

INFORME B

ENSAYO DE APTITUD MINERAL OXIDADO DE COBRE

INN – DCH N° C-1803

Octubre 2018

Instituto Nacional de Normalización
Codelco Chile – División Chuquicamata

Índice

Capitulo	Contenido	Nº de Pagina
1	Lista de Participantes	3
2	Antecedentes Generales	4
3	Objetivos	4
4	Material de Ensayo	4
5	Análisis Estadísticos	5
5.1	Resultados Informados	6
5.2	Gráficos por Laboratorio y basados en dispersión	8
5.3	Detección de valores anómalos (outliers)	10
5.4	Determinación de valor asignado	11
5.5	Evaluación del desempeño por Laboratorio y gráficos	12
6	Comparación entre laboratorios que usaron diferentes métodos	16
7	Gráficos circulares, evaluación Z-score general	18
8	Resumen del Estudio	20
9	Conclusiones	21
	Bibliografía	23
Anexo N°1	Anexo N° 1 Método de análisis químico por Laboratorio	24
Anexo N°2	Anexo N° 2 Carta conductora	34

1. Lista de Participantes

- Nº Laboratorios
- 1 LABPERU E.I.R.L LABORATORIO QUIMICO DE MINERALES Y AMBIENTALES
 - 2 COMPAÑÍA CONTRACTUAL MINERA CANDELARIA LABORATORIO QUIMICO MINERA CANDELARIA
 - 3 SOCIEDAD MINERA CERRO VERDE S.A.A LABORATORIO QUIMICO Y CARACTERIZACIÓN
 - 4 METALAB LTDA
 - 5 BUREAU VERITAS CHILE, S.A LABORATORIO SIERRA GORDA
 - 6 CODELCO SALVADOR
 - 7 K.W. QUIMICA GERMANA S.A.C.
 - 8 COMPAÑÍA MINERA LOMAS BAYAS
 - 9 MINERA CENTINELA, LABORATORIO QUIMICO DE MINERA CENTINELA
 - 10 EMPRESA NACIONAL DE MINERIA ENAMI, PLANTA DELTA
 - 11 PANAMERICANA SILVER BOLIVIA S.A. LABORATORIO QUIMICO SAN VICENTE
 - 12 CODELCO DIVISION CHUQUICAMATA, LABORATORIO QUIMICO CENTRALIZADO
 - 13 GEOLAQUIM LTDA
 - 14 BUREAU VERITAS CHILE S.A, LABORATORIO ANTOFAGASTA BV
 - 15 INTERTEK CALEB BRETT CHILE, INTERTEK COPIAPO
 - 16 BUREAU VERITAS S.A MINERALES IQUIQUE
 - 17 CENTRO DE ESTUDIOS DE MEDICION Y CERTIFICACION, CESMEC S.A. , LABORATORIO QUIMICO CALAMA
 - 18 CIQUIMET QUIMICO METALURGICO
 - 19 CODELCO DIVISION EL TENIENTE
 - 20 Inspectorate Services Perú S.A.C . (División Metales&Minerales_Unidad Minera Atacocha)
 - 21 Inspectorate Services Perú S.A.C (División Metales&Minerales_Unidad Minera Constancia)
 - 22 Inspectorate Services Perú S.A.C (División Metales&Minerales_Unidad Minera El Porvenir)
 - 23 Inspectorate Services Perú S.A.C (División Metales&Minerales_Unidad Minera Marsa)
 - 24 Inspectorate Services Perú S.A.C (División Metales&Minerales_Unidad Minera Morococha)
 - 25 SOCIEDAD CONTRACTUAL Minera El Abra
 - 26 SGS CIMM
 - 27 GEOASSAY LABORATORIO QUIMICO LA NEGRA
 - 28 SOCIEDAD PUNTA DEL COBRE S.A. LABORATORIO QUIMICO PUCOBRE
 - 29 COMPLEJO METALURGICO ALTONORTE S.A.
 - 30 CODELCO DIVISION SALVADOR LABORATORIO QUIMICO POTRERILLOS
 - 31 ENAMI-Laboratorio Planta M.A.Matta
 - 32 ENAMI-Laboratorio Fundación H. Videla Lira
 - 33 Inspectorate Services Perú

2. Antecedentes Generales:

El presente informe contiene los resultados del Primer Ensayo de Aptitud, del año 2018, para mineral oxidado de cobre, efectuada en virtud del Convenio de Cooperación suscrito entre el Instituto Nacional de Normalización (INN) y la División Chuquicamata de Codelco Chile. El ensayo se realizó durante los meses de Septiembre y Octubre del año 2018.

Dentro de las actividades analíticas es importante mantener la excelencia, y muchos Laboratorios desarrollan sistemas de aseguramiento de la calidad para los servicios entregados. Como medio de control externo de la calidad se encuentra la participación en los ensayos de Interlaboratorios y que son requeridos por los organismos acreditadores.

Los ensayos de aptitud proporcionan una oportunidad de realizar comparaciones entre Laboratorios Químicos, para evaluar su desempeño con Laboratorios similares con la finalidad de detectar desvíos que les permitan tomar acciones correctivas en sus procesos.

La información generada será tratada confidencialmente, INN entregó a cada Laboratorio participante un código, con el que hicieron llegar sus resultados. Para este ensayo se entregó una muestra de mineral oxidado de cobre.

En esta oportunidad los análisis se realizaron acorde a las metodologías propias de cada laboratorio químico.

Se proporciona el valor asignado de los analitos solicitados que fueron metrológicamente trazable a un material de referencia certificado con una incertidumbre medida y fiable. Esta fue medida por la metodología validada del Laboratorio designado Codelco

Los resultados de mediciones individuales obtenidos por los Laboratorios participantes se comparan con el valor asignado. Los ensayos solicitados fueron los siguientes:

Minerales: Cobre, Hierro, Molibdeno y Arsénico.

En el presente Ensayo de Aptitud participaron 33 Laboratorios, y se descartó el Lab N°08 por el análisis de As, esto debido a la inconsistencia del resultado entregado.

3. Objetivos

El objetivo es determinar el desempeño de los Laboratorios participantes en el análisis de muestras de mineral oxidado, donde se solicita usar metodologías propias de cada laboratorio, y así evaluar cómo responden los laboratorios participantes con sus propias metodologías.

Dar a los laboratorios herramientas objetivas para que evalúen y mejoren sus mediciones.

