

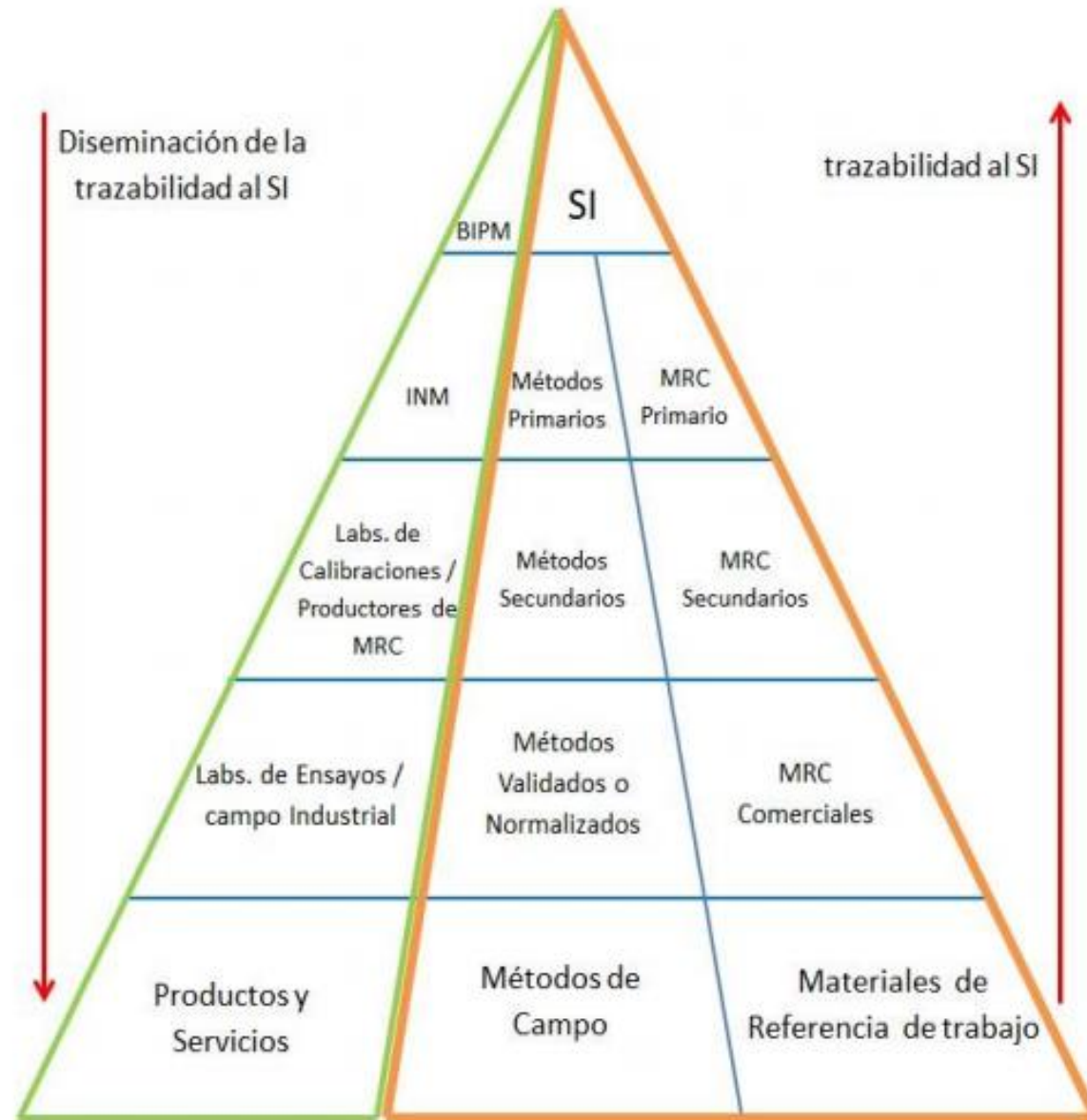
COMITÉ TÉCNICO DE METROLOGÍA QUÍMICA

RED NACIONAL DE METROLOGIA

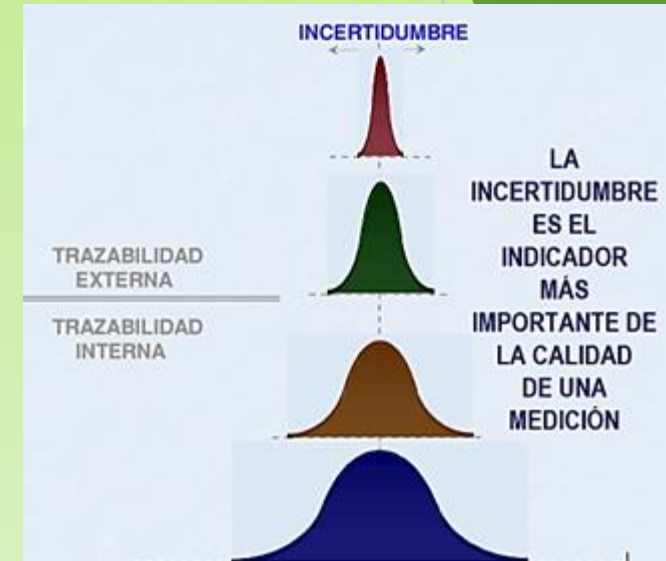
LABORATORIO DESIGNADO EN MAGNITUD QUÍMICA-MINERIA
(decreto N° 347 de 2007)

ENSAYO DE APTITUD
INN – DCH N° C-2103 y C-2104

NIVELES DE JERARQUÍA PARA LA TRAZABILIDAD AL SI



TRAZABILIDAD AL SI



|.....Tolerancia del Proceso.....|

RED NACIONAL DE METROLOGÍA



INTRODUCCIÓN

La División de Metrología del INN, coordina las actividades involucradas en la operación de un Programa de Ensayo de Aptitud Nacional a cargo de la Red Nacional de Metrología con la finalidad de poner esta actividad al servicio de los laboratorios de ensayo y calibración del país.

la Red Nacional de Metrología (RNM) ofrece un Programa de Ensayos de Aptitud el cual es parte del "Programa de Fortalecimiento y Reconocimiento de las Mejores Capacidades de Medición en la Red Nacional de Metrología"

ESTRUCTURA METROLÓGICA - CHILE



Ministerio de
Economía,
Fomento y
Turismo

Instituto Nacional
de Normalización



Institutos
Designados Masa,
Fuerza, Presión,
Volumen

Instituto
Designado
Electricidad y
Magnetismo

Institutos
Designados
Química

Instituto
Designados
Termometría
Humedad

Institutos
Designados
Longitud



ISP Aguas y
Alimentos

Codelco,
Minerales,
concentrado y
Metales de Cobre



Alcance Laboratorio de Referencia

1. Elaboración y Análisis químicos de:

- Material de Referencia
- Material de Referencia Certificado

2. Competencia para proporcionar ensayos de aptitud:

- Rondas Interlaboratorios para evaluación de desempeño de laboratorios
- Comparaciones para validar estimación de incertidumbres declaradas
- Comparaciones para validación de métodos
- Comparación para asignar valor a MR
- Comparaciones claves y complementarias para declarar capacidad de medición en BIPM

3. Capacidad de medición y trazabilidad metrológica para reconocimiento internacional para mediciones de:

- Cobre en Minerales
- Cobre en Concentrado
- Cobre en Cátodos

REQUISITOS NORMATIVOS

NCh-ISO 17025

Numeral 5.9.1: “El laboratorio debe tener procedimientos de control de calidad para realizar el Seguimiento de la validez de los ensayos y las calibraciones llevados a cabo”. De acuerdo al numeral 5.9.1 b), dicho seguimiento puede incluir “la participación en programas de ensayo de aptitud y otras comparaciones”.

DA-D01

Numeral 5.2: “Los laboratorios postulantes y acreditados deben participar en los programas de ensayos de aptitud y otras comparaciones que coordine el INN o en otros que cumplan con los requisitos definidos en NCh-ISO 17043-2011.”.

COMPARACIONES ENTRE LABORATORIOS

Ronda Inter-Laboratorios:

- Evalúa desempeño de Laboratorios
- Establece eficacia y comparabilidad entre métodos de Laboratorios
- Identificar diferencias entre Laboratorios
- Dirigidos a cualquier Laboratorio acreditado o no, base de datos INN
- Metodología libre
- El valor asignado es por consenso
- El desempeño se evalúa con **z-score**
- Se requieren 6 resultados por ensayo

Ensayos de Aptitud:

- Evalúa desempeño de los laboratorios
- Identifica problemas en los laboratorios
- Valida declaraciones de incertidumbre
- Validación de métodos
- Dirigidos a Laboratorio acreditados o no, inscripción voluntaria en página web
- Metodología definida o libre (según el caso)
- El valor asignado es declarado por el Laboratorio coordinador
- El desempeño se evalúa con **En**
- Se exige un resultado con declaración de incertidumbre
- Se requieren 6 resultados por ensayo

Programa de Comparaciones Interlaboratorios



Comparación 1

Ronda Inter-laboratorio

Mineral de cobre (1)
Mineral de cobre (2)
Concentrado de cobre
Concentrado de molibdeno

Cu, Fe, Zn,
Mo, As, Ag,
Pb, Sb

Comparación 2

Ronda Inter-Laboratorio

Mineral de cobre (1)
Mineral de cobre (2)
Concentrado de cobre
Concentrado de molibdeno

Cu, Fe, Zn,
Mo, As, Ag,
Pb, Sb

Comparación 3

Ensayo de Aptitud

Mineral de cobre

Cu, Fe, Mo, As, Ag

Comparación 4

Ensayo de Aptitud

Concentrado de cobre

Cu, As, Ag, S

Comparación 5

Ronda Inter-Laboratorio

Ánodo de cobre
Cátodo de cobre

Cu, As, Sb, Fe,
Ni, Pb, Bi, Te,
Sn, Cd, Ag, S

https://www.metrologia.cl

Mapa del Sitio

RNM

Red Nacional de Metrología de Chile

Inicio | Nosotros | **Servicios** | Metrología | Noticias | Formación | Enlaces | Contacto | Task Force

Servicios
Inicio » Servicios »

Servicios

- Servicios de Calibración RNM
- Comités de Metrología
- Ensayos de Aptitud
- Programa de Ensayos de Aptitud Nacional
- Búsqueda en EPTIS

Ensayos de Aptitud Nacionales 2022

Ensayos de Aptitud Físicos

- Área Masa y Magnitudes relacionadas
- Área Metrología Dimensional
- Área Termometría
- Área Radiaciones Ionizantes

Ensayos de Aptitud Químicos

- Área Química

ENSAYO DE APTITUD C-2103

ITEMS DE ENSAYO

MINERAL
Material Sulfurado
de Cobre

METODOLOGÍA

Metodología Propia de cada
Laboratorio Participante

PARTICIPANTES

22 Laboratorios Nacionales
1 Laboratorios Internacional

OBJETIVOS

Evaluar Desempeño de
Laboratorios

EVALUACIÓN

Error Normalizado E_n

PARTICIPANTES EA C-2103



N°	Laboratorios	Ciudad/País
1	Bureau Veritas- Iquique	Iquique
2	Codelco Chuquicamata	Calama
3	S.C. Minera el Abra	Calama
4	Bureau Veritas- Calama	Calama
5	Alfred H. Knight-Sierra Gorda	Sierra Gorda
6	SGS Minerals-La negra	Antofagasta
7	Codelco El Salvador	El Salvador
8	ENAMI Laboratorio Fundación H. Videla Lira	Copiapó
9	GEOLAQUIM Ltda	Copiapó
10	Bureau Veritas- Carrizalillo	Caserones
11	Bureau Veritas- Copiapo	Copiapó
12	SCM Atacama Kozan	Copiapó
13	Bureau Veritas- Santiago	Santiago
14	Cesmec división Andina	Santiago
15	Inspectorate Services Perú	Perú
16	Geoassay-La negra	Antofagasta
17	Geoassay- LQC	Calama
18	Geoassay- Pudahuel	Santiago
19	Cía. Minera Haldeman S.A.	Santiago
20	Alfred Nnight- El Chacaya	Salamanca
21	Bureau Veritas- Coquimbo	Coquimbo
22	Codelco El teniente	Rancagua
23	Bureau Veritas-La negra	Antofagasta

FORMATO DE RESULTADOS

9.4 FORMATO DE INFORME DE RESULTADOS

Código del Laboratorio: _____

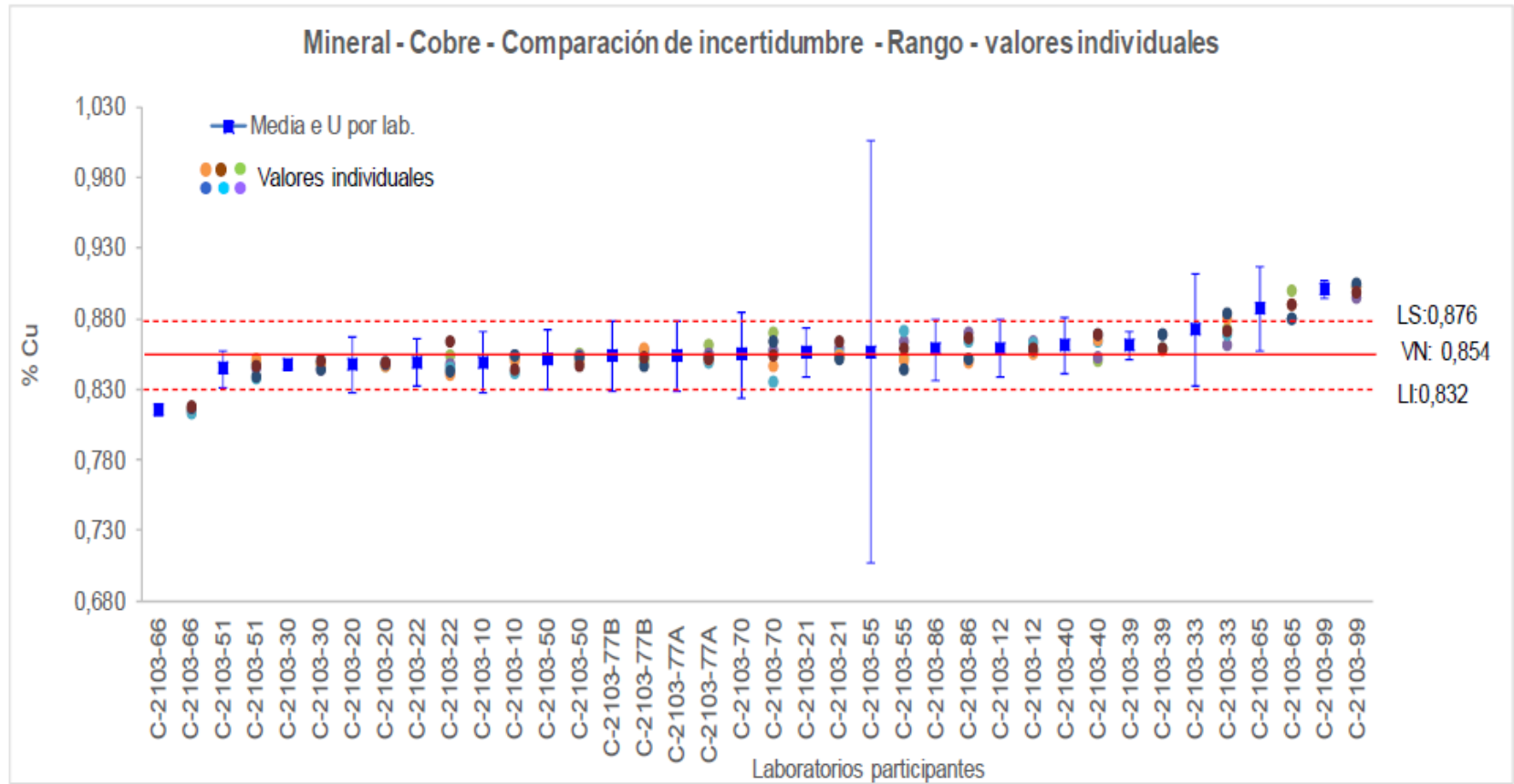
Mineral de cobre

Cu %	U exp.	Fe %	U exp.	Mo %	U exp.	As g/t	U exp.	Ag g/t	U exp.

Replica	Cu %	Fe %	Mo %	As g/t	Ag g/t
1					
2					
3					
4					
5					
6					

ENSAYO DE APTITUD C-2103

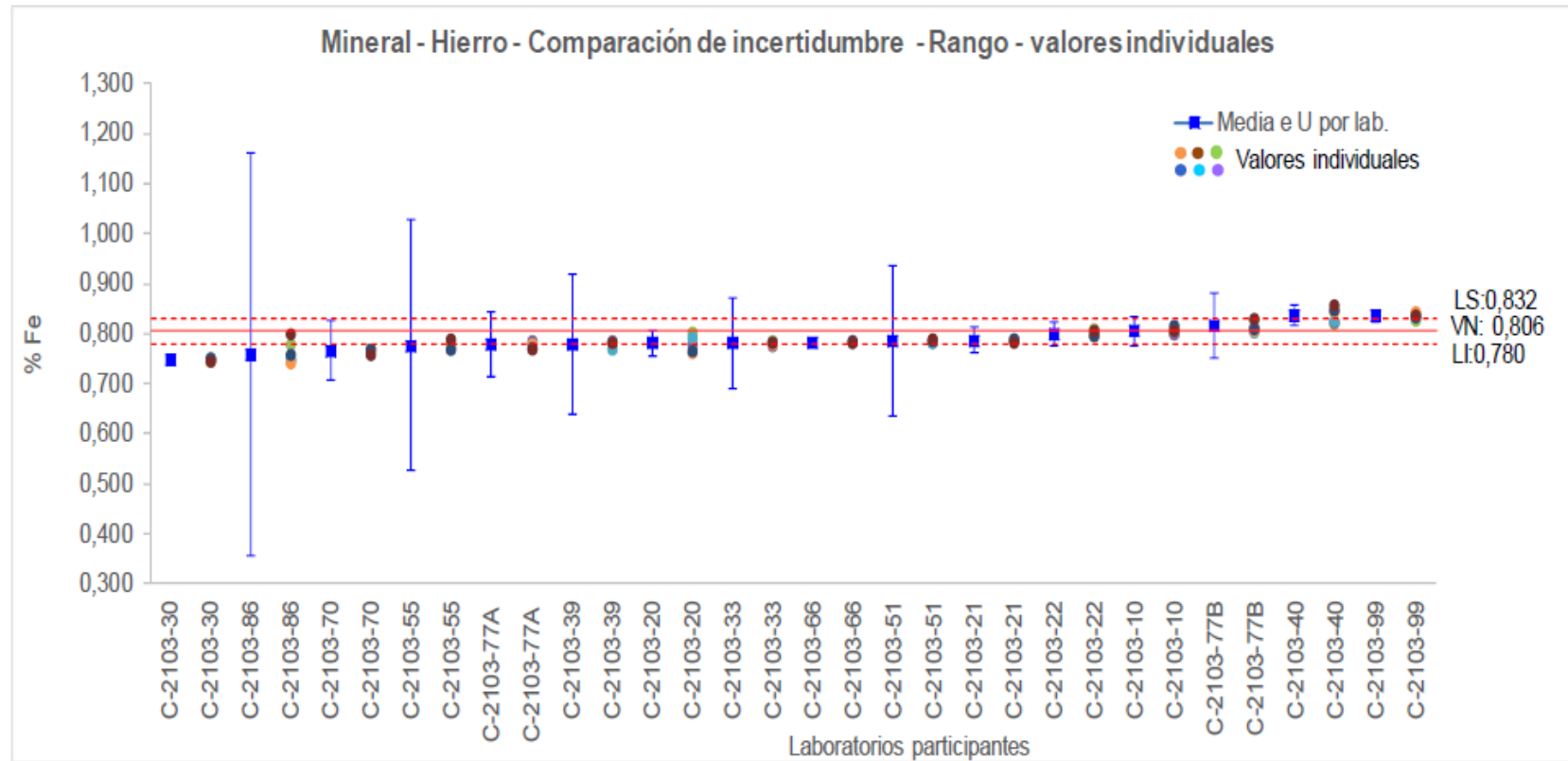
RESULTADOS PARA COBRE



Las incertidumbres declaradas por los participantes son similares entre ellos, excepto el laboratorio N° 55 que informa una incertidumbre más alta que el resto y que se encuentra sobre estimada de acuerdo a la desviación de sus resultados, además en 3 casos el rango de los resultados informados se encuentran sobre el valor de la incertidumbre declarada, estos son los laboratorios N° 30, 66 y 99.

