiarla por la curva N° 2 (**1,00 mg/L – 8,00 mg/L**), cuyas lecturas se realizarán dentro la de curva de calibración, muestras diluida y luego digerida.
3. Para lectura de cinc, donde la curva de calibración de trabajo del laboratorio es sólo una, (**0,40 mg/L – 1,50 mg/L**), se procederá a leer la absorbancia de la muestra para para ver cual es el rango de concentración y poder realizar las diluciones previas y luego proceder a la digestión de la muestra, cuyas lecturas se realizarán dentro la de curva de calibración.