4. Material de Ensayo

Los materiales de referencia enviados para este ensayo, son suficientemente homogéneos y estables para el uso requerido.

- **Mineral:** Es una muestra de material oxidado de Cobre preparado en el Laboratorio Químico de Codelco – División Chuquicamata que se envió previamente a una ronda Interlaboratorios donde participaron 33 laboratorios respectivamente a nivel nacional e Internacional.

Las muestras son identificadas con claves y corresponden a mineral de cobre de los yacimientos de la División Chuquicamata.

Las muestras utilizadas en el ensayo están identificadas como:

CH-MI-08-17 Mineral oxidado de Cobre

Cada Laboratorio recibió las instrucciones para la mantención de la muestra y realización de los análisis requeridos para cada material, de acuerdo a carta conductora ítem N°9 del protocolo de Ensayo de Aptitud INN-1803

El material de ensayo es homogéneo entre y dentro de los frascos, además de estable en el tiempo.

Además se ser trazable a un material de referencia certificado

5. Análisis Estadísticos

El tratamiento estadístico de los datos se realizó de acuerdo a la norma ISO/IEC17043:2010, y éste consistió en:

- 5.1 Resultados informados.
- 5.2 Gráficos por Laboratorio y basados en dispersión
- 5.3 Detección de valores anómalos (outliers).
- 5.4 Evaluación del desempeño por Laboratorio (Mediana Z-score)
- 5.5 Gráfico de valores individuales por método indicado
- 5.6 Gráfico circular evaluación Z-score general.

Se realizó el análisis de datos anómalos mediante el test de Dixon y Rango intercuartilico. Una vez establecidos los datos anómalos, se procedió a realizar el análisis estadístico, sin ser excluidos los valores anómalos.

El desempeño de cada Laboratorio fue evaluado de acuerdo al Z- score.

5.1 Resultados Informados

Los resultados informados por los Laboratorios se presentan en las siguientes tablas:

Mineral											
Lab.	Cu %	Fe %	Mo g/t	As g/t	Lab.	Cu %	Fe %	Mo g/t	As g/t		
1	1,311	5,559	12,5	20,8	10	1,333	5,270	13,4			
	1,293	5,554	12,0	20,4		1,311	5,270	15,4			
	C-1803-3	1,311	5,550	13,4		20,5	C-1803-24	1,327	5,189	15,4	
		1,294	5,524	12,5		21,0		1,333	5,189	15,4	
		1,308	5,570	11,7		20,2		1,346	5,270	13,4	
	1,313	5,389	11,8	20,7	1,331	5,189	13,4				
2	1,402	5,250			11	1,313	5,300	<20	<20		
	1,412	5,320				1,309	5,230	<20	<20		
	C-1803-5	1,405	5,150			C-1803-25	1,316	5,360	<20	<20	
		1,415	5,380				1,319	5,580	<20	<20	
1,405		5,280			1,327		5,570	<20	<20		
	1,432	5,420			1,310	5,590	<20	<20			
3	1,262	6,791	20,6	64,6	12	1,307	6,037				
	1,264	6,752	19,1	52,0		1,308	5,973				
	C-1803-7	1,266	6,726	20,1		55,8	C-1803-28	1,312	5,938		
		1,259	6,700	20,9		76,3		1,309	6,001		
		1,265	6,666	19,4		73,3		1,308	5,968		
	1,264	6,702	20,9	64,4	1,311	5,904					
4	1,243	4,749		0,016	13	1,314	6,729	14,9	19,9		
	1,244	4,723		0,015		1,296	6,652	17,9	24,9		
	C-1803-8	1,234	4,703			0,017	C-1803-30	1,326	6,671	15,8	19,9
		1,245	4,709			0,017		1,312	6,647	15,1	24,9
		1,242	4,734			0,017		1,308	6,682	19,9	29,9
	1,238	4,747		0,016	1,316	6,719	15,6	30,1			
5	1,268	6,110			14	1,292	6,930	22,0	49,0		
	1,264	6,160				1,293	6,780	19,0	49,0		
	C-1803-11	1,261	6,110				C-1803-34	1,284	6,830	20,0	58,0
		1,259	5,950					1,295	6,855	22,0	56,0
		1,252	6,180					1,281	6,888	24,0	52,0
	1,266	6,140			1,284	6,875	21,0	56,0			
6	1,315	6,683			15	1,306	6,757	16,4			
	1,310	6,497				1,294	6,863	16,1			
	C-1803-19	1,317	6,645				C-1803-36A	1,294	6,736	16,0	
		1,325	6,607					1,303	6,791	15,8	
		1,321	6,527					1,303	6,784	16,2	
	1,314	6,832			1,291	6,772	15,9				
7	1,330				16	1,276	6,770	19,5			
	1,330					1,253	6,879	20,2			
	C-1803-20	1,320					C-1803-36B	1,281	6,771	20,1	
		1,330						1,268	6,748	18,4	
		1,330						1,258	6,758	19,6	
	1,320				1,280	6,712	19,3				
8	1,277	5,482	19,5		17	1,353	6,595	10,7	50,0		
	1,275	5,555	18,2			1,332	6,574	11,9	50,0		
	C-1803-21	1,283	5,502	18,2			C-1803-38	1,335	6,597	11,7	52,0
		1,259	5,553	19,8				1,349	6,558	10,2	50,0
		1,282	5,677	17,9				1,334	6,569	9,7	50,0
	1,259	5,478	17,8		1,331	6,579	12,7	50,0			
9	1,323	5,905			18	1,311	5,474	16,1	49,3		
	1,323	5,901				1,319	5,511	15,8	49,0		
	C-1803-22	1,326	5,832				C-1803-39	1,321	5,446	15,8	48,5
		1,407	5,791					1,313	5,423	15,9	48,2
		1,408	6,037					1,317	5,436	16,0	48,4
	1,410	5,807			1,318	5,525	16,3	48,5			