ENSAYO DE APTITUD C-2103

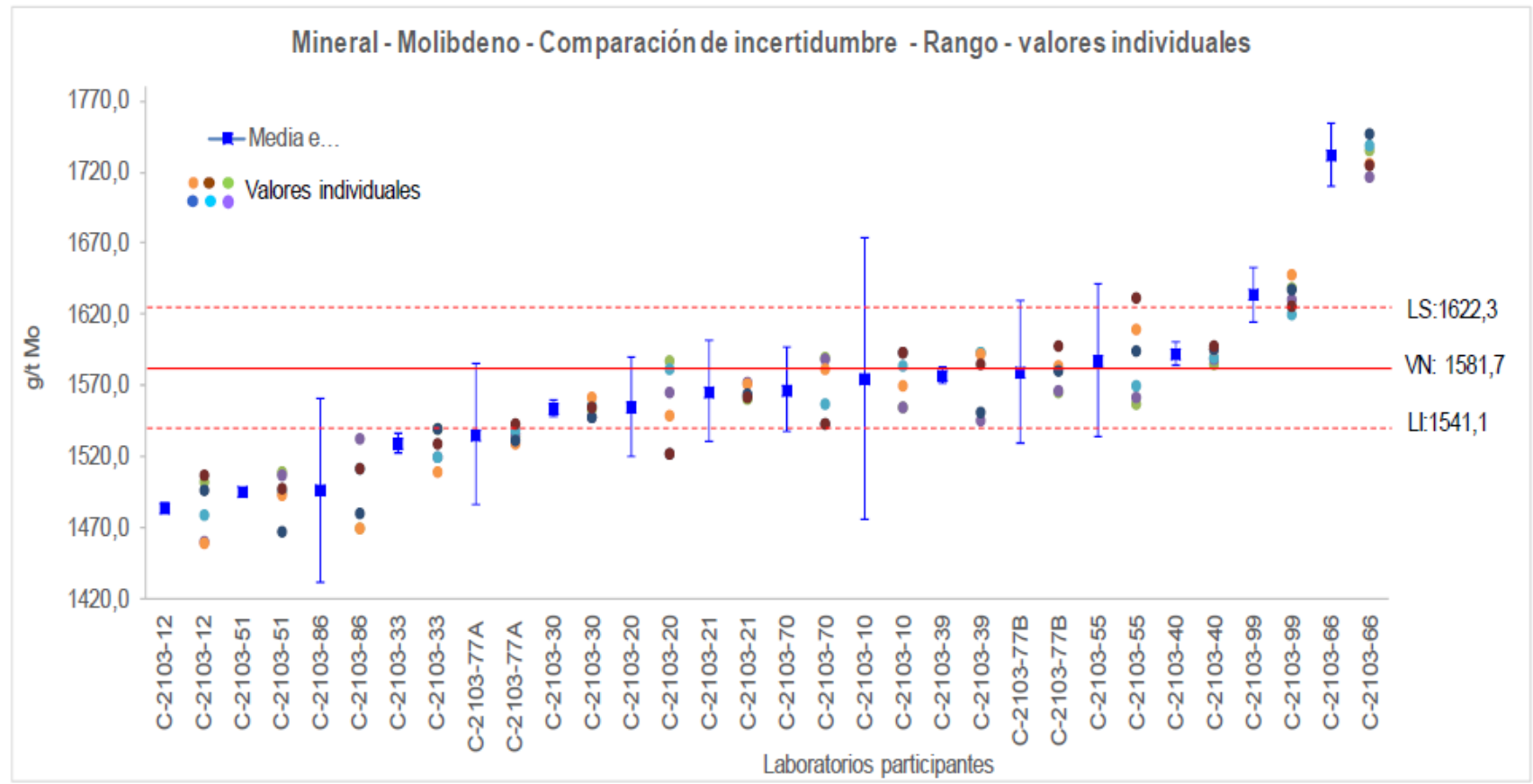
RESULTADOS PARA HIERRO



En el caso de los reportes de Hierro (%), el laboratorio N° 86 informa la incertidumbre más alta en comparación con el resto de los participantes, la que posiblemente este sobreestimada, también existen dos laboratorios en que el rango de los resultados informados se encuentran sobre la incertidumbre declarada por los laboratorios (20 y 40)

ENSAYO DE APTITUD C-2103

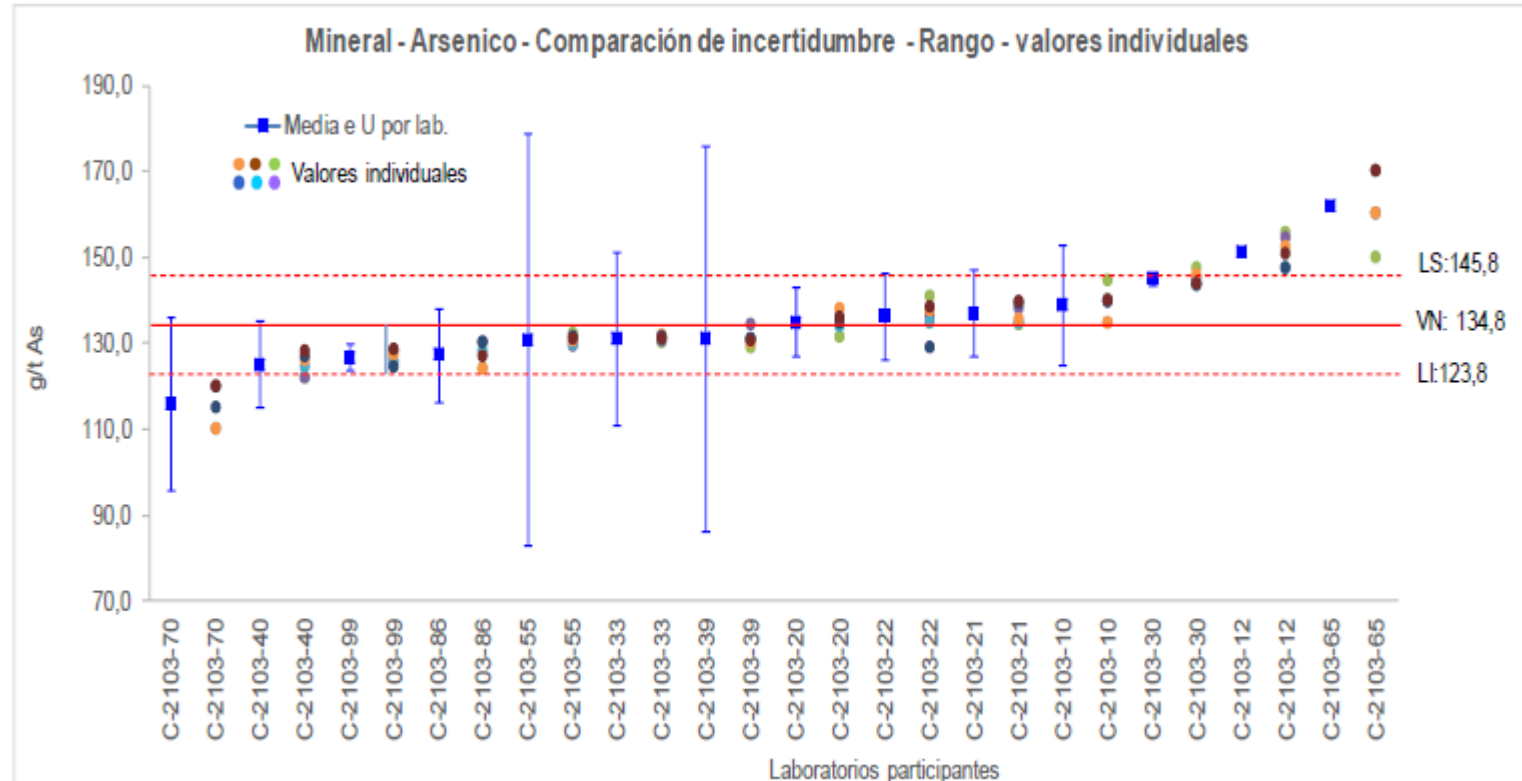
RESULTADOS PARA MOLIBDENO



Las incertidumbres informadas son similares entre todos los participantes, en este caso 4 laboratorios informan un rango de resultados por sobre la incertidumbre declarada por los propios laboratorios, por lo que posiblemente se encuentren subestimadas y específicamente el laboratorio N° 51 informa una incertidumbre de 0,0 por lo que debe revisar sus cálculos.

ENSAYO DE APTITUD C-2103

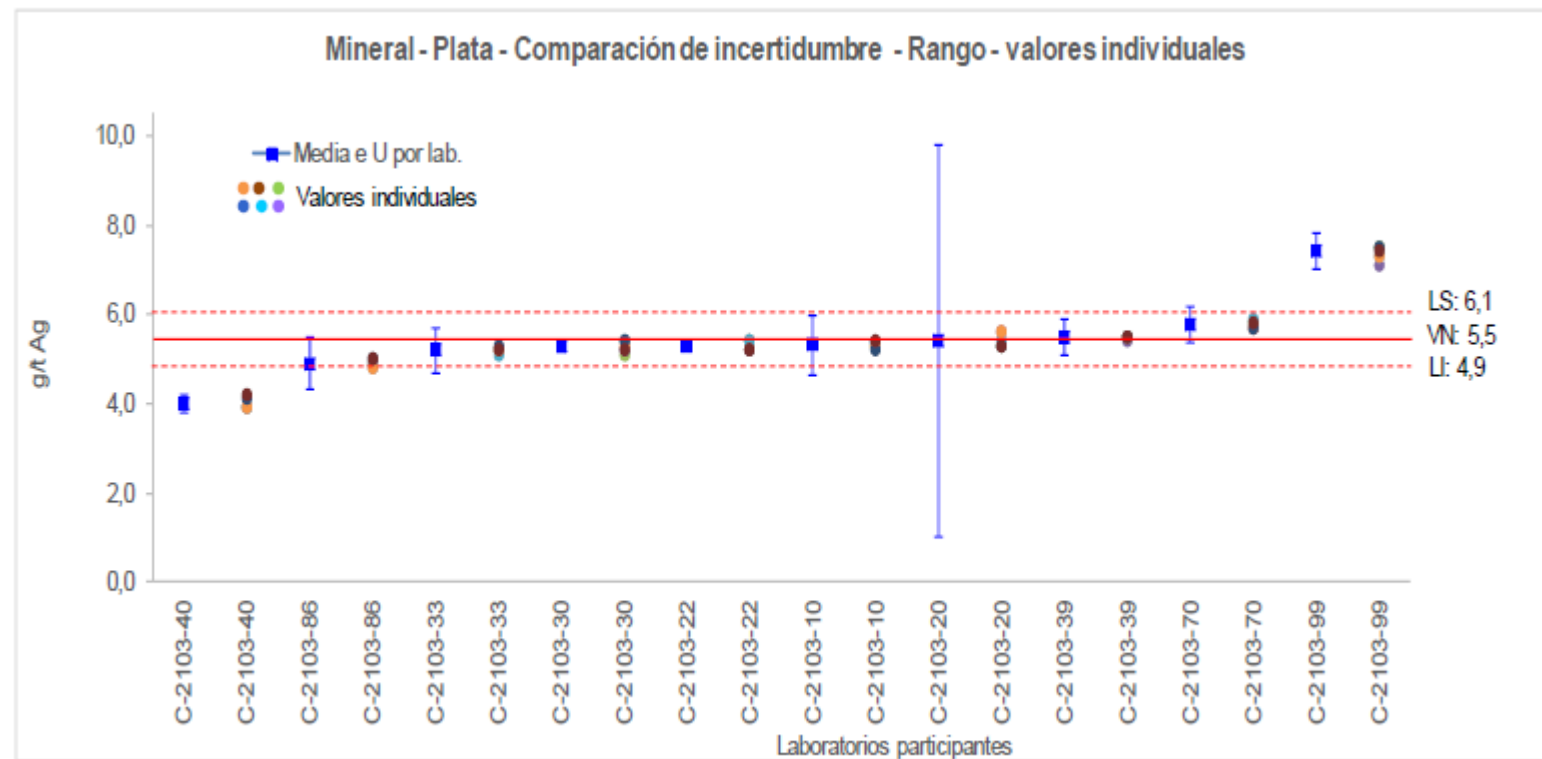
RESULTADOS PARA ARSÉNICO



Para los resultados de Arsénico (g/t), las incertidumbres informadas son similares entre todos los participantes, en dos casos se puede apreciar una incertidumbre sobre estimada (55y 39) y a la vez, 3 laboratorios informan un rango de resultados por sobre la incertidumbre declarada por los propios laboratorios (30, 12 y 65)

ENSAYO DE APTITUD C-2103

RESULTADOS PARA PLATA



Para los resultados de Plata (g/t), las incertidumbres informadas son similares entre todos los participantes, excepto el laboratorio N° 20 que informa una incertidumbre muy alta, similar al resultado $5,4 \text{ g/t} \pm 5,4$ (se presume que existe un error de cálculo)

ENSAYO DE APTITUD C-2103

ERROR NORMALIZADO

$$E_n = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}$$

Donde:

x : Resultado del laboratorio participante

X : Valor asignado.

U_{lab} : Incertidumbre expandida del resultado del participante

U_{ref} : Incertidumbre expandida del valor asignado del laboratorio de referencia.

Interpretación de los resultados según ISO 13528:2015:

$|E_n| \leq 1,0$: Desempeño "satisfactorio" y no genera ninguna señal.

$|E_n| > 1,0$: Desempeño "insatisfactorio" y genera una señal de acción.

Adicionalmente se puede mostrar el siguiente criterio de E_n

$0 \leq E_n \leq 0,3$, excelente, sin acciones correctivas

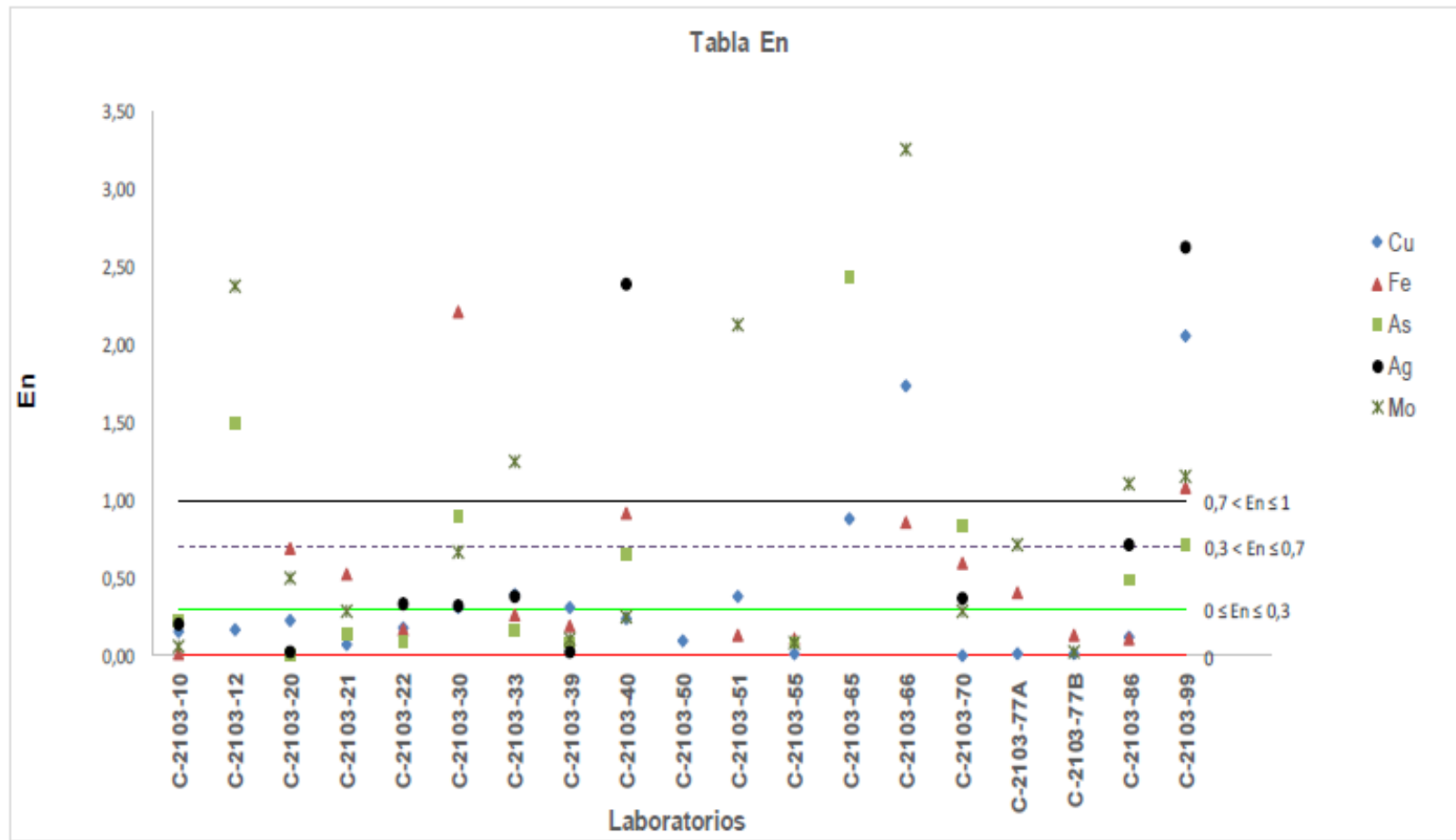
$0,3 < E_n \leq 0,7$, bueno, con posibilidad de mejorar