Mineral

Lab.	Cu %	Fe %	Mo g/t	As g/t
19	1,311	6,397	15,9	21,1
	1,311	6,379	16,3	21,2
C-1803-40A	1,312	6,401	16,3	22,3
	1,313	6,402	16,8	22,4
	1,313	6,408	17,1	22,5
	1,317	6,417	17,2	21,9
20	1,306			
	1,297			
C-1803-40B	1,308			
	1,308			
	1,315			
	1,306			
21	1,330	7,230	16,0	72,0
	1,340	7,170	16,0	76,0
C-1803-46	1,350	7,210	16,0	76,0
	1,330	7,160	16,0	76,0
	1,340	7,240	16,0	77,0
	1,320	7,200	15,0	74,0
22	1,286	5,692		15,0
	1,288	5,700		17,0
C-1803-47	1,293	5,672		16,0
	1,294	5,680		15,0
	1,292	5,684		18,0
	1,288	5,700		17,0
23	1,326	5,276	18,0	16,2
	1,335	5,404	15,5	18,0
C-1803-51	1,354	5,457	16,7	16,4
	1,290	5,637	10,2	16,8
	1,309	5,609	11,7	14,8
	1,302	5,934	10,8	16,2
24	1,353			
	1,353			
C-1803-53	1,358			
	1,358			
	1,358			
	1,358			
25	1,319	5,896	16,8	30,6
	1,319	5,962	16,5	31,2
C-1803-54	1,315	5,890	16,5	30,6
	1,318	5,936	16,5	32,5
	1,317	5,950	16,5	31,6
	1,314	5,880	16,4	32,4
26	1,245	5,407	12,6	26,6
	1,245	5,418	12,4	26,4
C-1803-62	1,248	5,516	12,4	26,4
	1,249	5,508	12,4	26,6
	1,251	5,522	12,3	26,5
	1,249	5,541	12,8	26,6
27	1,400			
	1,380			
C-1803-64A	1,380			
	1,400			
	1,400			
	1,380			

Lab.	Cu %	Fe %	Mo g/t	As g/t
28	1,282	6,888	15,9	28,7
	1,289	6,804	14,7	32,5
C-1803-65	1,275	6,944	15,4	41,5
	1,281	6,968	15,3	39,5
	1,273	6,984	16,1	37,5
	1,268	6,863	16,0	35,8
29	1,364	5,789		
	1,361	5,754		
C-1803-67	1,360	5,682		
	1,367	5,808		
	1,351	5,823		
	1,350	5,626		
30	1,273	5,788	14,0	
	1,281	5,802	14,0	
C-1803-68	1,277	5,808	15,0	
	1,284	5,813	12,9	
	1,275	5,796	13,0	
	1,283	5,791	13,0	
31	1,269	5,210	13,0	20,0
	1,278	5,200	13,0	20,0
C-1803-69A	1,280	5,250	13,0	21,0
	1,270	5,230	13,0	20,0
	1,271	5,210	13,0	19,0
	1,281	5,190	13,0	20,0
32	1,331	6,440	18,0	21,0
	1,338	6,440	18,0	21,0
C-1803-69B	1,340	6,400	18,0	21,0
	1,328	6,400	18,0	21,0
	1,340	6,440	18,0	22,0
	1,335	6,430	18,0	21,0
33	1,341	6,083	<20	<30
	1,348	6,163	<20	<30
C-1803-71	1,371	6,307	<20	33,0
	1,319	6,155	<20	<30
	1,349	6,371	<20	<30
	1,304	5,912	<20	<30
34	1,416	5,715		
	1,392	5,939		
C-1803-73	1,403	5,776		
	1,362	5,868		
	1,360	5,817		
	1,380	5,806		
35	1,283	6,452	13,8	16,2
	1,298	6,450	14,0	17,3
C-1803-78	1,287	6,401	14,2	17,5
	1,289	6,351	14,1	17,0
	1,291	6,426	14,5	17,0
	1,298	6,449	14,8	17,0
36	1,375	6,390	11,8	<20,0
	1,374	6,349	11,6	<20,0
C-1803-79	1,356	6,319	11,7	<20,0
	1,352	6,321	11,2	<20,0
	1,372	6,354	10,8	<20,0
	1,387	6,328	11,5	<20,0

5.2 Gráficos por Laboratorio y basados en dispersión

Los siguientes gráficos presentan los promedios de cada valor informado por Laboratorio.