$0,7 < E_n \leq 1$, aceptable y requiere mejora

$E_n > 1$, Requiere acción correctiva

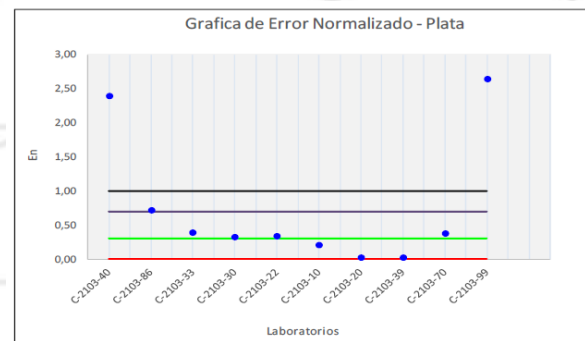
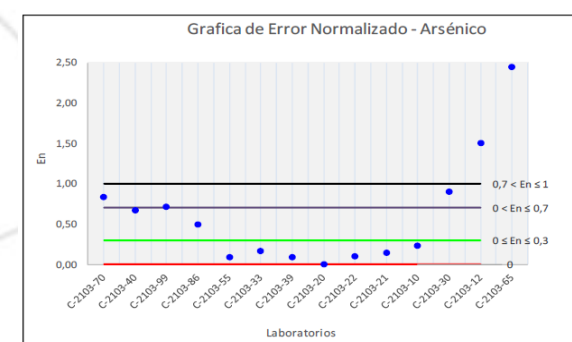
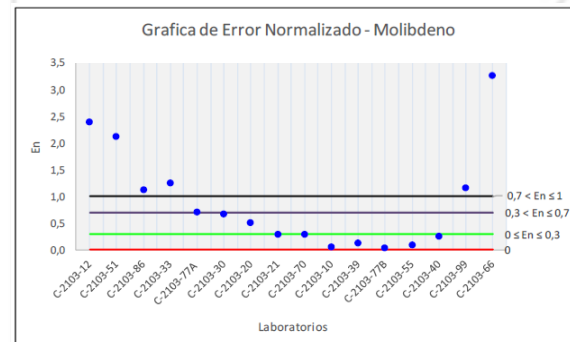
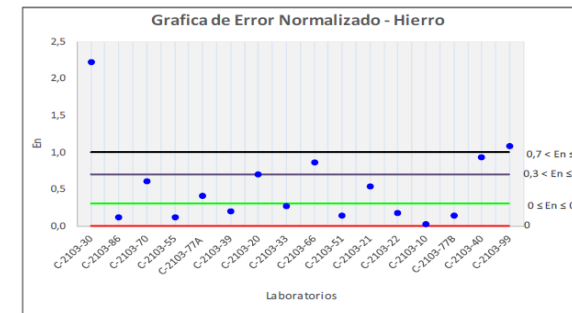
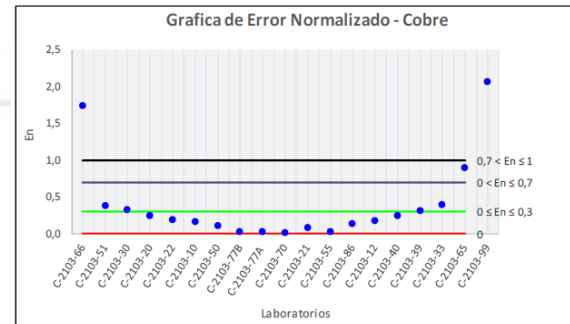
ENSAYO DE APTITUD C-2103

Gráfico de desempeño por error normalizado En



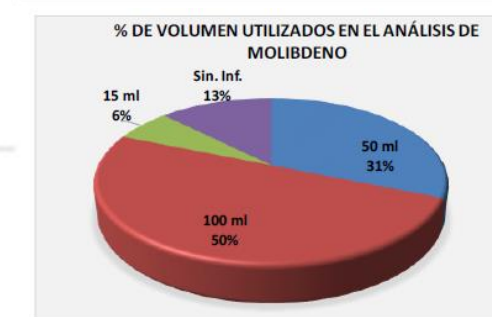
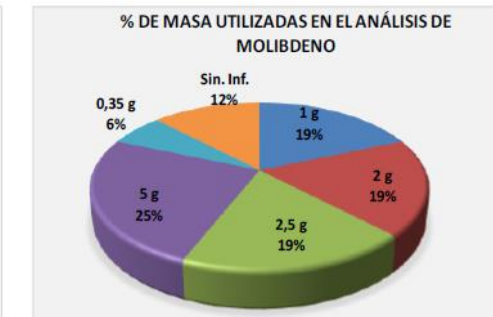
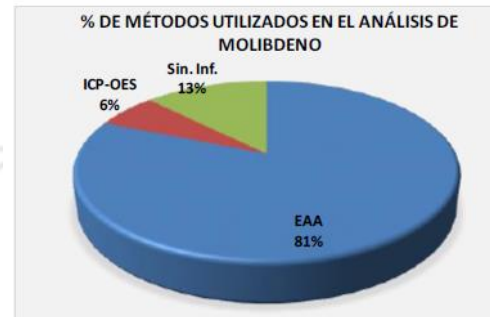
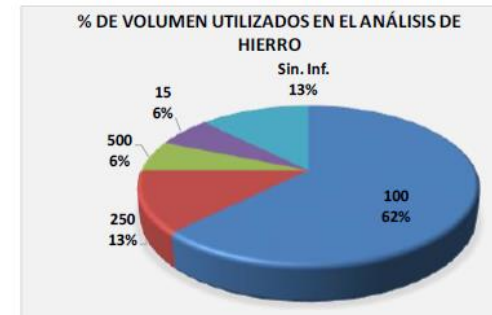
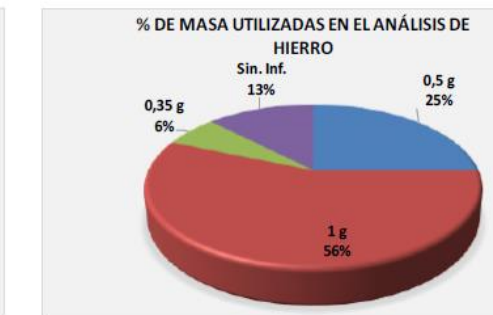
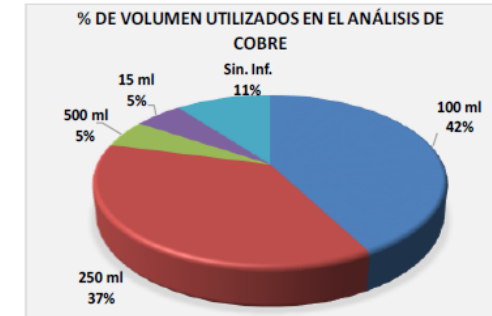
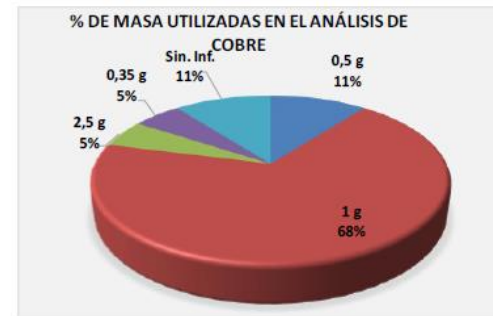
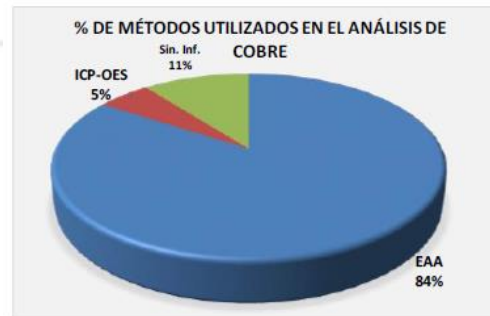
ENSAYO DE APTITUD C-2103

Gráficas Desempeño E_n por elemento



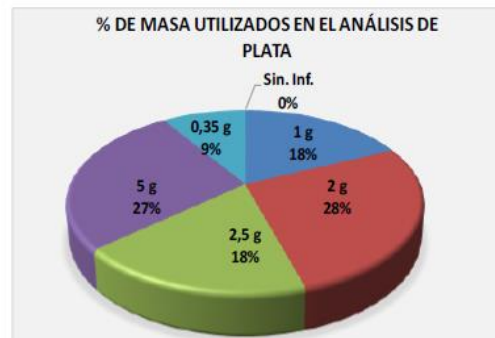
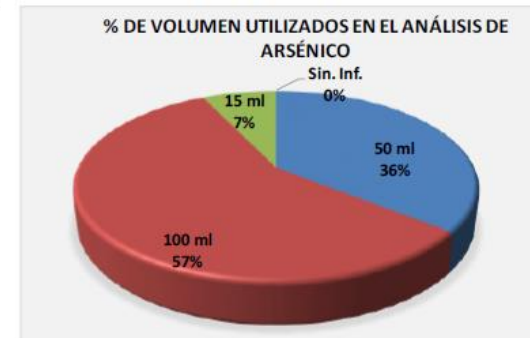
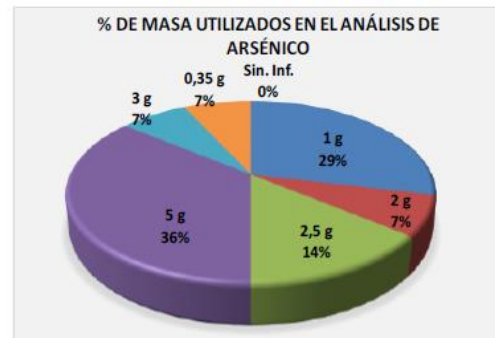
ENSAYO DE APTITUD C-2103

Gráficas por métodos



ENSAYO DE APTITUD C-2103

Gráficas por métodos



ENSAYO DE APTITUD C-2103

Evaluación de Desempeño de participantes

	Cu	Fe	Mo	As	Ag
C-2103-10	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2103-12	Satisfactorio	-	Insatisfactorio	Insatisfactorio	-
C-2103-20	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2103-21	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	-
C-2103-22	Satisfactorio	Satisfactorio	-	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2103-30	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2103-33	Satisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2103-39	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2103-40	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio
C-2103-50	Satisfactorio	-	-	-	-
C-2103-51	Satisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio	-	-
C-2103-55	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	-
C-2103-65	Satisfactorio	-	-	Insatisfactorio	-
C-2103-66	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio	-	-
C-2103-70	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2103-77A	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	-	-
C-2103-77B	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	-	-
C-2103-86	Satisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2103-99	Insatisfactorio	Insatisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio

ENSAYO DE APTITUD C-2103



COMENTARIOS

- En general se puede concluir que el ensayo de aptitud INN-DCH N°C-2103, se realizó con éxito, donde se puede evaluar de forma positiva, la participación de los Laboratorios
- Para este ensayo solo 4 laboratorios participantes no reportaron el valor de la incertidumbre, correspondiente a un 16% del grupo, por lo que no fueron considerados en la elaboración del informe del Ensayo de Aptitud
- Con el presente informe los laboratorios participantes pueden evaluar su propio comportamiento estadístico y usarlo como herramientas para detectar mejoras y oportunidades con los resultados informados.

ENSAYO DE APTITUD C-2104

ITEMS DE ENSAYO

MINERAL
Concentrado de
Cobre

METODOLOGÍA

Metodología Propia de cada
Laboratorio Participante

PARTICIPANTES

14 Laboratorios Nacionales

OBJETIVOS

Evaluar Desempeño de
Laboratorios

EVALUACIÓN

Error Normalizado E_n

PARTICIPANTES EA C-2104



N°	Laboratorios	Ciudad/País
1	Bureau Veritas- Iquique	Iquique
2	Codelco Chuquicamata	Calama
3	Alfred H. Knight-Sierra Gorda	Sierra Gorda
4	Codelco El Salvador	El Salvador
5	Minera Candelaria	Caldera
6	Bureau Veritas- Carrizalillo	Caserones
7	Bureau Veritas- Santiago	Santiago
8	Bureau Veritas- div Andina	Santiago
9	Alfred Knight- Los Antofagasta	Antofagasta
10	Glencore Altonorte	Antofagasta
11	Alfred Nhight- Los Pelambres	Salamanca
12	Bureau Veritas- Coquimbo	Coquimbo
13	Codelco El teniente	Rancagua
14	Bureau Veritas-La negra	Antofagasta

FORMATO DE RESULTADOS

9.4 FORMATO DE INFORME DE RESULTADOS

Código del Laboratorio: _____

Mineral de cobre

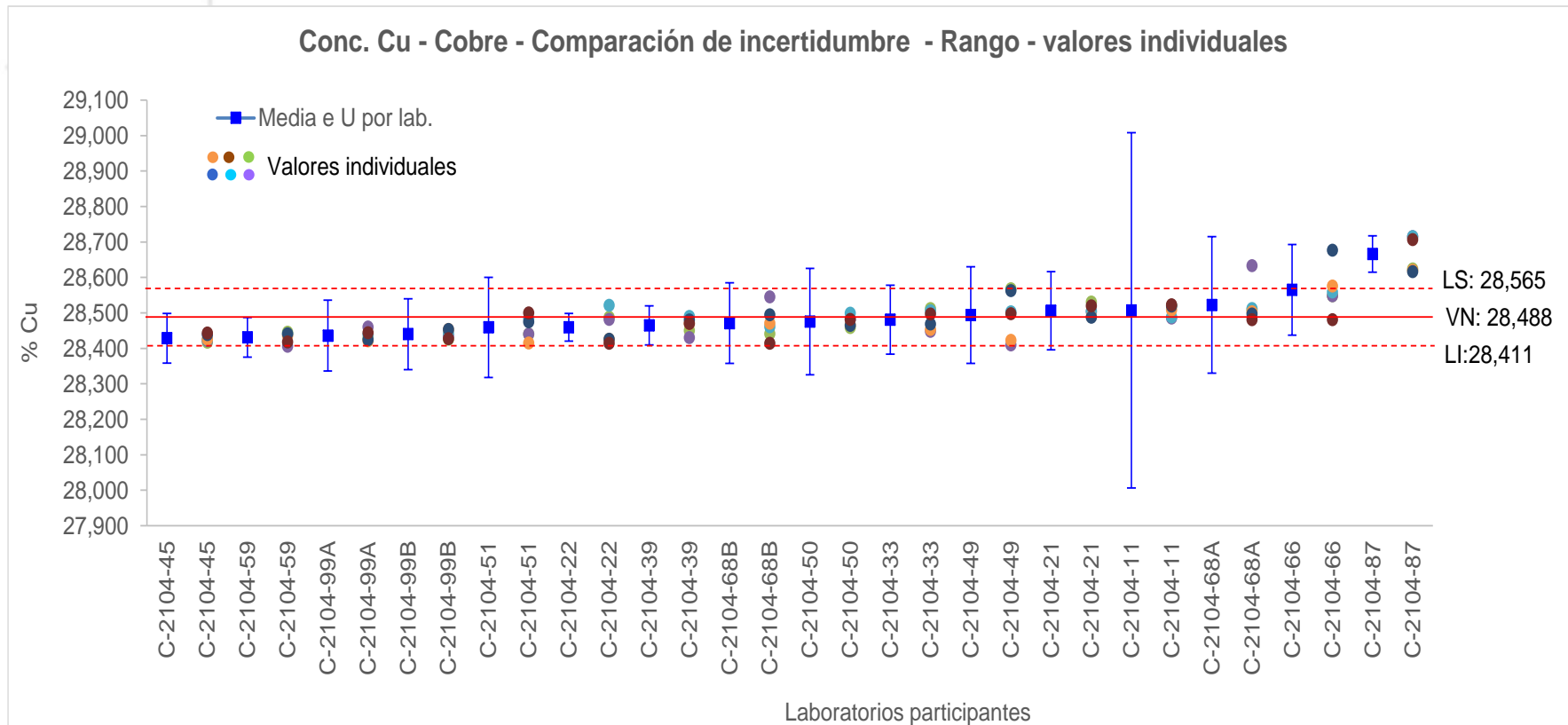
Cu %	U exp.	Fe %	U exp.	Mo %	U exp.	As g/t	U exp.	Ag g/t	U exp.

Replica	Cu %	Fe %	Mo %	As g/t	Ag g/t
1					
2					
3					
4					
5					
6					

ENSAYO DE APTITUD C-2104



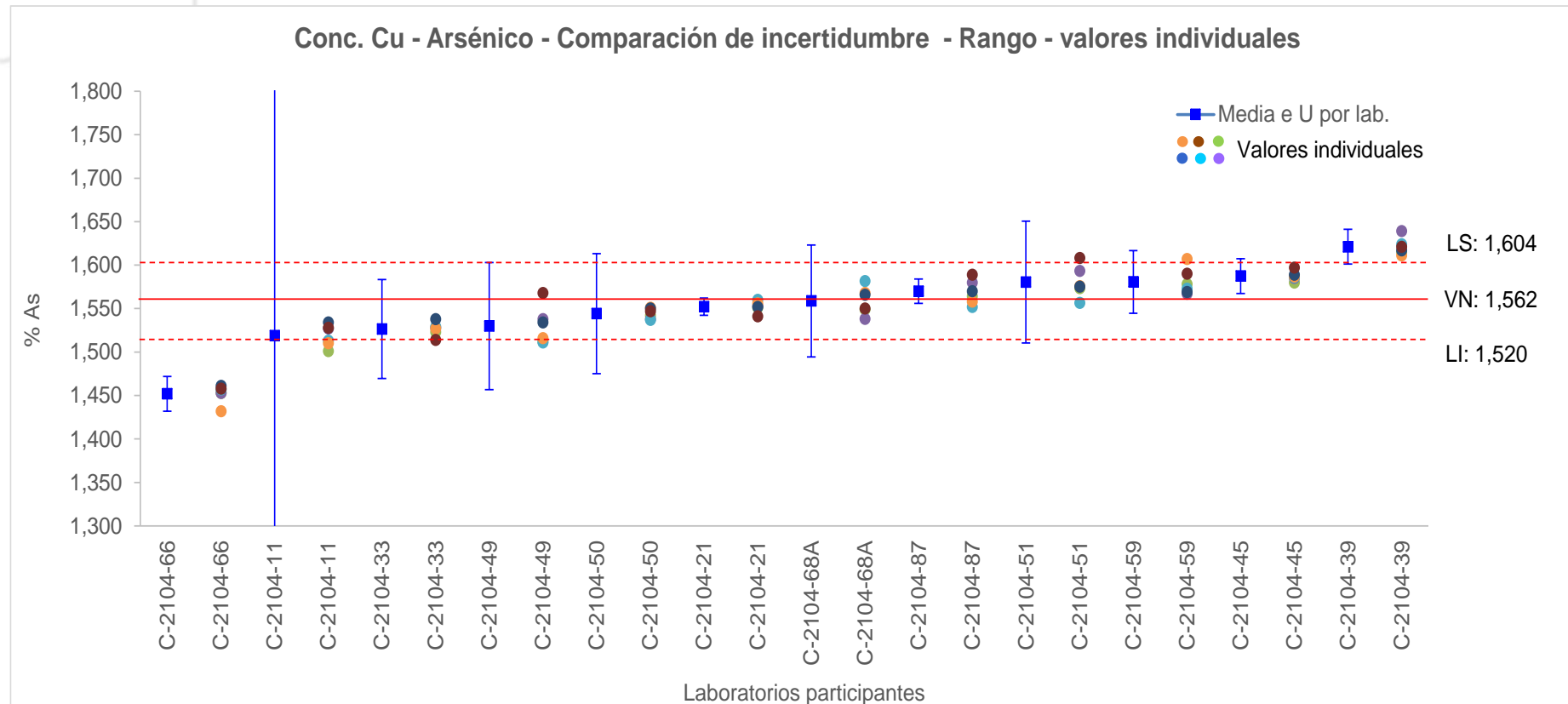
RESULTADOS CONCENTRADO DE COBRE



Para el caso de los reportes de cobre (%), las incertidumbres declaradas por los participantes son similares entre ellos, y están proporcionadas con los resultados reportados en su mayoría, excepto el laboratorio N° 11 que informa una incertidumbre más alta que el resto de los participantes y que se encuentra sobre estimada de acuerdo a la desviación de sus resultados, caso contrario ocurre con el laboratorio N° 22

ENSAYO DE APTITUD C-2104

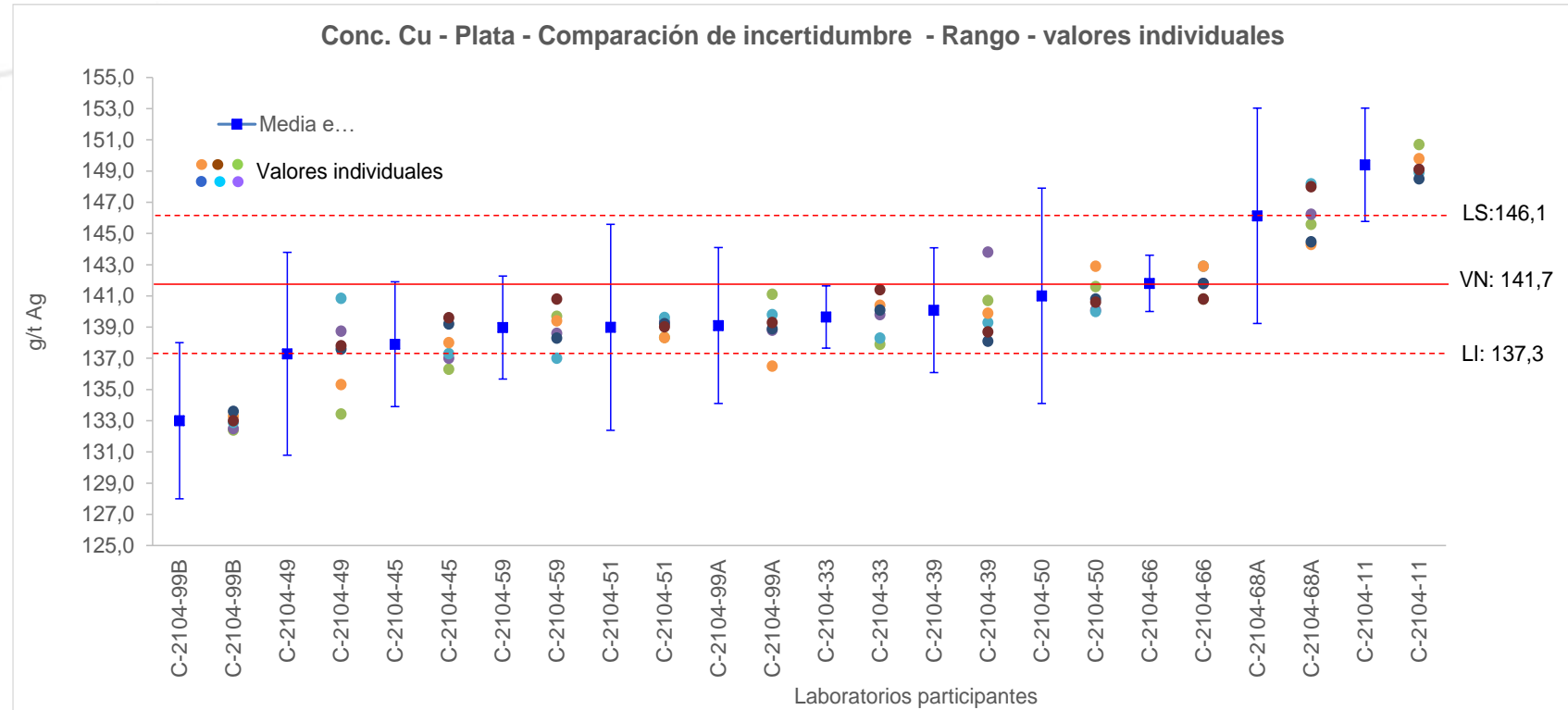
RESULTADOS CONCENTRADO DE COBRE



En el caso de los reportes de Arsénico (%), el laboratorio N° 11, nuevamente informa la incertidumbre más alta en comparación con el resto de los participantes, la que está totalmente sobreestimada y errónea ($1,519 \pm 5,593$ % As) ya que el valor de la incertidumbre es mucho mayor que el resultado informado.