5.2.1 Mineral Oxidado

Gráfico N° 5.2.1.a.-

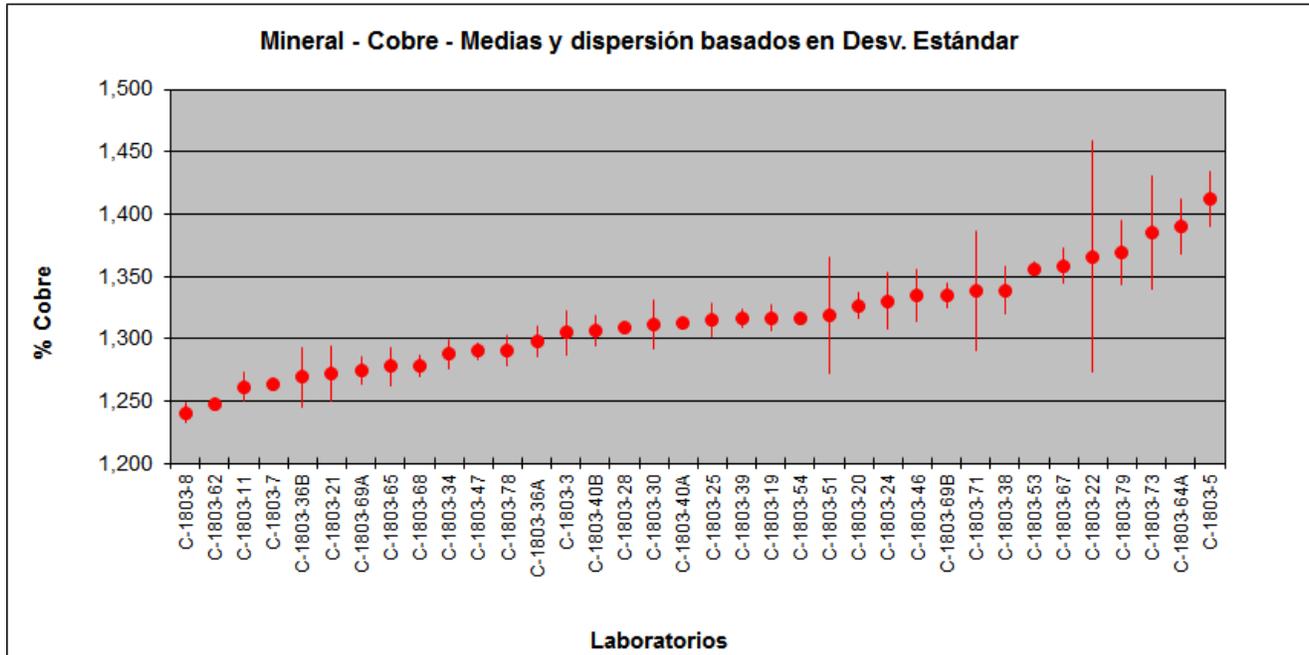


Gráfico N° 5.2.1.b.-

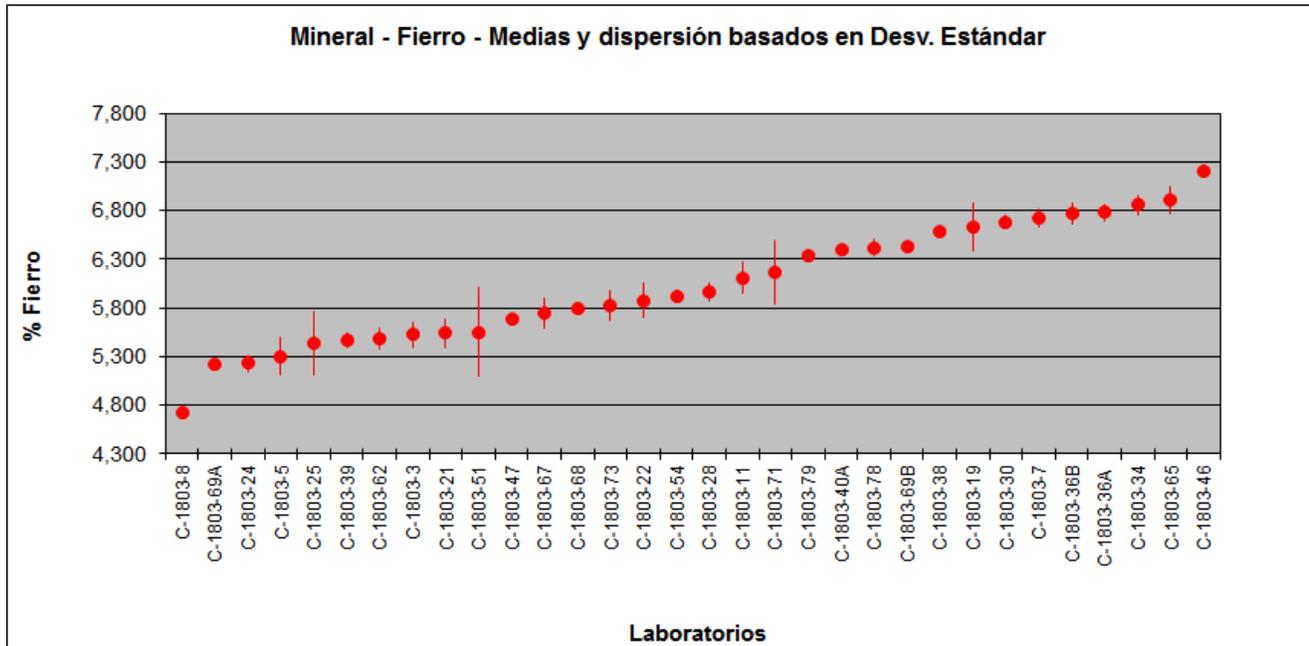


Gráfico N° 5.2.1.c.-

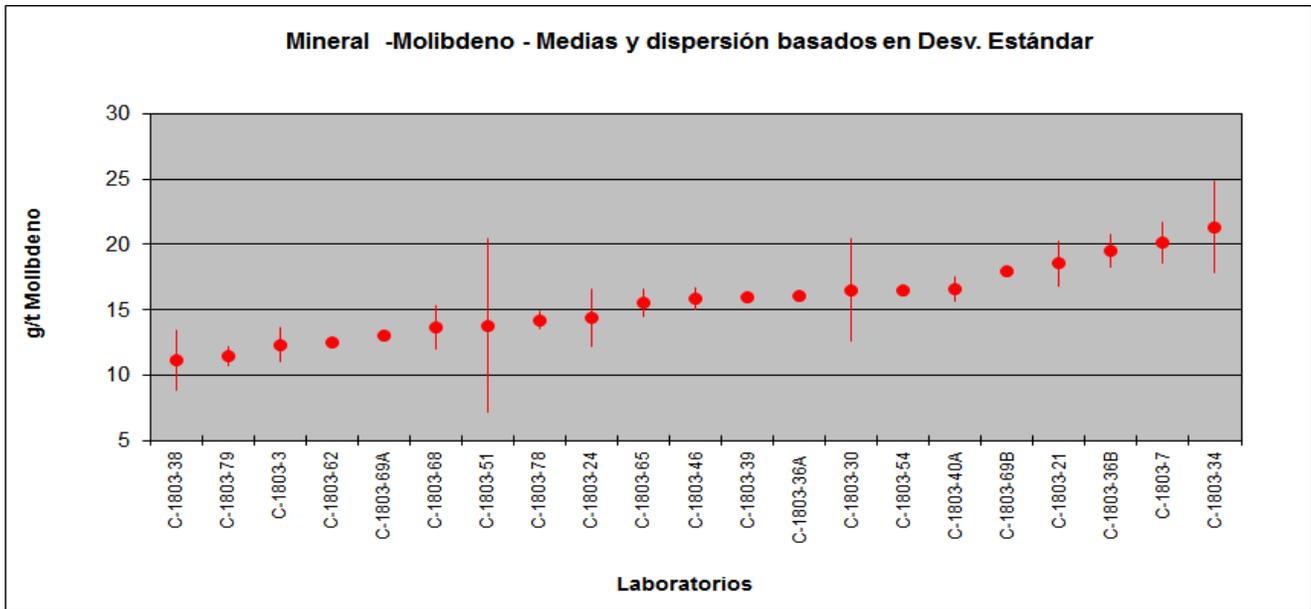
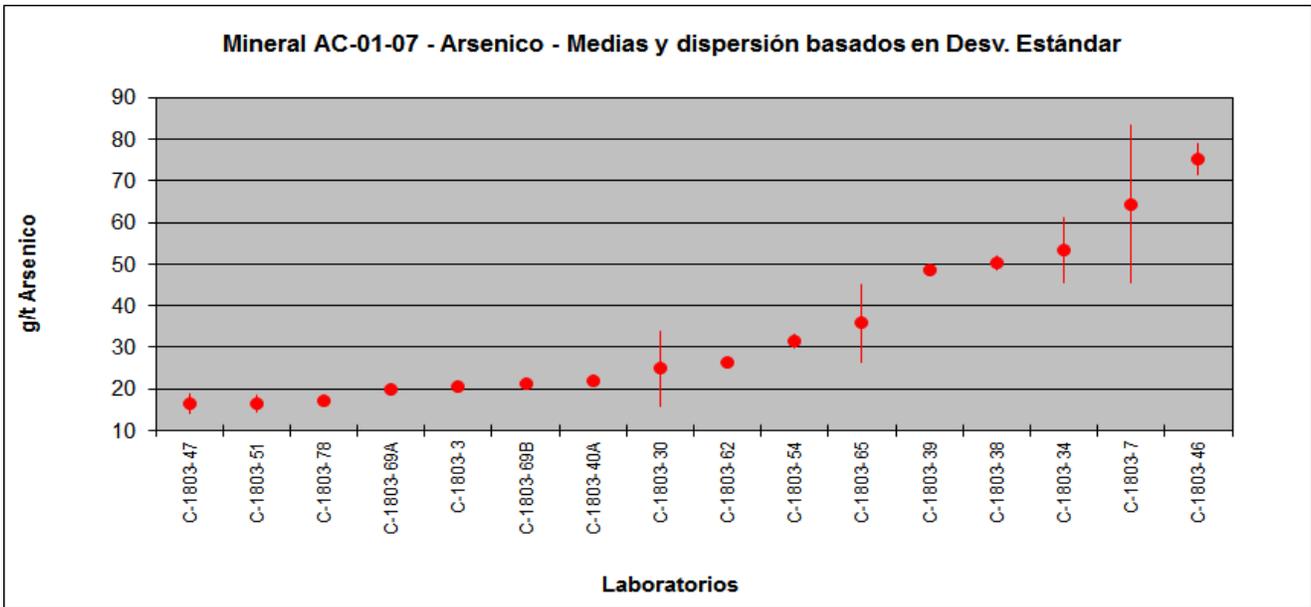