ENSAYO DE APTITUD C-2104

RESULTADOS CONCENTRADO DE COBRE



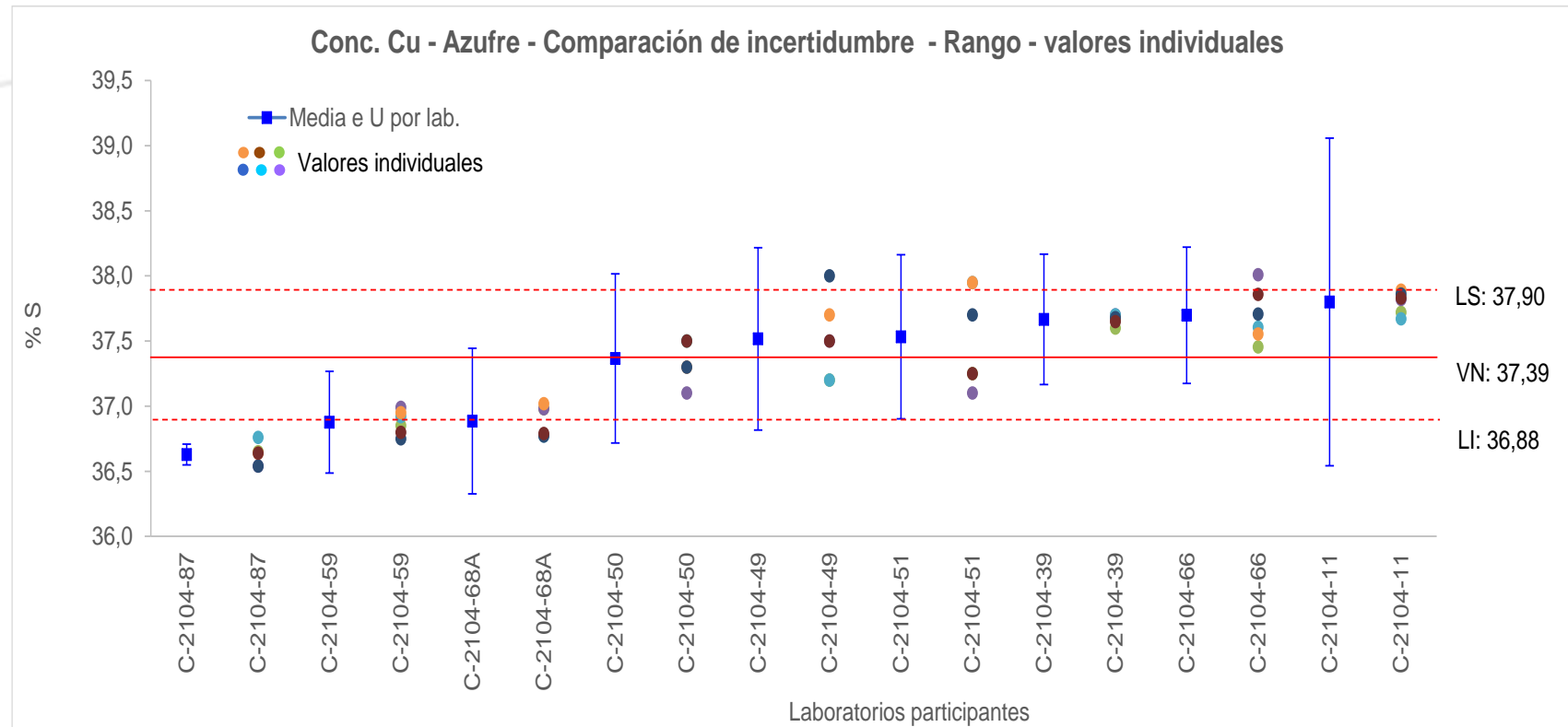
Para los análisis de Plata (g/t), las incertidumbres informadas son similares entre todos los participantes y proporcionales entre ellas.

Y solo dos participantes presentaron valores levemente fuera de los límites.

ENSAYO DE APTITUD C-2104



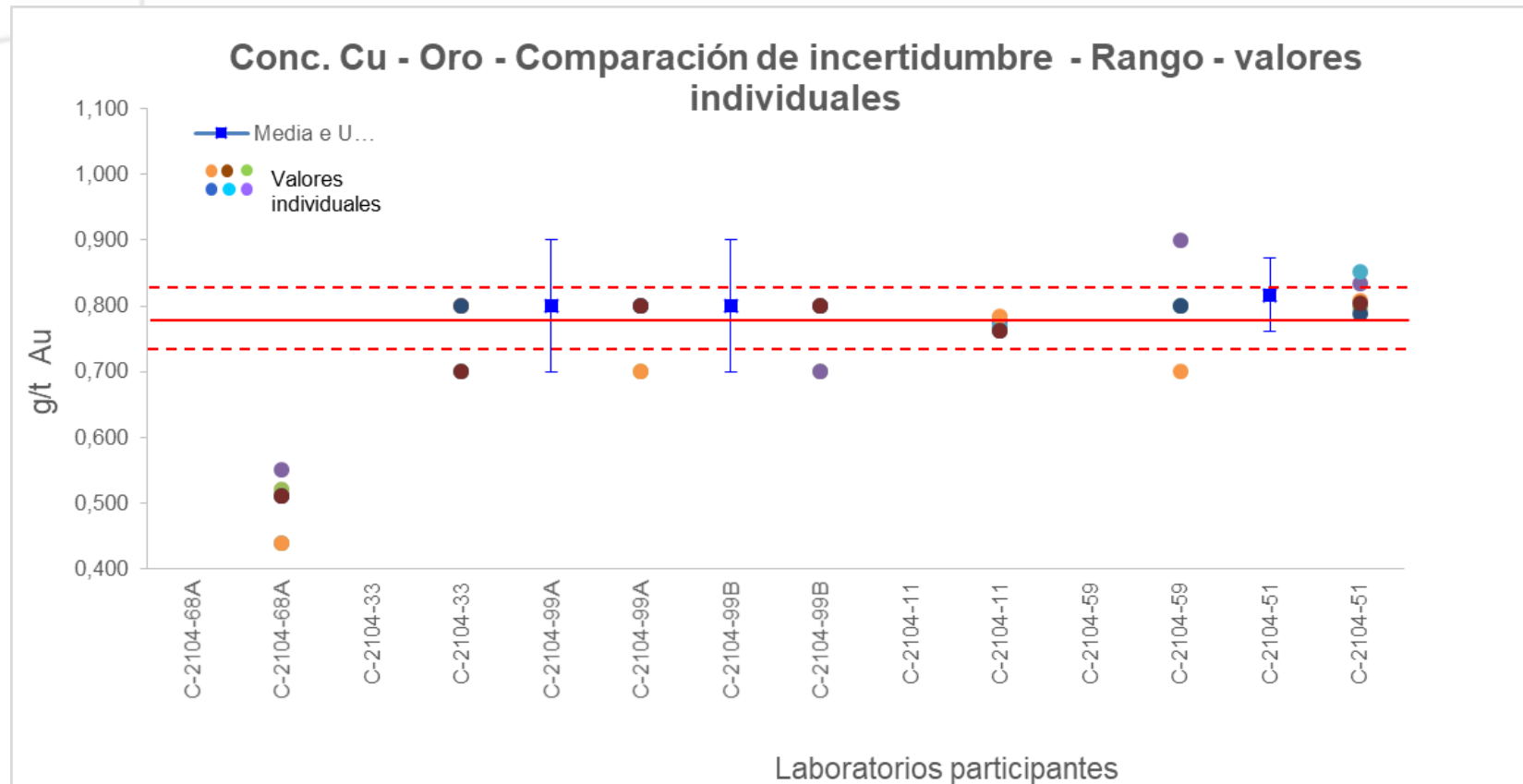
RESULTADOS CONCENTRADO DE COBRE



Para los resultados de Azufre (%), las incertidumbres informadas son similares entre todos los participantes, excepto en un caso del Lab N° 87, donde se puede apreciar una incertidumbre sub estimada ya que el rango de los valores reportados se encuentran por sobre la incertidumbre que se informó $36,628 \pm 0,08$ % S, y el rango de los resultados es 0,3 % S.

ENSAYO DE APTITUD C-1703

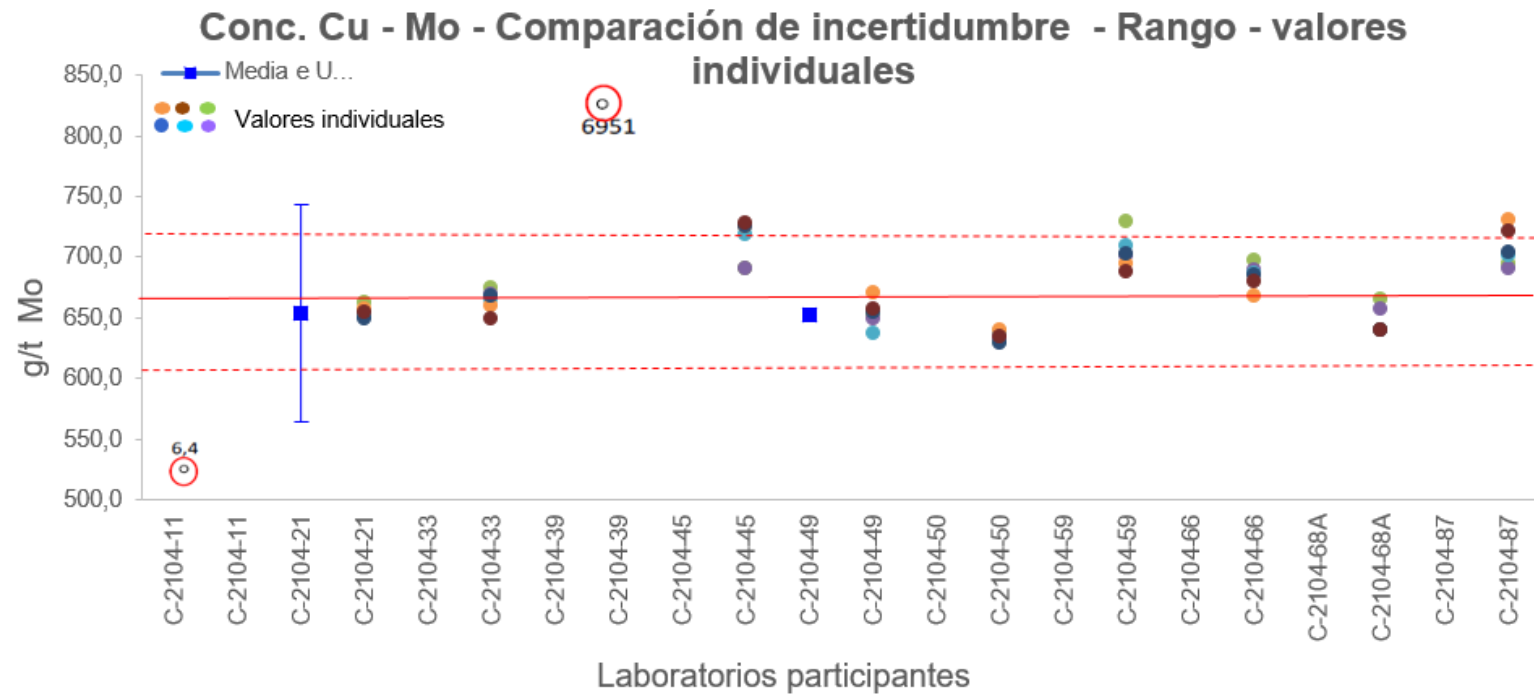
RESULTADOS CONCENTRADO DE COBRE



Para los resultados de Oro (g/t), solo un participante informo un resultado fuera de los límites, los demás tuvieron un desempeño favorable, Solo participaron 7 laboratorio y 3 reportaron la incertidumbre asociada

ENSAYO DE APTITUD C-1703

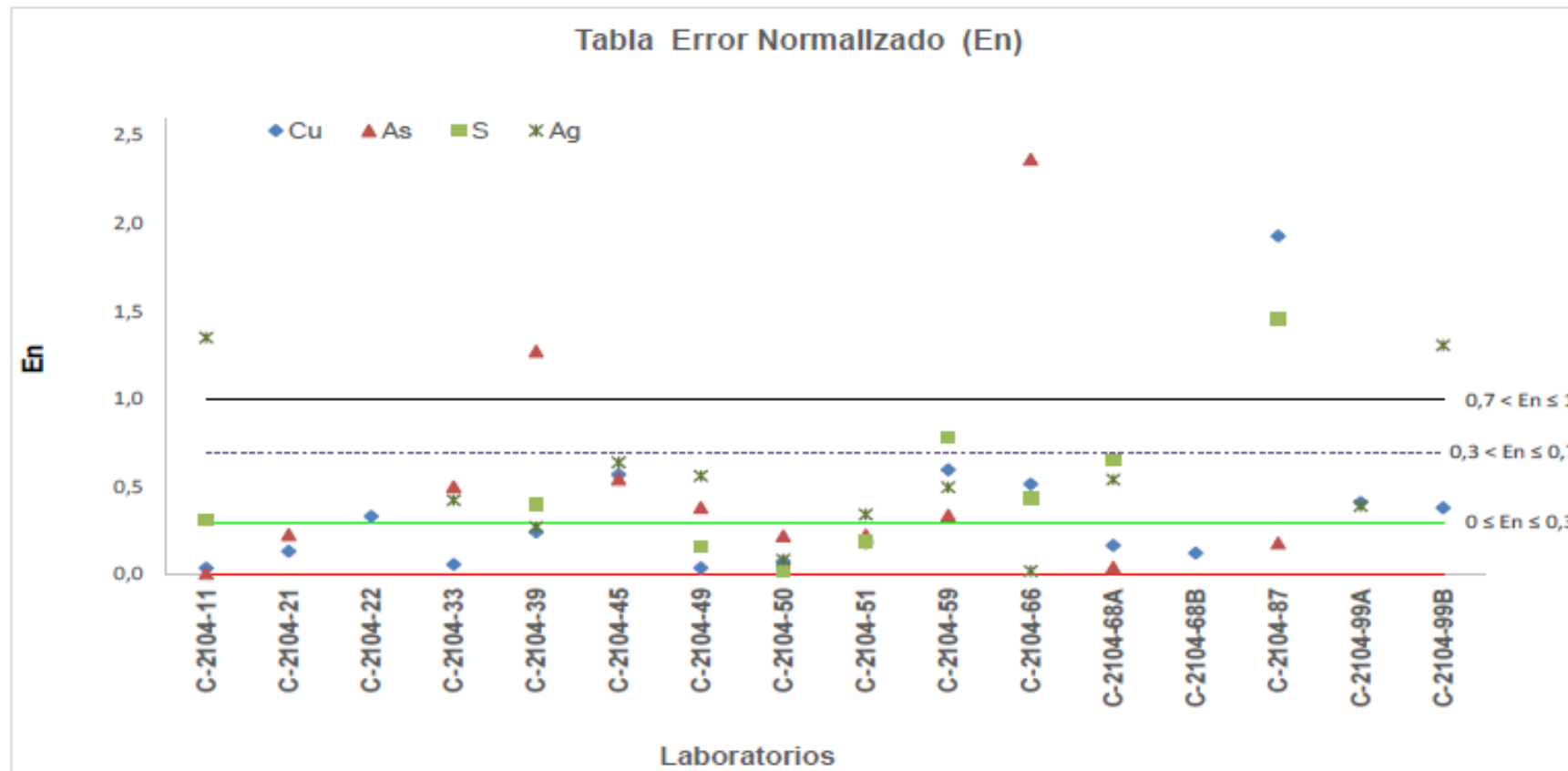
RESULTADOS CONCENTRADO DE COBRE



En el caso de del Molibdeno (g/t), todos los participante fueron evaluados con un buen desempeño, excepto en dos casos, que fueron los Laboratorios N° 11 y N° 39, quienes reportaron resultados erróneos asociados al cálculo y/o unidades de concentración, estos resultados no fueron considerados para la estadística del presente informe. Solo 2 laboratorios reportaron incertidumbre

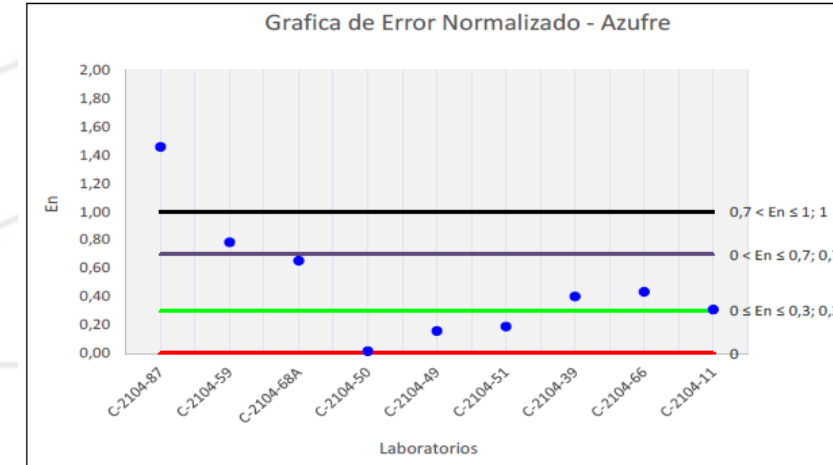
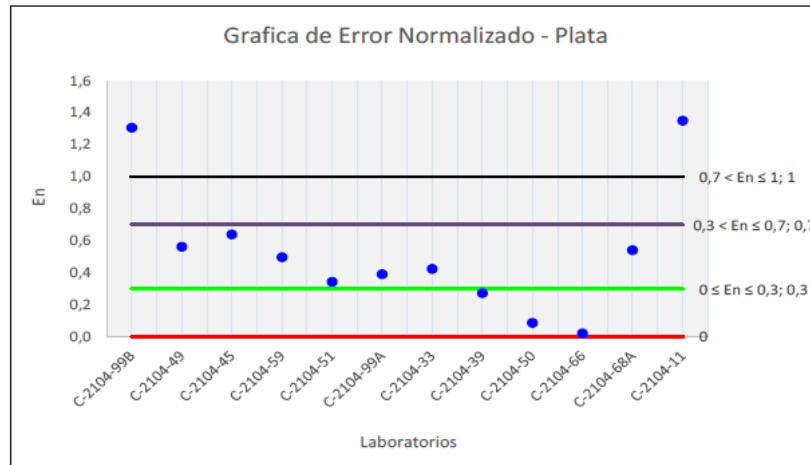
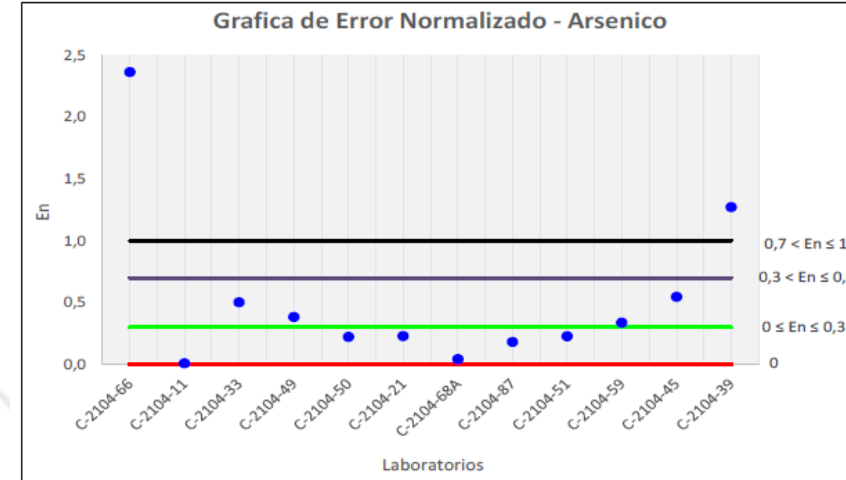
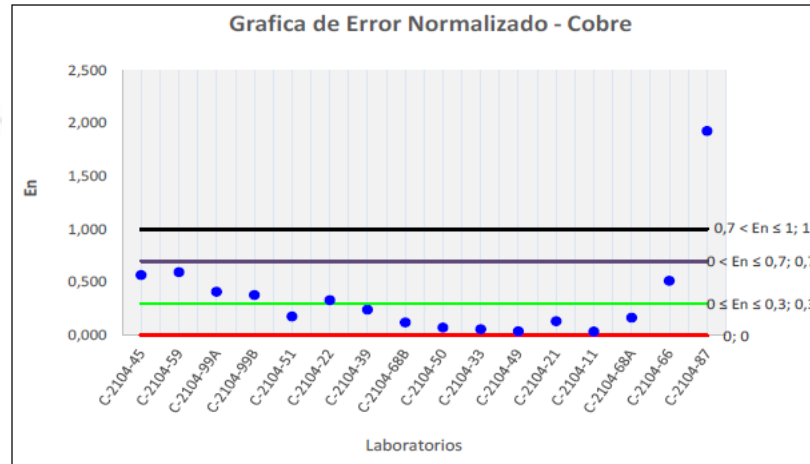
ENSAYO DE APTITUD C-2104

Gráfico Desempeño E_n



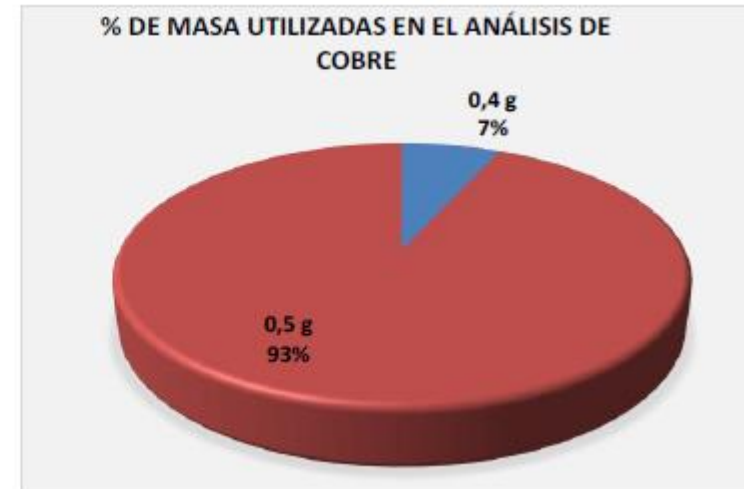
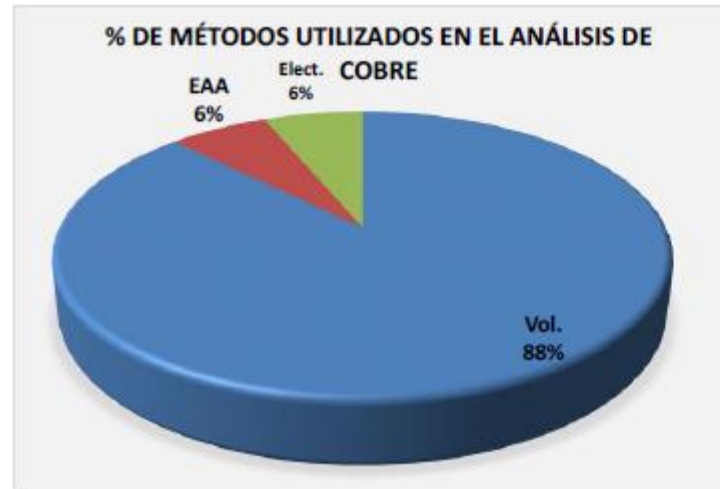
ENSAYO DE APTITUD C-2104

Gráficas Desempeño E_n por elemento



ENSAYO DE APTITUD C-2104

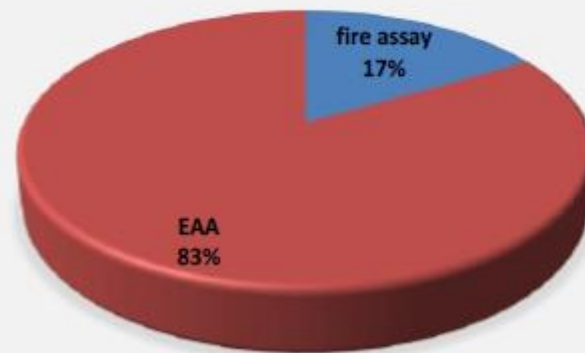
Gráficas por métodos



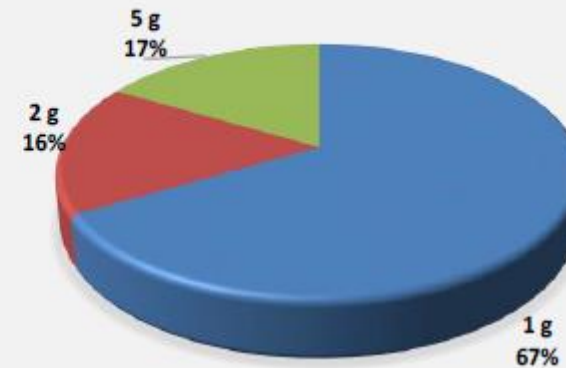
ENSAYO DE APTITUD C-2104

Gráficas por métodos

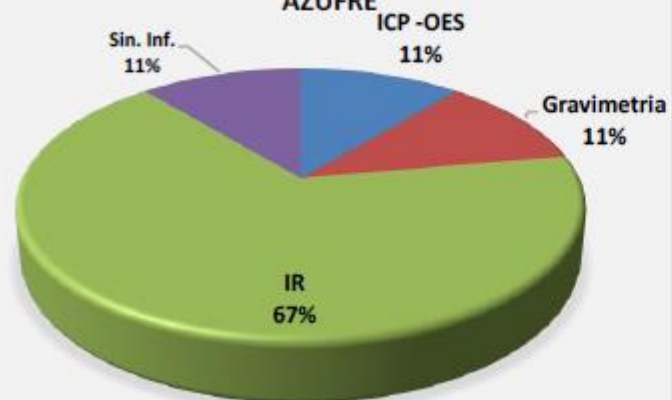
% DE MÉTODOS UTILIZADOS EN EL ANÁLISIS DE PLATA



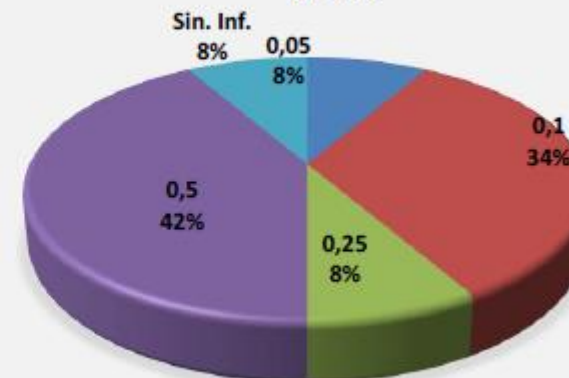
% DE MASA UTILIZADAS EN EL ANÁLISIS DE PLATA



% DE MÉTODOS UTILIZADOS EN EL ANÁLISIS DE AZUFRE



% DE MASA UTILIZADOS EN EL ANÁLISIS DE AZUFRE



ENSAYO DE APTITUD C-2104

Evaluación de Desempeño de participantes

	Cu	As	Ag	S
C-2104-11	Satisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio
C-2104-21	Satisfactorio	Satisfactorio	-	-
C-2104-22	Satisfactorio	-	-	-
C-2104-33	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	-
C-2104-39	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2104-45	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	-
C-2104-49	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2104-50	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2104-51	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2104-59	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2104-66	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2104-68A	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2104-68B	Satisfactorio	-	-	-
C-2104-87	Insatisfactorio	Satisfactorio	-	Insatisfactorio
C-2104-99A	Satisfactorio	-	Satisfactorio	-
C-2104-99B	Satisfactorio	-	Insatisfactorio	-

ENSAYO DE APTITUD C-2104



COMENTARIOS

- En general se puede concluir que el ensayo de aptitud INN-DCH N°C-2104, se realizó con éxito, donde se puede evaluar de forma positiva, la participación de los Laboratorios
- La mayoría de los laboratorios informaron las incertidumbres asociadas a sus resultados por lo que es una mejora con respecto a los EA anteriores, además se detectaron pocas valores anómalos y errores con los resultados de los participantes
- Se considera que la participación en el presente EA es baja, considerando que hay mas laboratorios nacionales que miden en este tipo de matrices.
- Con el presente informe los laboratorios participantes pueden evaluar su propio comportamiento estadístico y usarlo como herramientas para detectar mejoras y oportunidades con los resultados informados

**Gracias por
su Atención !**

An illustration featuring two stylized human figures. The figure on the left is shown in profile, looking upwards with a wide-eyed, open-mouthed expression of confusion or distress. He has his right hand raised to his forehead. The background behind him is dark teal and contains several large, white question marks. The figure on the right is also in profile, looking downwards with a calm, confident expression. He is wearing a red shirt and holding a red folder or document. The background behind him is bright yellow and green, featuring several large, green checkmarks. The overall composition is split vertically, contrasting the state of uncertainty with the state of certainty.

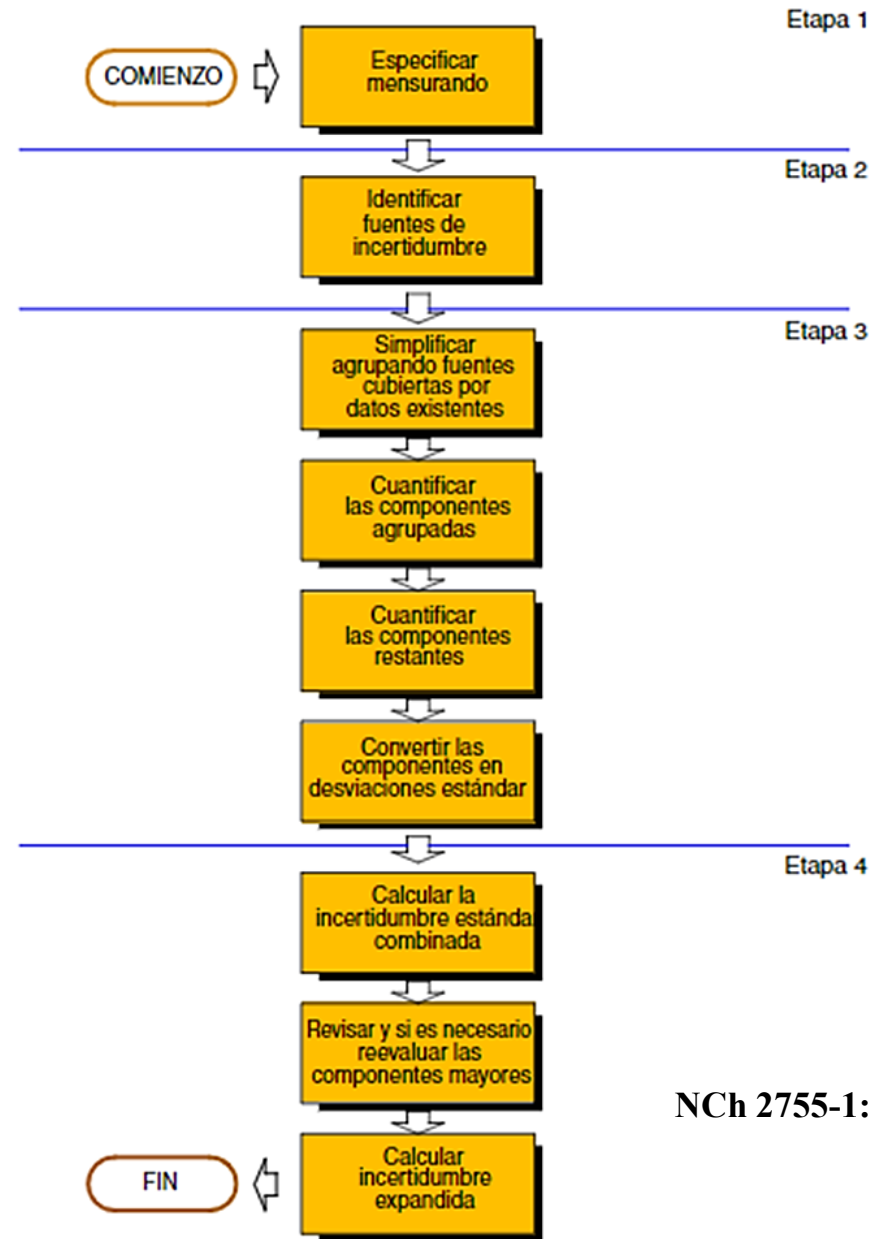
ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

Ing. Q. William Güin

De confusión a certidumbre

Estimación de la Incertidumbre

Proceso de estimación de la incertidumbre de la medición



NCh 2755-1:2019

Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y Convertir

Evaluación Incertidumbre estándar $u(x_i)$ Tipo A

método de evaluación de la incertidumbre por análisis estadístico de una serie de observaciones (ver, además, NCh2631/1)

Desviación estándar de la media de valores **experimentales**

Repetibilidad

$$s_{\bar{x}} = \frac{s}{\sqrt{n}} \longrightarrow u(x) = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\sqrt{n}}$$

Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y Convertir

$$u(\bar{x}) = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\sqrt{n}}$$

$$u(\bar{x}) = \frac{1}{\sqrt{n}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

Estimación de la Incertidumbre

¿ Cuantas veces debemos repetir la medición ?

Se puede apreciar que el grado de “desconocimiento” de $\sigma(\bar{x})$ es de hasta el 76 % cuando únicamente se tienen dos mediciones (un grado de libertad), lo cual dificulta realizar predicciones “acertadas” sobre intervalos de confianza en estimaciones donde intervengan fuentes con un número pequeño de grados de libertad, y principalmente cuando esta fuente de incertidumbre es dominante en la evaluación.

El grado de conocimiento es 24%

Tabla E.1 La desviación típica relativa de la desviación típica experimental de la media \bar{q} de n observaciones independientes de una variable aleatoria q distribuida según una ley normal, respecto a la desviación típica de la media^{(a) (b)} es: $\sigma\{s(\bar{q})\}/\sigma(\bar{q})$

Número de observaciones n	$\sigma\{s(\bar{q})\}/\sigma(\bar{q})$ (en tanto por ciento)
2	76
3	52
4	42
5	36
10	24
20	16
30	13
50	10

(a) Los valores dados han sido calculados a partir de la expresión exacta de $\sigma\{s(\bar{q})\}/\sigma(\bar{q})$, y no a partir de la expresión aproximada $[2(n-1)]^{-1/2}$.

(b) En la expresión $\sigma\{s(\bar{q})\}/\sigma(\bar{q})$, el denominador $\sigma(\bar{q})$ es el valor esperado $E\{s/\sqrt{n}\}$ y el numerador $\sigma\{s(\bar{q})\}$ es la raíz cuadrada de la varianza $V\{s/\sqrt{n}\}$, donde S es la variable aleatoria igual a la desviación típica de n variables aleatorias X_1, \dots, X_n , que siguen una distribución normal de valor medio μ y varianza σ^2 :

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}, \quad \bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i$$

El valor esperado y la varianza de S vienen dados por:

$$E[S] = \sqrt{\frac{2}{n-1}} \frac{\Gamma(n/2)}{\Gamma[(n-1)/2]} \sigma, \quad V[S] = \sigma^2 - E[S]^2$$

Donde $\Gamma(x)$ es la función gamma. Para un número finito n , se cumple que $E[S] < \sigma$.

ISO/IEC Guide 98-3:2008

Estimación de la Incertidumbre

Consultar las siguientes normas:

ISO 21748: 2017

Orientación para el uso de estimaciones de repetibilidad, reproducibilidad y veracidad en la evaluación de incertidumbre de medida

ISO 5725-2: 2019

Precisión (veracidad y precisión) de los métodos y resultados de medición. Parte 2: Método básico para determinar la repetibilidad y reproducibilidad de un método de medición estándar.