Gráfico N° 5.2.1.d.-



5.4.- Determinación del valor asignado:

Para el caso de este material de mineral oxidado, los valores asignados se realizaron mediante una digestión vía clásica, con ácidos oxidante, posteriormente un acondicionamiento de las muestras en un medio final de ácido clorhídrico, luego las muestras son medidas por la técnica de espectrofotometría de absorción atómica, con una calibración externa de patrones de cobre, fierro, molibdeno y zinc.

Los patrones de calibración certificados utilizados para las mediciones instrumentales son:

- Patrón certificado NIST 3114 Copper (Cu) Standard Solution lot#121207
- Patrón certificado NIST 3126a Iron (Fe) Standard Solution lot#140812
- Patrón certificado NIST 3103^a Arsénico (As) Standard Solution lot#100818
- Patrón certificado NIST 3134 Molibdeno (Mo) Standard Solution lot#130418

Los valores asignados a los analitos solicitados son metrológicamente trazable a un Material de Referencia Certificado con una incertidumbre de medida, NIST Certificado 330a Copper Ore Mill Heads.

Para los análisis químicos se utilizaron equipos calibrados e insumos con trazabilidad comprobada como balanza con precisión de 0,01 mg y masas patrones calibrados por el laboratorio custodio de los patrones nacionales de masa CESMEC, Material volumétrico clase A, los ácidos utilizados son categoría ultrapur y agua ultra purificada grado I

Los resultados obtenidos por el Laboratorio Químico y correspondiente al valor nominal del mineral enviado es:

Tabla 5.4.1:

Elemento	Valor Nominal	Desv. Estándar
% Cu	1,316	0,009
% Fe	6,133	0,144
g/t Mo	15,0	1,1
g/t As	30,9	5,0

5.5.- Evaluación del desempeño por Laboratorio (Mediante test Z-score) y Gráficas

(1) Z-score. Corresponde a:

$$Z = (x - X) / s$$

X :Corresponde al valor asignado por el Laboratorio Químico del ID-Minerales de cobre, Codelco.

x :Corresponde al valor promedio de un Laboratorio.

s : Corresponde a la desviación estándar robusta (variabilidad del ensayo de aptitud).

Interpretación de los resultados:

Satisfactorio: $-2 \leq [z] \leq 2$

Cuestionable: $2 < [z] \leq 3$ o $-3 \leq [z] < -2$

Insatisfactorio: $[z] > 3$ o $[z] < -3$

Valores de Mineral de cobre para considerar en el Z-score

Tabla 5.5.1:

Elemento	VN	Desv. Est. (Media Rob.)
% Cu	1,316	0,041
% Fe	6,133	0,656
g/t Mo	15,0	3,1
g/t As	30,9	14,1

Gráficas del desempeño por Laboratorio.

- Los siguientes gráficos presentan los indicadores de rendimiento a través del Z-score. Además se grafican líneas horizontales, indicando señal de advertencia ($2 < [z] \leq 3$ o $-3 \leq [z] < -2$) o señal de acción ($[z] > 3$ o $[z] < -3$)

Tabla 5.5.2:

Lab	Cu %	Cu STD	Z-score	Lab	Fe %	Fe STD	Z-score	Lab	Mo g/t	Mo STD	Z-score	Lab	As g/t	As STD	Z-score
C-1803-8	1,241	0,004	-1,8	C-1803-8	4,727	0,019	-2,1	C-1803-38	11,2	1,1	-1,2	C-1803-47	16,3	1,2	-1,0
C-1803-62	1,248	0,002	-1,7	C-1803-69A	5,215	0,022	-1,4	C-1803-79	11,4	0,4	-1,2	C-1803-51	16,4	1,0	-1,0
C-1803-11	1,262	0,006	-1,3	C-1803-24	5,230	0,044	-1,4	C-1803-3	12,3	0,7	-0,9	C-1803-78	17,0	0,4	-1,0
C-1803-7	1,263	0,003	-1,3	C-1803-5	5,300	0,097	-1,3	C-1803-62	12,5	0,2	-0,8	C-1803-69A	20,0	0,6	-0,8
C-1803-36B	1,269	0,012	-1,1	C-1803-25	5,438	0,161	-1,1	C-1803-69A	13,0	0,0	-0,7	C-1803-3	20,6	0,3	-0,7
C-1803-21	1,273	0,011	-1,0	C-1803-39	5,469	0,042	-1,0	C-1803-68	13,6	0,8	-0,5	C-1803-69B	21,2	0,4	-0,7
C-1803-69A	1,275	0,005	-1,0	C-1803-62	5,485	0,058	-1,0	C-1803-51	13,8	3,3	-0,4	C-1803-40A	21,9	0,6	-0,6
C-1803-65	1,278	0,007	-0,9	C-1803-3	5,524	0,068	-0,9	C-1803-78	14,2	0,4	-0,3	C-1803-30	24,9	4,5	-0,4
C-1803-68	1,279	0,004	-0,9	C-1803-21	5,541	0,075	-0,9	C-1803-24	14,4	1,1	-0,2	C-1803-62	26,5	0,1	-0,3
C-1803-34	1,288	0,006	-0,7	C-1803-51	5,553	0,230	-0,9	C-1803-65	15,6	0,5	0,2	C-1803-54	31,5	0,8	0,0
C-1803-47	1,290	0,003	-0,6	C-1803-47	5,688	0,011	-0,7	C-1803-46	15,8	0,4	0,3	C-1803-65	35,9	4,7	0,4
C-1803-78	1,291	0,006	-0,6	C-1803-67	5,747	0,078	-0,6	C-1803-39	16,0	0,2	0,3	C-1803-39	48,7	0,4	1,3
C-1803-36A	1,299	0,006	-0,4	C-1803-68	5,800	0,010	-0,5	C-1803-36A	16,1	0,2	0,4	C-1803-38	50,3	0,8	1,4
C-1803-3	1,305	0,009	-0,3	C-1803-73	5,820	0,077	-0,5	C-1803-30	16,5	2,0	0,5	C-1803-34	53,3	3,9	1,6
C-1803-40B	1,306	0,006	-0,2	C-1803-22	5,879	0,091	-0,4	C-1803-54	16,5	0,1	0,5	C-1803-7	64,4	9,5	2,4
C-1803-28	1,309	0,002	-0,2	C-1803-54	5,919	0,035	-0,3	C-1803-40A	16,6	0,5	0,5	C-1803-46	75,2	1,8	3,1
C-1803-30	1,312	0,010	-0,1	C-1803-28	5,970	0,047	-0,2	C-1803-69B	18,0	0,0	1,0				
C-1803-40A	1,313	0,002	-0,1	C-1803-11	6,108	0,082	0,0	C-1803-21	18,6	0,9	1,2				
C-1803-25	1,316	0,007	0,0	C-1803-71	6,165	0,163	0,0	C-1803-36B	19,5	0,6	1,5				
C-1803-39	1,317	0,004	0,0	C-1803-79	6,344	0,027	0,3	C-1803-7	20,2	0,8	1,7				
C-1803-19	1,317	0,005	0,0	C-1803-40A	6,401	0,013	0,4	C-1803-34	21,3	1,8	2,1				
C-1803-54	1,317	0,002	0,0	C-1803-78	6,421	0,040	0,4								
C-1803-51	1,319	0,023	0,1	C-1803-69B	6,425	0,020	0,4								
C-1803-20	1,327	0,005	0,3	C-1803-38	6,579	0,015	0,7								
C-1803-24	1,330	0,011	0,3	C-1803-19	6,632	0,121	0,8								
C-1803-46	1,335	0,010	0,5	C-1803-30	6,683	0,034	0,8								
C-1803-69B	1,335	0,005	0,5	C-1803-7	6,723	0,044	0,9								
C-1803-71	1,339	0,024	0,6	C-1803-36B	6,773	0,056	1,0								
C-1803-38	1,339	0,009	0,6	C-1803-36A	6,784	0,044	1,0								
C-1803-53	1,356	0,003	1,0	C-1803-34	6,860	0,051	1,1								
C-1803-67	1,359	0,007	1,0	C-1803-65	6,909	0,069	1,2								
C-1803-22	1,366	0,046	1,2	C-1803-46	7,202	0,032	1,6								
C-1803-79	1,369	0,013	1,3												
C-1803-73	1,385	0,023	1,7												
C-1803-64A	1,390	0,011	1,8												
C-1803-5	1,412	0,011	2,3												

5.5.3.- Mineral Oxidado.