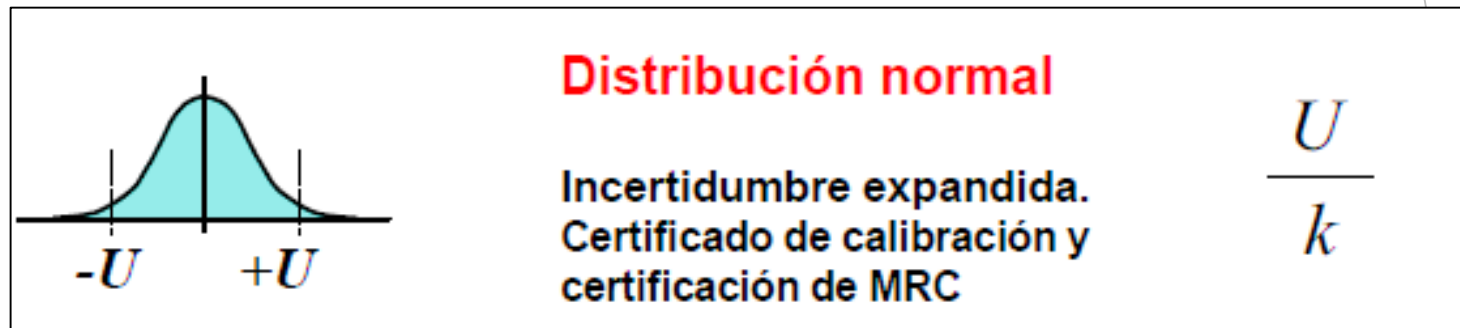
ISO / TS 21749: 2005

Incertidumbre de medición para aplicaciones metrológicas: mediciones repetidas y experimentos anidados

Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y Convertir

Evaluación Incertidumbre estándar $u(x_i)$ Tipo B

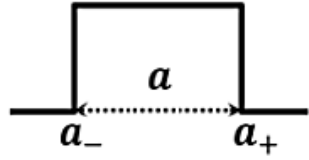
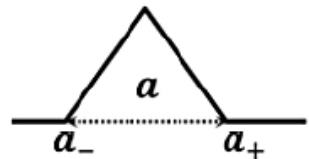


Materiales de referencia certificados de matrices muy similares

Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y Convertir

Evaluación Incertidumbre estándar $u(x_i)$ Tipo B

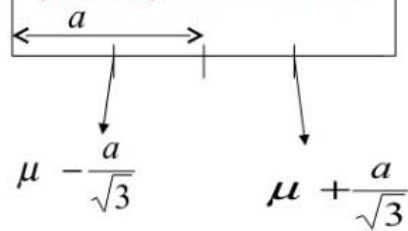
Tipo de Función densidad de probabilidad (FDP)		Cálculo de Incertidumbre de medición	Evaluación de Incertidumbre Estándar	Tipo de medición
FDP Rectangular		$u(x_i) = \frac{(a_+ - a_-)}{2\sqrt{3}}$	Tipo B	Usado cuando se tiene una sola lectura digital
FDP Triangular		$u(x_i) = \frac{(a_+ - a_-)}{2\sqrt{6}}$	Tipo B	Usado cuando se tiene una sola lectura analógica

Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y Convertir

Distribución rectangular

Dentro de la tolerancia cualquier valor es igual de probable que sea el verdadero



Error máximo lectura = $2a$

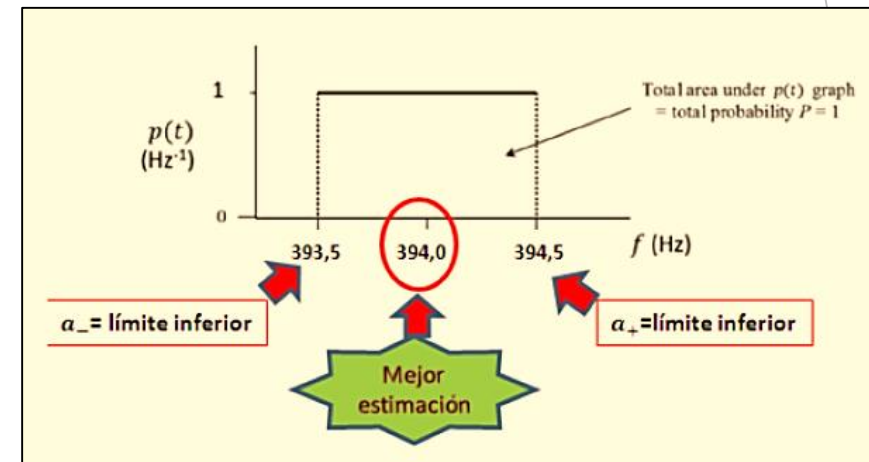
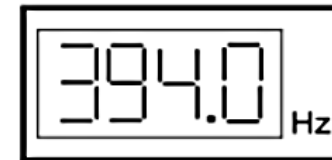
$$u_{res} = \frac{\text{Semiintervalo}}{\sqrt{3}} = \frac{a}{\sqrt{3}}$$

p.e. resolución de una medida en balanza

Resolución = 0.001 g

$a = 0,0005$ g

$U_{res} = 0,0005/\sqrt{3}$



✓ La Incertidumbre de la medición es: $u(f) = \frac{(394,5 - 393,5)}{2\sqrt{3}} = 0,289$

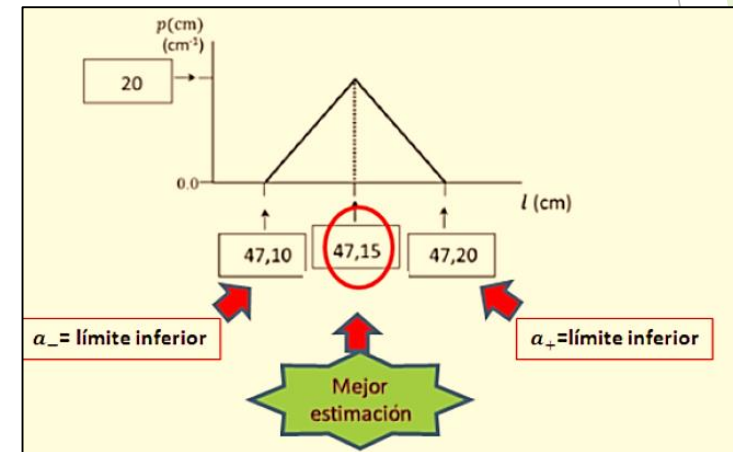
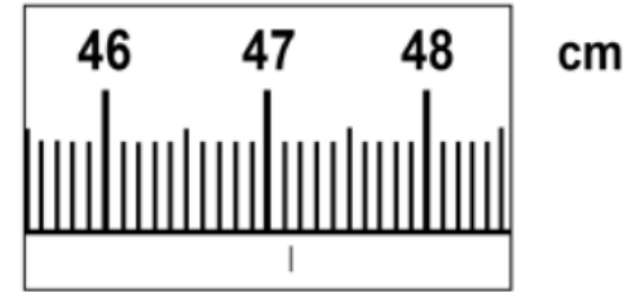
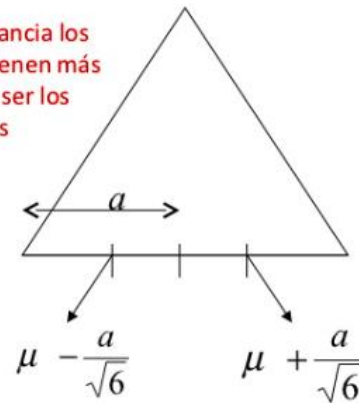
Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y Convertir

Distribución triangular

$$u_{res} = \frac{\text{Semiintervalo}}{\sqrt{6}} = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

Dentro de la tolerancia los valores centrales tienen más probabilidad de ser los verdaderos



✓ La Incertidumbre de medición es: $u(l) = \frac{(47,20 - 47,10)}{2\sqrt{6}} = 0,020$

Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y
Convertir

Cristalería de laboratorio - Pipetas de un volumen

Table 1 — Nominal volumes and maximum permissible errors

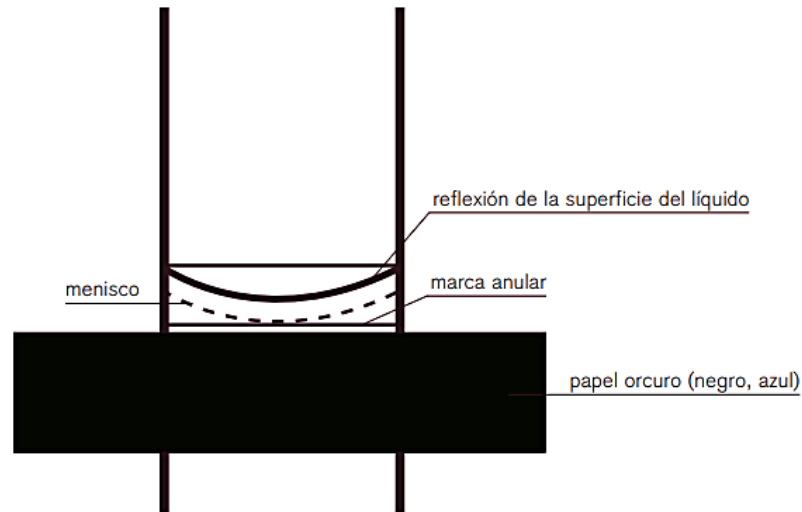
Nominal volume ml	Maximum permissible error	
	Class A and AS ± ml	Class B ± ml
0,5	0,005	0,010
1	0,008	0,015
2	0,010	0,02
5	0,015	0,03
10	0,02	0,04
20	0,03	0,06
25	0,03	0,06
50	0,05	0,10
100	0,08	0,15

ISO 648:2008

Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y
Convertir

AJUSTE DEL MENISCO EN APARATOS VOLUMÉTRICOS



Ing. Q. William Gün

Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y
Convertir

Incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$

Variables independientes

$$u_c(y(x_1, x_2, \dots)) = \sqrt{\sum_{i=1, n} c_i^2 u(x_i)^2} = \sqrt{\sum_{i=1, n} u(y, x_i)^2}$$

Variables NO independientes

$$u(y(x_i, j, \dots)) = \sqrt{\sum_{i=1, n} c_i^2 u(x_i)^2 + \sum_{\substack{i, k=1, n \\ i \neq k}} c_i c_k \cdot u(x_i, x_k)}$$

Ing. Q. William Gün

Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y
Convertir

Incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$

Regla 1

Para modelos que involucran sólo una suma o diferencia de cantidades, por ejemplo, $y = (p + q + r + \dots)$, la incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$ está dada por:

$$u_c(y(p, q, \dots)) = \sqrt{u(p)^2 + u(q)^2 + \dots}$$

Regla 2

Para modelos que involucran sólo un producto o cociente, por ejemplo, $y = (p \cdot q \cdot r \cdot \dots)$ o $y = p/(q \cdot r \cdot \dots)$, la incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$ está dada por:

$$u_c(y) = y \sqrt{\left(\frac{u(p)}{p}\right)^2 + \left(\frac{u(q)}{q}\right)^2 + \dots}$$

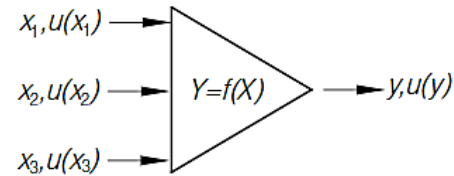
NCh 2755-1:2019

Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y
Convertir

Incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$

Evaluación de la Incertidumbre utilizando la Simulación de Montecarlo (MCS)



Aproximación numérica de Kragten

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N [y(x_i + u(x_i)) - y(x_i)]^2}$$

Estimación de la Incertidumbre

Variables independientes

Incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$

Calcular o estimar el coeficiente de sensibilidad c_i de cada fuente

El coeficiente de sensibilidad C_i , también llamado “factor de sensibilidad” describe, qué tan sensible es el mensurando Y con respecto a variaciones de la magnitud de entrada (o de influencia) correspondiente X_i .

Si la influencia de X_i en Y está conocida mediante una ecuación matemática $Y = f(X_i)$, el coeficiente de sensibilidad c_i se calcula por la derivada de f con respecto a X_i :

$$c_i = \partial Y / \partial X_i$$

NCh 2755-1:2019

Fuente: Dra. Rocío Arvizu, Incertidumbre, CENAM, 2019.

Estimación de la Incertidumbre

Variables independientes

Calcular o estimar el coeficiente de sensibilidad c_i de cada fuente

Determinación de la incertidumbre del método de análisis de aflatoxinas por HPLC en pasa de uva

$$\text{Concentración en } \frac{\mu\text{g}}{\text{kg}} = C_x = C_{\text{HPLC}} \frac{V_1 \cdot V_2}{V_3 \cdot M} \cdot \frac{1}{R}$$

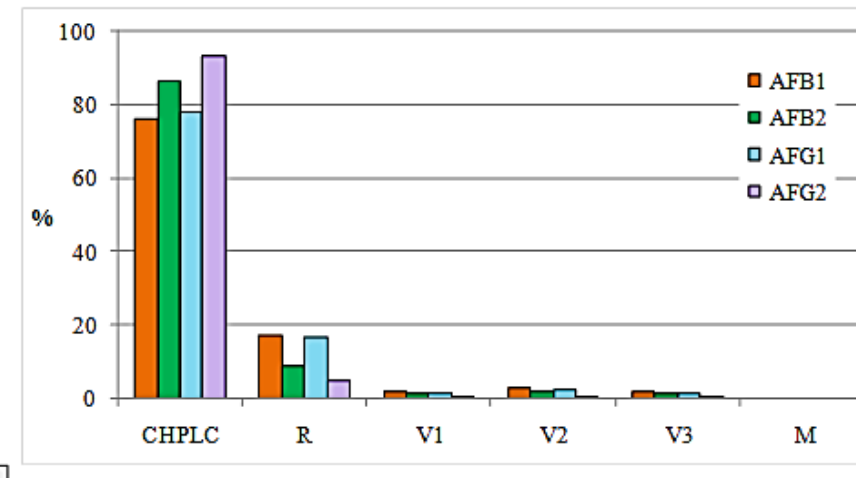
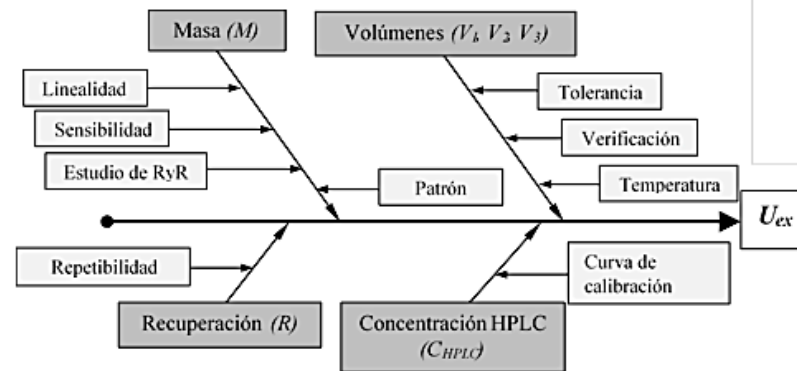
Variable	Ecuación correspondiente
M	$c_M = \frac{\partial C_x}{\partial M} = \frac{C_{\text{HPLC}} \cdot V_1 \cdot V_2}{V_3 \cdot M^2} \cdot \frac{1}{R}$
V_1	$c_{V_1} = \frac{\partial C_x}{\partial V_1} = \frac{C_{\text{HPLC}} \cdot V_2}{V_3 \cdot M} \cdot \frac{1}{R}$
V_2	$c_{V_2} = \frac{\partial C_x}{\partial V_2} = \frac{C_{\text{HPLC}} \cdot V_1}{V_3 \cdot M} \cdot \frac{1}{R}$
V_3	$c_{V_3} = \frac{\partial C_x}{\partial V_3} = \frac{C_{\text{HPLC}} \cdot V_1 \cdot V_2}{V_3^2 \cdot M} \cdot \frac{1}{R}$
R	$c_R = \frac{\partial C_x}{\partial R} = \frac{C_{\text{HPLC}} \cdot V_1 \cdot V_2}{V_3 \cdot M} \cdot \frac{1}{R^2}$
C_{HPLC}	$c_{C_{\text{HPLC}}} = \frac{\partial C_x}{\partial C_{\text{HPLC}}} = \frac{V_1 \cdot V_2}{V_3 \cdot M} \cdot \frac{1}{R}$

Estimación de la Incertidumbre

Variables independientes

Calcular o estimar el coeficiente de sensibilidad c_i de cada fuente

Determinación de la incertidumbre del método de análisis de aflatoxinas por HPLC en pasa de uva

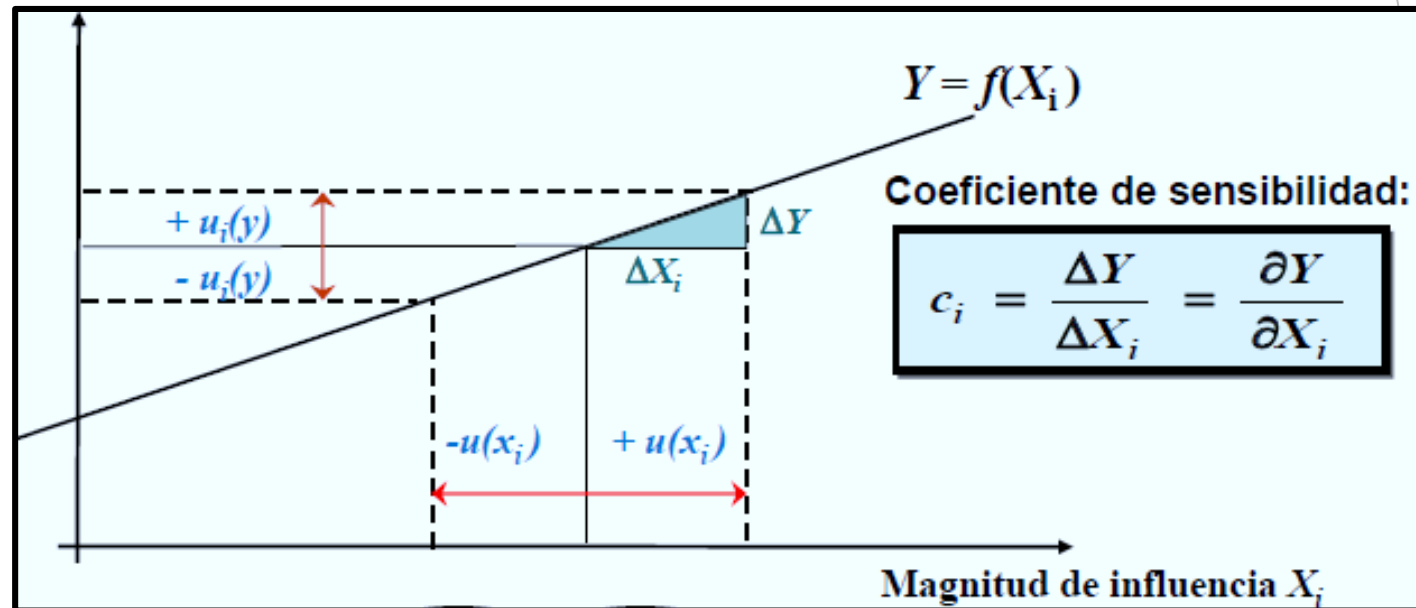


<http://dx.doi.org/10.14483/22487638.12896>

Estimación de la Incertidumbre

Variables independientes

Calcular o estimar el coeficiente de sensibilidad c_i de cada fuente



Fuente: Organismo de Acreditación Ecuatoriano, Incertidumbre de la Medición.
2014

Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y
Convertir

Incertidumbre Expandida $U(y)$

$$U(y) = u_c(y) \cdot k$$

Resultado: $(x \pm U)$ (unidades)

en que la incertidumbre informada es [una incertidumbre expandida como se define en NCh2450] calculada usando un factor de cobertura de 2, [el cual proporciona un nivel de confianza del 95% aproximadamente].

NCh 2755-1:2019

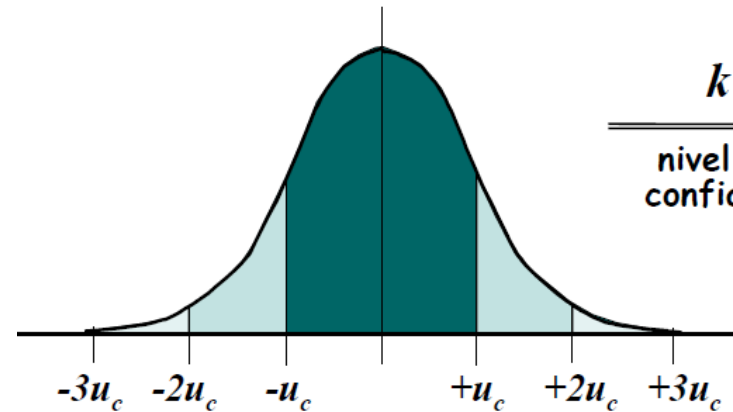
Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y
Convertir

Incertidumbre Expandida $U(y)$

Incertidumbre Expandida:

$$U(y) = u_c(y) \cdot k$$



k	1	2	3
nivel de confianza	68.3%	95.4%	99.7%

- Aumentar el nivel de confianza.
- k es elegido por el usuario según conveniencia.