Gráfico N°5.5.3.a.-

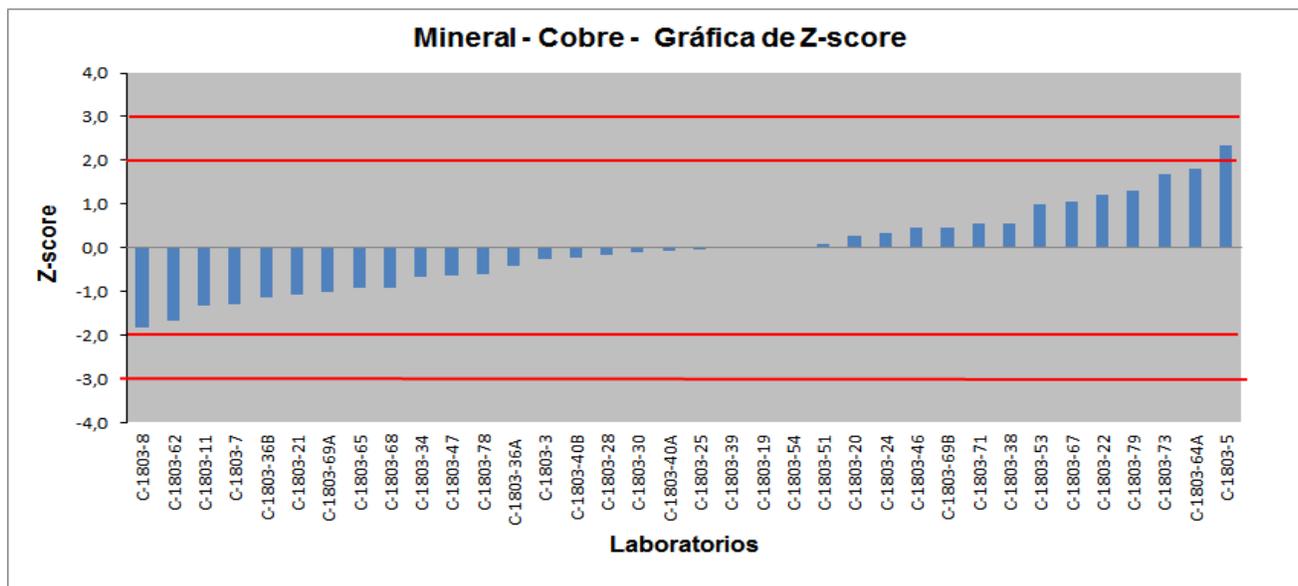


Gráfico N° 5.5.3.b.-

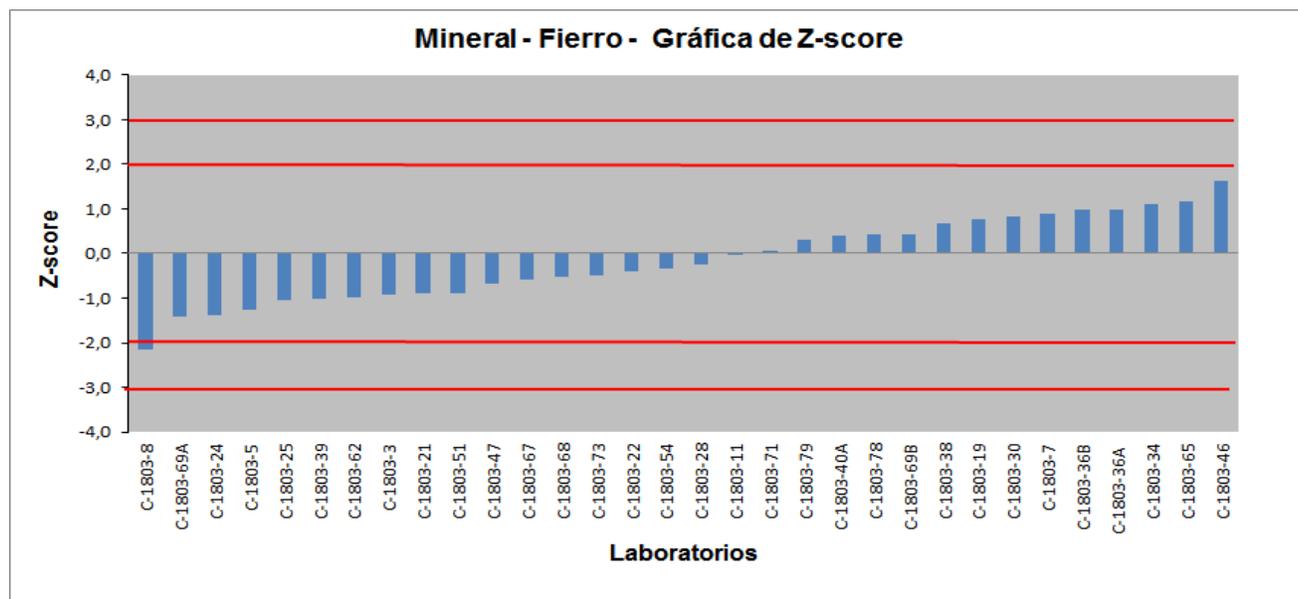


Gráfico N° 5.5.3.c.-

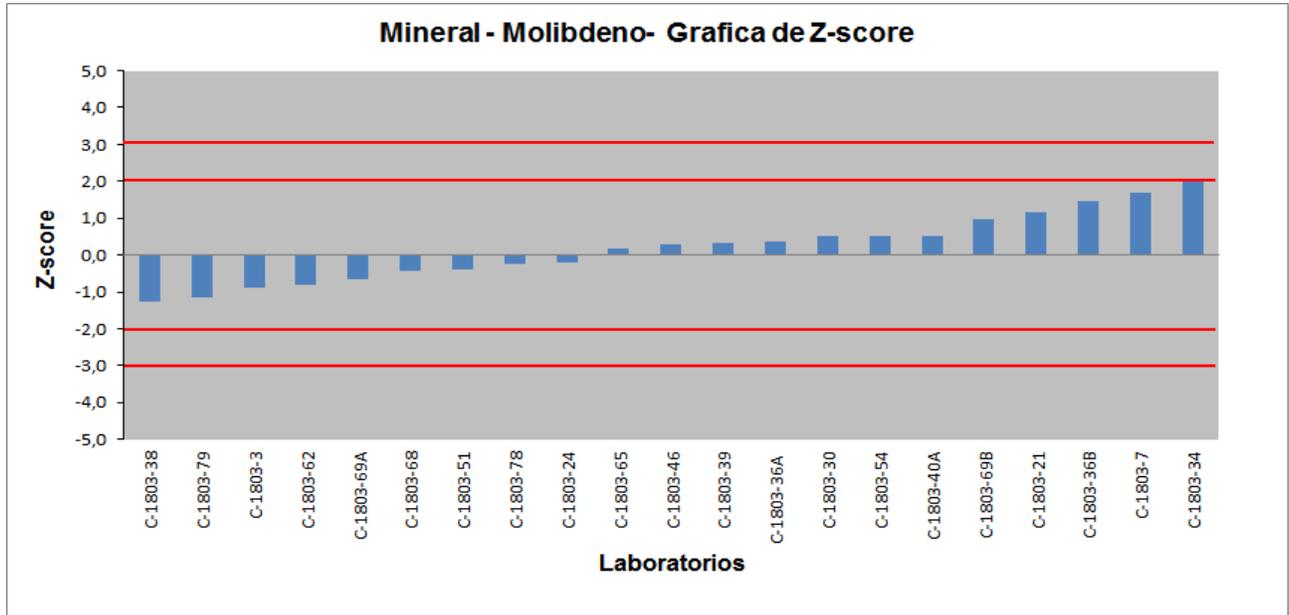
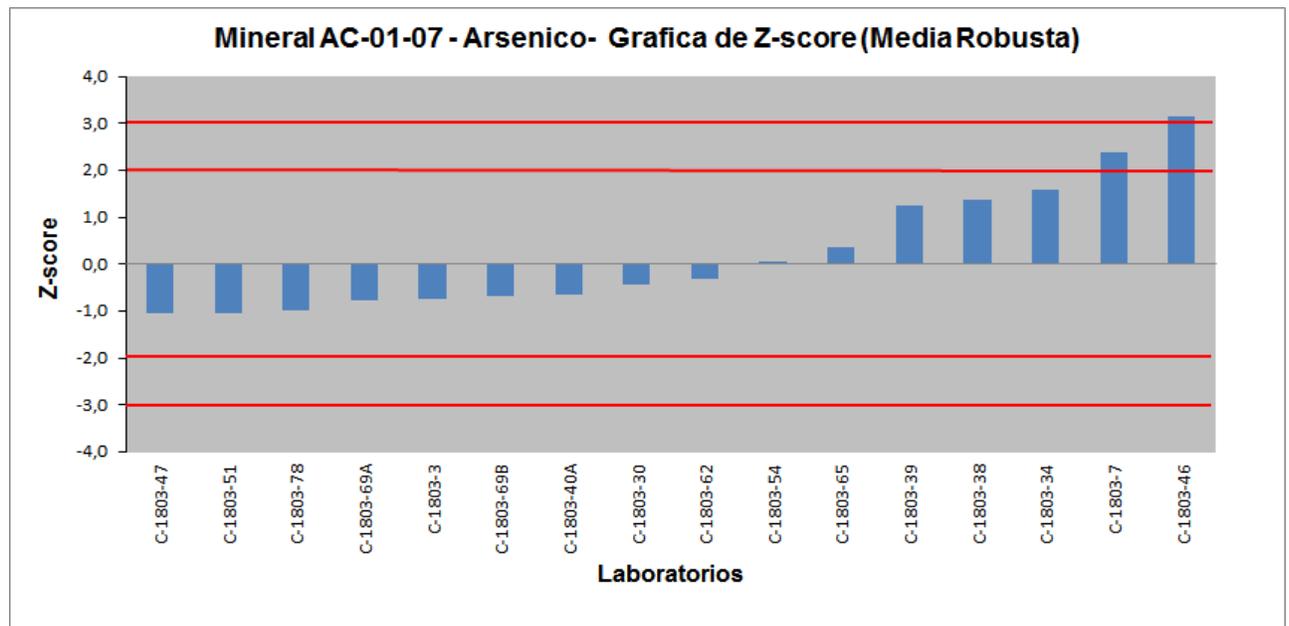