Fuente: Dra. Rocío Arvizu, Incertidumbre, CENAM, 2019.

Estimación de la Incertidumbre

Incertidumbre Expandida $U(y)$

$$U(y) = u_c(y) \cdot k \quad \leftarrow \quad \text{¿Cómo elegir a } K ?$$

- 1.- Según el nivel de confianza requerido.
- 2.- Cualquier conocimiento que se tenga de las distribuciones.
- 3.- Cualquier conocimiento del número de valores para estimar los efectos aleatorios.
- 4.- Cuando esté en presencia con menos de 6 grados de libertad aproximadamente, proveniente de una contribución dominante se recomienda utilizar el valor de dos colas de la distribución de Student. **¿Cómo puedo saber la dominancia de una contribución?**
- 5.- Cuando está en presencia con menos de 6 grados de libertad aproximadamente, proveniente de varias contribuciones dominante se recomienda calcular los grados de libertad efectivos. (Consultar la norma NCh 2631-1)

$$v = n - 1$$

$$v_{ef.} = \frac{s_y^4}{\sum_{i=1}^k \frac{s_i^4}{v_i}}$$

Estimación de la Incertidumbre

Informando la incertidumbre expandida $U(y)$

$$U(y) = u_c(y) \cdot k$$

$$V_{\text{cilindro}} = (1.998\ 5 \pm 0.002\ 6) \text{ L} \quad (k=2)$$

$$\gamma_{(Pb, H_2O)} = (2.78 \pm 0.61) \text{ mg/L} \quad (k=2)$$

$$w_{Cd} = 0.885\ 1 \text{ mg/kg}$$

$$U(w_{Cd}) = 0.003\ 6 \text{ mg/kg} \quad (k=2)$$

Concentración de masa de Cr en agua de 0,578 mg/L

$$U_{rel} = 0,16\ \% \quad (k=2)$$

Fuente: Dra. Rocío Arvizu, Incertidumbre, CENAM, 2019.

Estimación de la Incertidumbre

Informe de la incertidumbre

El modelo matemático de la medición, descrito mediante una expresión matemática acompañada de la nomenclatura correspondiente y la mención explícita de las hipótesis necesarias para su validez.

La lista de las fuentes de incertidumbres significativas y una descripción, breve y suficiente de las mismas.

La mención a fuentes de incertidumbre que típicamente no aportan contribuciones significativas, pero que pueden resultar significativas bajo condiciones que pudieran ocurrir en el transcurso de una medición.

Una tabla con los componentes de incertidumbre que contenga al menos, para cada fuente de incertidumbre, su variabilidad, la distribución de probabilidad que se le asocie, el coeficiente de sensibilidad y su contribución a la incertidumbre estándar combinada de la medición. La tabla también debe mostrar la incertidumbre estándar combinada y expandida.

Una nota relativa a la distribución de probabilidad del mensurando.

Recomendaciones sobre el cálculo y la expresión de la incertidumbre expandida de la medición, incluyendo preferentemente y cuando aplique, los grados de libertad asociados a cada contribución y el número efectivo de grados de libertad.

Una nota de advertencia sobre el propósito único de ilustración de la tabla presentada y sobre la obligación de cada laboratorio a realizar sus propias pruebas y consideraciones sobre la estimación de la incertidumbre de sus mediciones.

Fuente: Dra. Rocío Arvizu, Incertidumbre, CENAM, 2019.

Estimación de la Incertidumbre

Informe de la incertidumbre

Descripción del Mensurado

Modelo matemático de la medición

Descripción de la parte experimental / de Fuentes de incertidumbres significativas

Tabla con los componentes de incertidumbre

Nota relativa a la distribución de probabilidad del mensurado

Reporte del mensurado y la incertidumbre asociada

ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE PARA MEDICIÓN DE LA CONCENTRACIÓN EN MASA DE Zn EN SUELO POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA-FLAMA

$$\gamma_{xi} = \gamma_{(x-B)} \cdot fd_1 \cdot fd_2$$

Los resultados se obtuvieron con un equipo de Espectrofotometría de absorción atómica (EAA) Varian, SpectAA-10 plus. Las condiciones utilizadas fueron:

- Flama aire-acetileno.
- Lámpara de cátodo hueco de Zn.
- Longitud de onda de 213.8 nm
- Ancho de ventana de 1.0 nm [2].

Se usó un material de referencia certificado de Zinc (CEMAM DMR-610) para elaborar la curva de calibración y un suelo de referencia (Montana Soil, Moderately Elevated Trace Element Concentrations, NIST Standard Reference Material 2711) para obtener la concentración de masa (mg/kg) de Zn. Se pesó 0.5 g de suelo y se digirió en un horno de microondas CEM MARS6 siguiendo el método EPA 3051a). Por cada lote se incluyó un blanco de reactivos (NRC) concentrado, Baker, (R.A.).



magnitud	v	unidades	u	u/v
$\gamma(x-B)$	1.67	mg/L	0.017500	0.0105
m	0.0005	kg	0.000000	0.0001
Volumen	0.100	L	0.000025	0.0002
concentración de masa	333.98	mg/Kg	3.5	0.0105

k = 2

Incertidumbre experimental calculada usando un factor de cobertura $k = 2$, para un nivel de confianza de aproximadamente 95 %

U =	333.98 ± 7	mg/Kg.
Urel =	2	%

Fuente: Dra. Hilda Rivas. Pilar Fernández, Incertidumbre, UNAM, 2006.

Estimación de la Incertidumbre



EJEMPLO DE ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE EN
MEDICIONES DE FRACCIÓN EN MASA DE COBRE EN
MINERAL DE COBRE, EMPLEANDO LA TÉCNICA DE
ESPECTROMETRÍA

(Fundamentos básicos a considerar)

Instituto Metrológico Nacional de Chile (INM)



Ing. Q. William Gün



Institutos Designados/Candidatos

Los Institutos Designados y Candidatos de la Red Nacional de Metrología según cada área son los siguientes:

- 1.-Instituto Designado en Masa - CESMEC
- 2.-Instituto Designado en Temperatura - CESMEC
- 3.-Instituto Designado en Longitud - DICTUC
- 4.-Instituto Designado en Fuerza - IDIC
- 5.-Instituto Designado en Presión - ENAER
- 6.-Instituto Designado en Magnitudes Eléctricas - UDEC
- 7.-Instituto Designado en Humedad - ENAER
- 8.-Instituto Designado en Química - Metales y sus aleaciones - CODELCO**
- 9.-Instituto Designado en Radiaciones Ionizantes - CCHEN
- 10.-Instituto Designado en Microbiología y Química de Alimentos . ISPCh
- 11.-Instituto Candidato en Química para Agua y Alimentos - ISPCh
- 12.-Instituto Candidato en Par Torsional - ASMAR



Ing. Q. William Gün

Marco Legal

Firma de la Convención del Metro - BIPM

La República de Chile se convirtió en Estado Miembro el **3 de abril de 1908** en París, Francia.

Firma de Reconocimientos Mutuo – CIPM-MRA

Firmado por el Sr. Raúl NÚÑEZ-BRANTES (entonces Jefe de División de Metrología, INN) ante el CIPM el **18 de octubre de 2000**.

Decreto Supremo No. 215/2009

Ministerio de Economía Fomento y Reconstrucción - Reconoce al Instituto Nacional de Normalización como Organismo Coordinador y Supervisor de los Laboratorios Designados Integrantes de la Red Nacional de Metrología (RNM), promulgación **13 agosto 2009**.

Reglamento de la Red Nacional de Metrología

Aprobado por el Consejo del Instituto Nacional de Normalización en sesión de fecha **27 de marzo de 2013**



Ing. Q. William Gün

Instituto Designado CODELCO

En el año 2007, a través del **Decreto Supremo N° 347 del 17 de diciembre de 2007** del Ministerio de Economía, Fomento y Reconstrucción, dicho Ministerio, reconoció y designó como Laboratorio Nacional de Referencia en el ámbito de la metrología química, al Laboratorio Químico de la División Codelco Norte.

Decreto:

Artículo 1º: Reconócese como Laboratorio Nacional de Referencia en el ámbito de la metrología química que se expresa más adelante, al Laboratorio Químico de la División Codelco Norte, el cual mientras mantenga la mejor capacidad analítica en estas materias, pasará a integrarse a la Red Nacional de Metrología de Chile, que coordina y supervisa el Instituto Nacional de Normalización, suscribiendo un convenio al efecto.

Artículo 2º: Reconócese al Laboratorio Químico de la División Codelco Norte la capacidad de entregar trazabilidad y comparabilidad en determinaciones analíticas realizadas a nivel nacional en el área de la medición y certificación de cobre en mineral y concentrado de cobre.



Ing. Q. William Gün

Inversiones realizadas en el Instituto Designado CODELCO

CONVENIO DE DESEMPEÑO (Años)	Gasto Ejecutado (\$ pesos)
2016	18.859.957
2017	26.716.533
2018	22.813.552
2019	100.171.638
2020	299.991.887
2021	45.945.742
Total	514.499.309

2022

\$ 212.355.000



Ing. Q. William Gün

Inversiones realizadas en el Instituto Designado CODELCO



Ing. Q. William Gün

Metrología y Negocios

“Lo que no se puede medir, no se puede mejorar.”

Lord Kelvin

Calidad



Controle



Medición Adecuada



Metrología

“Metrología es la Ciencia de la Medición”



Metrología y Negocios

El Comercio Internacional requiere Trazabilidad y Comparabilidad



Actividades técnicas realizadas e impacto económico ID-CODELCO



Ing. Q. William Gün

Importancia técnica e impacto económico

Metals and pure materials

PTB

- Copper production in Chile about 2×10^9 kg per year
- **0.05% measurement error may lead to a loss of 100 million US \$ per year**
- Comparable measurements traceable to the SI basis for a good economy and fair trade

Estimar el Error

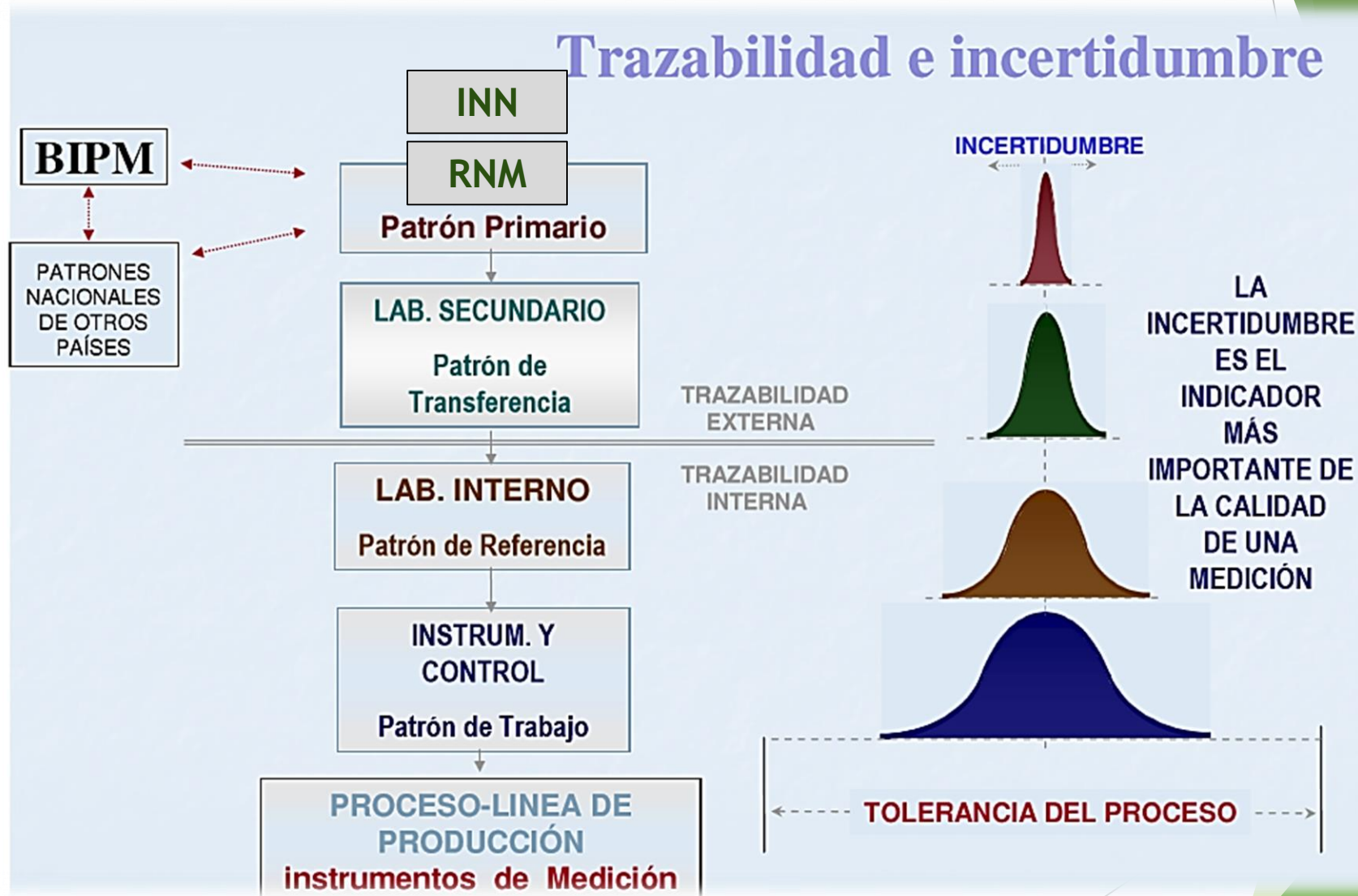
Industria Minera más competitiva

R. Kaarls, 23 report CCQM (<http://www.bipm.org/en/committees/cc/ccqm/>)



Ing. Q. William Gün

Importancia técnica e impacto económico



Ing. Q. William Gün

BIPM- Metrology in Chemistry and Biology (CCQM) Inorganic Analysis Working Group (IAWG)

CCQM-K143 Comparison of Copper Calibration Solutions Prepared by NMIs/DIs

- 1 National Institute of Standards and Technology, NIST, EEUU.
- 2 Physikalisch-Technische Bundesanstalt, PTB, Alemania.
- 3 National Institute of Metrology, Quality and Technology, Brasil
- 4 National Research Council, Canadá.
- 5 National Copper Corporation of Chile**
- 6 National Institute of Metrology, P.R. of China
- 7 European Commission Joint Research Center
- 8 Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung , Alemania
- 9 National Physical Laboratory, India
- 10 Research Center for Metrology, Indonesian Institute of Sciences
- 11 National Metrology Institute of Japan
- 12 Kenya Bureau of Standards
- 13 Korea Research Institute of Standards and Science
- 14 Centro Nacional de Metrología de México
- 15 National Institute of Metrology, Romania
- 16 Ural Scientific Research Institute for Metrology
- 17 National Metrology Institute of South Africa
- 18 Ulusal Metroloji Enstitüsü, National Metrology Institute of Turkey
- 19 LGC Group, UK.



Ing. Q. William Gün

Importancia técnica e impacto económico



UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE
National Institute of Standards and Technology
Gaithersburg, Maryland 20899-8391

15 September 2016

INVITATION TO PARTICIPATE

CCQM-K143 and CCQM-P181 Comparison of Copper Calibration Solutions Prepared by NMIs/DIs

Dear Colleagues:

We kindly invite you to participate in the CCQM key comparison K143 and/or the CCQM pilot study P181. K143 and P181 are to be run in parallel, with the common title given above. As stated in the title, the purpose of K143/P181 is to evaluate the capabilities of the participants in the preparation of copper calibration solutions. Please find attached the technical protocol, results submission form, and registration form.

Rationale

For inorganic chemical analysis, metrological traceability to the SI is most often established



Ing. Q. William Gün

Importancia técnica e impacto económico

RESULTS REPORT FORM (Page 1 of 2)

CCQM-K143 and CCQM-P181 Comparison of Copper Calibration Solutions Prepared by NMIs/Dis

Contact Name: Patricia Romero Arancibia

Institute: Laboratorio Codelco – Red Nacional Metrológica Chile

Address: 11 Norte 1292 – Calama – Chile

Telephone: (+56) (552) - 323503 -329688

Email: promero@codelco.cl

Instructions:

The tables for reporting data are found on the second page.
In addition to reporting the data in the tables, please print

RESULTS REPORT FORM (Page 2 of 2)

CCQM-K143 and CCQM-P181 Comparison of Copper Calibration Solutions Prepared by NMIs/DIs

Your Copper Solution

Copper mass fraction g/kg	9,9897	g/kg
Combined standard uncertainty, u_c	0,0009	g/kg
Effective degrees of freedom, ν_{eff}	15	
Coverage factor, k^a	2,1315	
Expanded uncertainty, U^b g/kg	0,0019	g/kg

^a Coverage factor for a level of confidence of approximately 95 %.

^b Expanded uncertainty at a level of confidence of approximately 95 %.



Ing. Q. William Gün

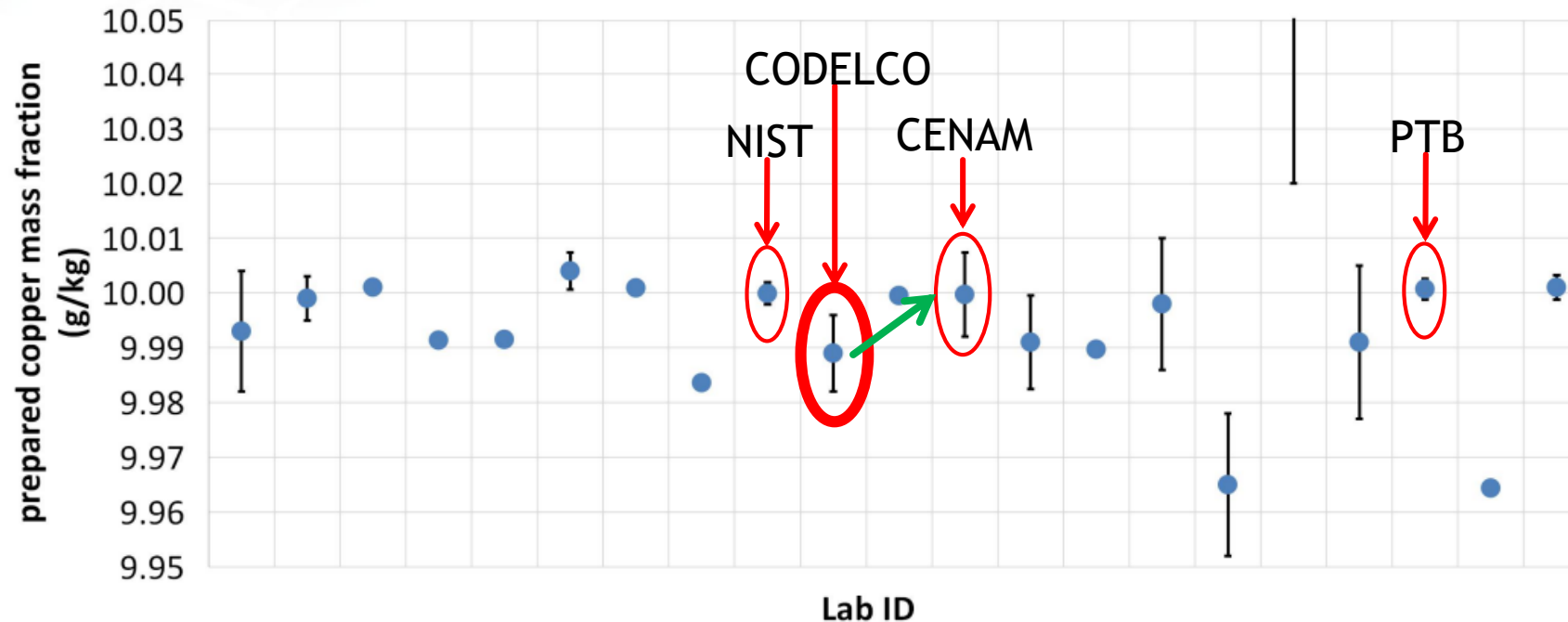
Importancia técnica e impacto económico

NIST

MATERIAL MEASUREMENT LABORATORY

SAMPLE PREPARATION

- Target copper mass fraction: 10 g/kg
 - Acceptable range: 9.9 g/kg to 10.1 g/kg



Ing. Q. William Gün

Importancia técnica e impacto económico

CODELCO Norte
Produciendo Futuro

CORPORACION NACIONAL DEL COBRE
DIVISION CODELCO NORTE

SISTEMAS DE GESTION DE SEGURIDAD Y SALUD OCUPACIONAL

REGISTRO DE COMUNICACIONES, CAPACITACIÓN Y DISTRIBUCION DE DOCUMENTOS

CODIGO: R-006.SSO

NOMBRE RELATOR (ES): William Gün

FECHA: 22-11-2018 HORA INICIO: 16:00 HORA DE TERMINO: 16:40

LUGAR: Edificio Corporativo piso 3A

OBJETIVOS:

Materias: importancia de la metrología química para Codelco y nivel país.
Pol del Loc como MS en la red nacional de metrología

COMPROMISOS:

PARTICIPANTES:

NOMBRE	SAP/Archivo/RUT	ÁREA	FIRMA
1.- <u>José Carlos Bellón</u>	<u>53643</u>	<u>GRND - DCC</u>	<u>[Firma]</u>
2.- <u>Christian González Muñoz</u>	<u>38270</u>	<u>GRND</u>	<u>[Firma]</u>
3.- <u>Patricia Romero</u>	<u>28840</u>	<u>GRND - LCC</u>	<u>[Firma]</u>
4.-			
5.-			

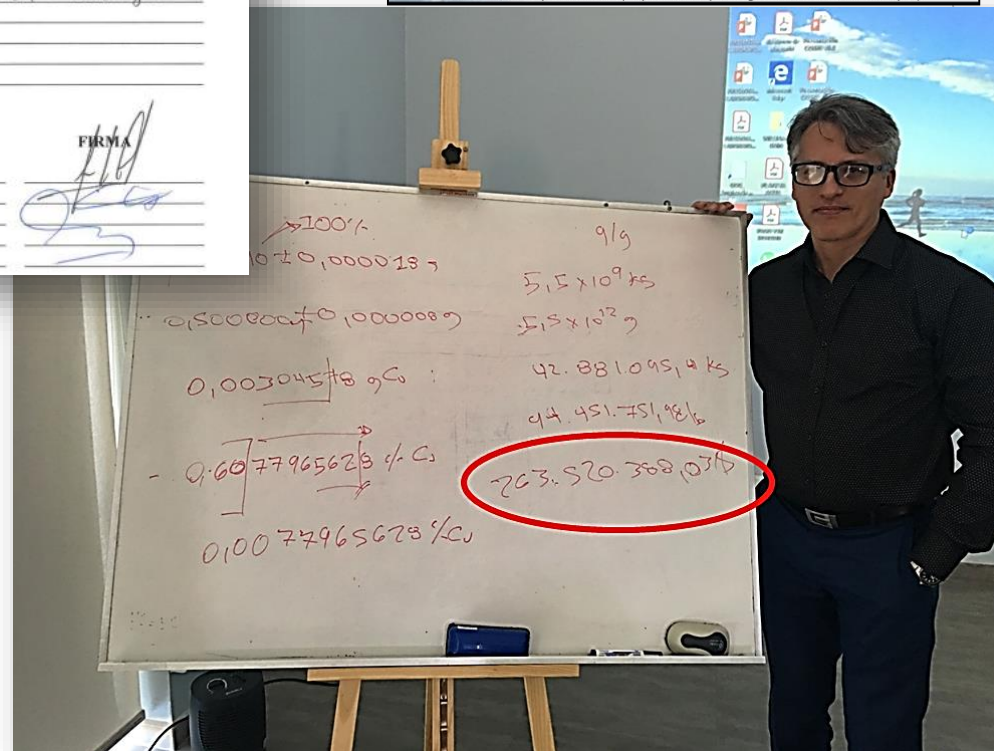
Metals and pure materials **PTB**

- Copper production in Chile about 2×10^9 kg per year
- 0.05% measurement error** may lead to a loss of 100 million US \$ per year
- Comparable measurements traceable to the SI basis for a good economy and fair trade

Industria Minera más competitiva

Estimar el Error

R. Kaaris, 23 report CCQM (<http://www.bipm.org/en/committees/cc/ccqm/>)



CENTRO NACIONAL DE METROLOGIA **DNV**

Reunión vía **Webex** INN-CNM
08 de Junio 2018

Objetivo
Atender la solicitud del INM, que William Gün nos hizo por correo electrónico el 5 de junio 2018, para una consultoría metrología integral para la creación y puesta en marcha de un laboratorio de alto nivel metrología en determinación de metales y aleaciones.

Participan
INN – William Gün Tovar – Asesor Experto División de Metrología.
CENAM – Ing. Velina Lara – Director de Análisis Inorgánico
Ing. Antonio Salas – Director de Materiales de Referencia
M.C. Arquímedes Ruiz – Director de Planeación, Vinculación e Innovación
M.C. Carmen Marina Trejo M. – Líder de Proyectos

Desarrollo

1. Presentación de los participantes
2. Antecedentes. William comentó los antecedentes en la interacción INN – CNM. Particularmente había interactuado con el Dr. Yoshito Mitani desde el año 2007 en una reunión en Alemania, y posteriormente en reuniones del CCQM del 2014 y 2015. También comentó su visita al CENAM al laboratorio de pH.
3. William comentó que la Corporación Nacional de Cobre (CODELCO) es un laboratorio designado que el INN desea fortalecer, para ser un laboratorio de alto nivel metrología. Actualmente cuentan con un laboratorio de proceso y cuentan con dos personas en el laboratorio.



Ing. Q. William Gün

Importancia técnica e impacto económico



Propuesta

Consultoría sobre el método primario en el marco del CCQM-BIPM.

Método de dilución isotópica para concentrado de Cobre con espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (DI-ICP-MS) y evaluación de la competencia técnica de acuerdo a las normas ISO/IEC 17043-2016 e ISO 13528:2015.

Para:

**Laboratorio Nacional de Referencia en Química – CODELCO
Instituto Nacional de Normalización de Chile**



Ing. Q. William Gün

Importancia técnica e impacto económico

200 g por \$450 dólares

50 mL por \$894 dólares

Natural Resources Canada / Ressources naturelles Canada

CCRMP / Canadian Certified Reference Materials Project

PCMRC / Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Certificate of Analysis

First issued: June 2016 / Version: June 2016

CCU-1e

Certified Reference Material for a Copper Concentrate

Table 1 – CCU-1e Certified Values

note: The values were generally derived from digestion methods using various acids and various complete digestion techniques. The footnotes indicate further details of analytical methods used to determine certified, provisional or indicative values. For more detailed information, please refer to the certification report.

Element	Units	Mean	Within-lab Standard Deviation	Between-labs Standard Deviation	95% Confidence Interval of Mean
Ag	µg/g	205.2	3.4	4.9	2.0
Al non AD2 ^a	%	0.1385	0.0042	0.0074	0.0033
As	%	0.101	0.003	0.014	0.005
Au ^b	µg/g	20.27	0.52	0.52	0.21
C ^c	%	0.100	0.012	0.012	0.008
Ca	%	0.129	0.004	0.012	0.005
Cd	µg/g	74.2	1.9	6.6	2.6
Co non AD2 ^a	µg/g	301	6	14	6
Cu classical ^d	%	23.07	0.04	0.11	0.05
Cu instrum ^e	%	22.88	0.24	0.51	0.24
Fe all ^f	%	30.7	0.3	1.4	0.5
Hg	µg/g	10.4	0.5	1.6	0.8
Mg	%	0.706	0.009	0.030	0.013
Mn non AD2 ^a	µg/g	96	4	13	7
Pb	%	0.703	0.009	0.031	0.012

Canada

National Institute of Standards & Technology

Certificate of Analysis

Standard Reference Material[®] 3114

Copper (Cu) Standard Solution

Lot No. 120618

This Standard Reference Material (SRM) is intended for use as a primary calibration standard for the quantitative determination of copper. A unit of SRM 3114 consists of five 10 mL sealed borosilicate glass ampoules of an acidified aqueous solution prepared gravimetrically to contain a known mass fraction of copper. The solution contains nitric acid at a volume fraction of approximately 10 %, equivalent to an amount-of-substance concentration (molarity) of approximately 1.6 mol/L.

Certified Copper Mass Fraction: 10.001 mg/g ± 0.019 mg/g

The certified value was calculated as the weighted mean of the mass fraction values obtained through (1) gravimetric preparation using high-purity copper metal assayed by NIST and (2) analysis by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) calibrated using four primary standards independently prepared from high-purity copper metal assayed by NIST [1,2].

The uncertainty associated with the certified value, stated as a symmetric interval with a level of confidence of 95 %, was evaluated in accordance with Supplement 1 to the ISO/JCGM Guide [3]. The uncertainty can be expressed as:

$$U = k u_c$$

where $k = 1.963$ is the coverage factor for a 95 % confidence interval and 781 effective degrees of freedom. The quantity u_c is the combined standard uncertainty and is intended to represent, at the level of one standard deviation, the combined effect of uncertainty components associated with the gravimetric preparation, the ICP-OES determination, any difference between the methods' results, and stability of the actual copper mass fraction.

Expiration of Certification: The certification of SRM 3114, Lot No. 120618 is valid, within the measurement uncertainty specified, until **28 February 2025**, provided the SRM is handled in accordance with instructions given in this certificate (see "Instructions for Handling, Storage, and Use"). This certification is nullified if the SRM is damaged, contaminated, or otherwise modified.

Maintenance of Certification: NIST will monitor this SRM lot over the period of its certification. If substantive changes occur that affect the certification before the expiration of this certificate, NIST will notify the purchaser. Registration (see attached sheet or register online) will facilitate notification.

Coordination of the technical measurements leading to the certification of SRM 3114 was provided by M.R. Winchester of the NIST Chemical Sciences Division.

This SRM was prepared by T.A. Butler of the NIST Chemical Sciences Division. The ICP-OES analysis was performed by T.A. Butler and M.R. Winchester, using primary standards for calibration prepared by T.A. Butler.

Statistical consultation was provided by A.M. Possolo, W.F. Guthrie, and H.-k. Liu of the NIST Statistical Engineering Division.

Carlson A. Gonzalez, Chief
Chemical Sciences Division

Steven J. Choquette, Director
Office of Reference Materials

Gaithersburg, MD 20899
Certificate Issue Date: 10 February 2021

SRM 3114

Page 1 of 3



Ing. Q. William Gün

Importancia técnica e impacto económico



*CENAM fue inaugurado oficialmente en Abril, 1994
El Edificio Q de Metrología en Química fue inaugurado in 1997*



¡Gracias por su atención!
marvizu@cenam.mx



Centro Nacional de Metrología
Portal de Internet: <http://www.cenam.mx>
Correo electrónico: servtec@cenam.mx
materiales@cenam.mx



Ing. Q. William Güin

Importancia técnica e impacto económico



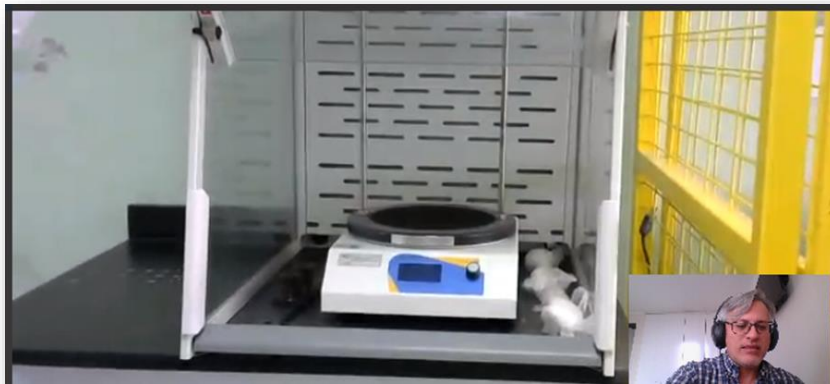
Beneficio para CODELCO

- **Reconocimiento de capacidad de medición a nivel internacional en:**
 - ✓ **Categoría 1.3: Medición de impurezas en cobre catódico y anódico**
 - ✓ **Categoría 13.3: Medición de elementos químicos en concentrado y minerales de cobre.**
- **Apoyo a los laboratorios de operación y acreditados**
- **Ensayos de aptitud confiables y trazables**
- **Fortalecer la calidad de las mediciones que realizan los laboratorios de operación de CODELCO y los subcontratados**



Ing. Q. William Gün

Importancia técnica e impacto económico



Ing. Q. William Gün

**Gracias por
su Atención !**

Propuestas y Consenso



Propuestas

Agosto - Diciembre, Año 2022

1.- Capacitación en Estimación de la Incertidumbre Analítica.

Taller Estimación y expresión de la Incertidumbre en el Análisis Químico,
Fundamentos básicos, 31 de agosto y 2 de septiembre 2022, 10:00 a 13:00
horas (Valor: \$99.000.-)

Para consultas o inscripciones, favor contactarse : capacitacion@inn.cl | 2 24458845 - 2 24458847

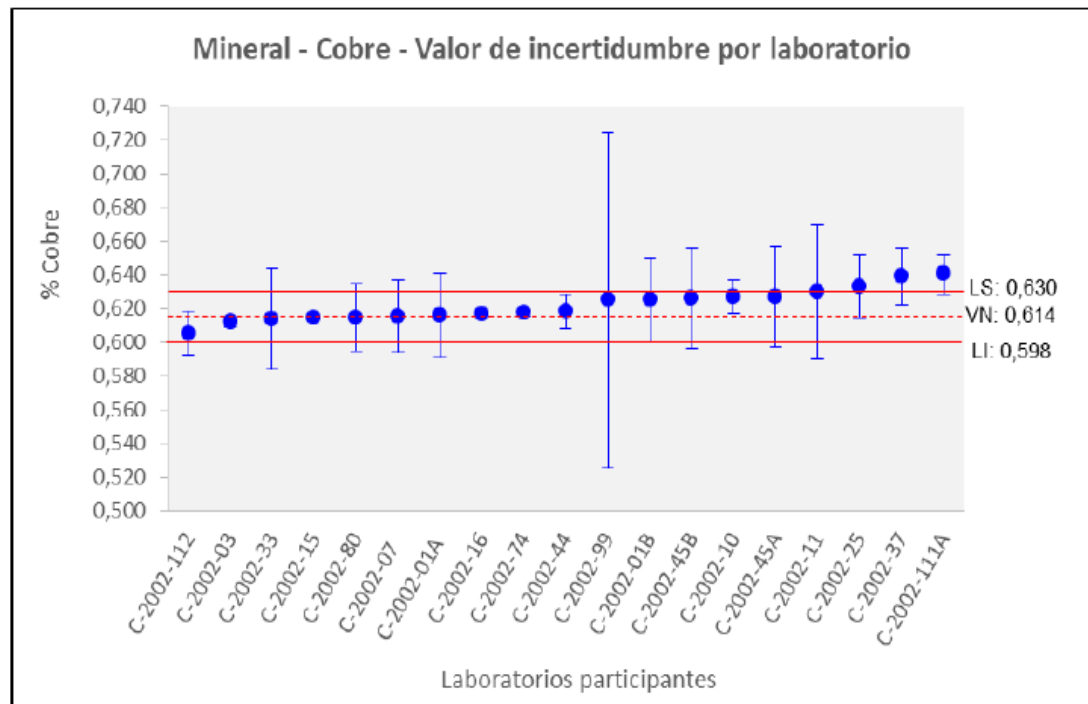


Propuestas

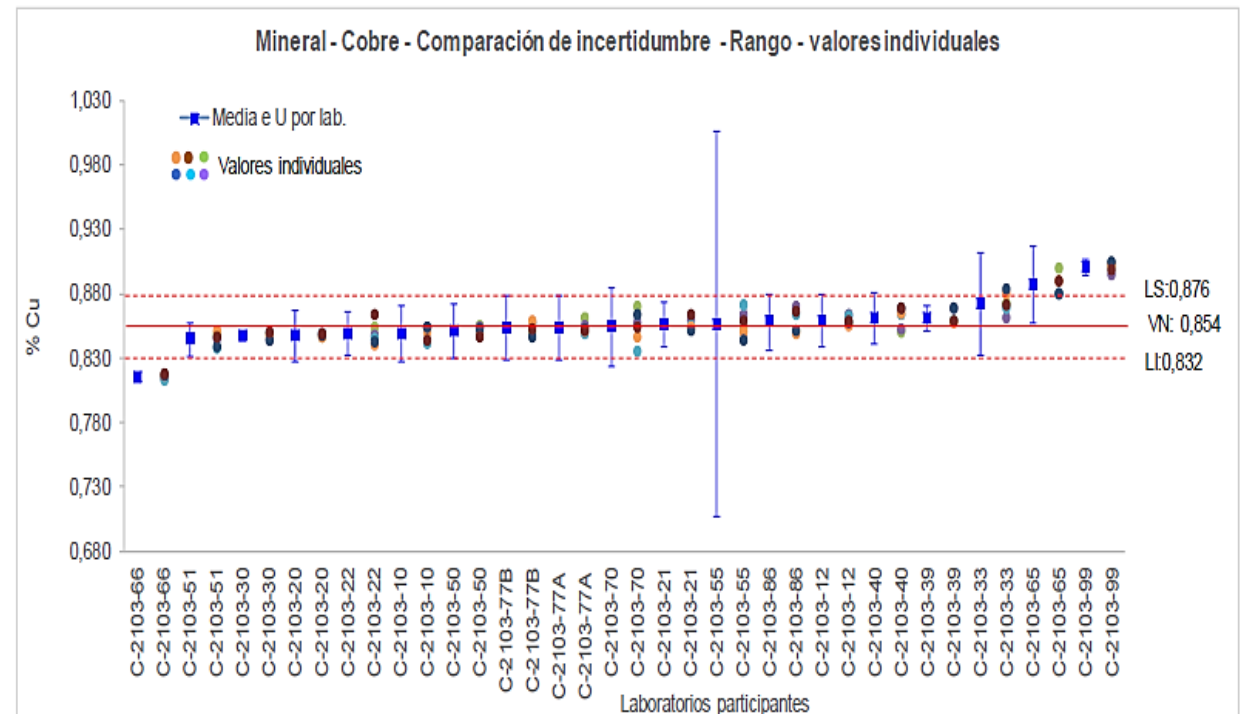
Enero - Abril, Año 2023

2.- Estudio de estimación de la Incertidumbre de cada laboratorio participante en los EA en Mineral y Concentrado de cobre, años 2020, 2021 y 2022.

2020



2021



Propuestas

Mayo - Junio, Año 2023

3.- Taller final práctico de estimación de la Incertidumbre analítica, específico para los participantes de los EA en Mineral y Concentrado de cobre.

Julio - Septiembre, Año 2023

4- Ensayo de Aptitud en Mineral y Concentrado de cobre.

The background features abstract, overlapping geometric shapes in various shades of green, ranging from light lime to dark forest green. These shapes are primarily located on the right side of the frame, creating a dynamic, layered effect. The rest of the background is plain white.

Consenso

**Gracias por
su Atención !**