Gráfico N° 5.5.3.d.-



6. Comparación entre laboratorios que usaron diferentes metodologías.

Debido a que se usaron metodologías diferentes, se separaron los laboratorios en 2 o 3 grupos. Espectrofotometría de absorción atómica (EAA), Espectrofotómetro de Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-OES), Volumetría (Vol.)

6.1. Gráfica de valores individuales para Mineral.

Gráfico N° 6.1.a.- Cobre

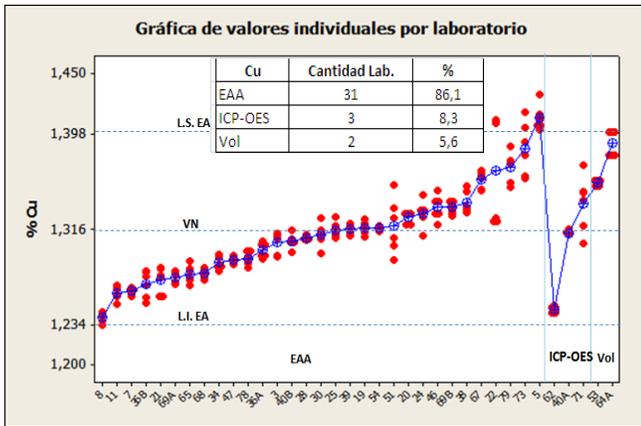


Gráfico N° 6.1.b.-Cobre

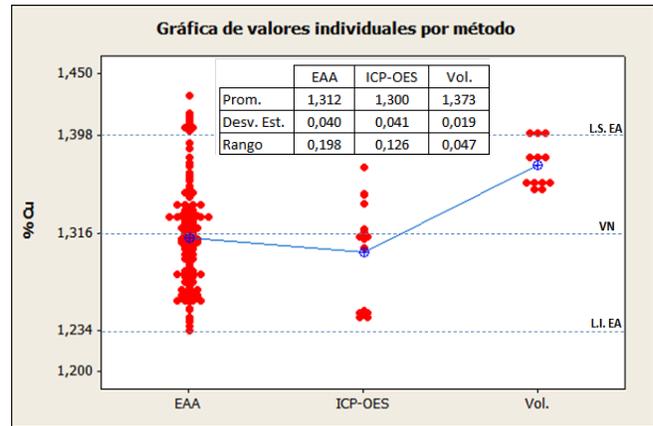


Gráfico N° 6.1.c.-Hierro

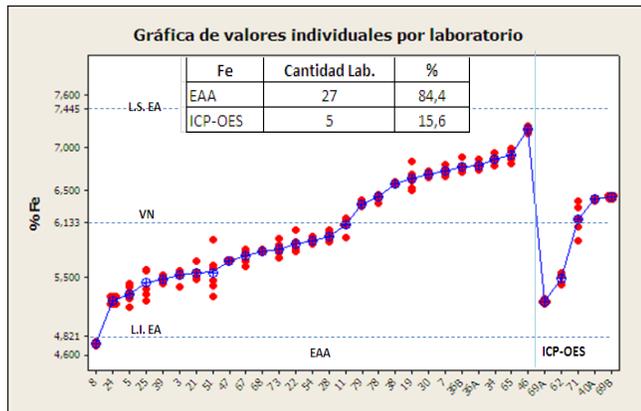


Gráfico N° 6.1.d.-Hierro

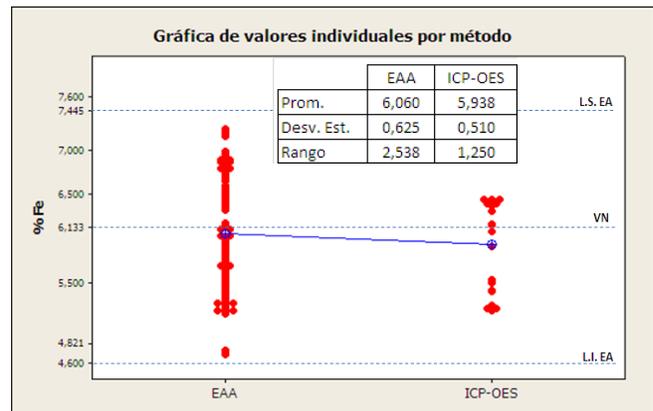


Gráfico N° 6.1.e.-Molibdeno

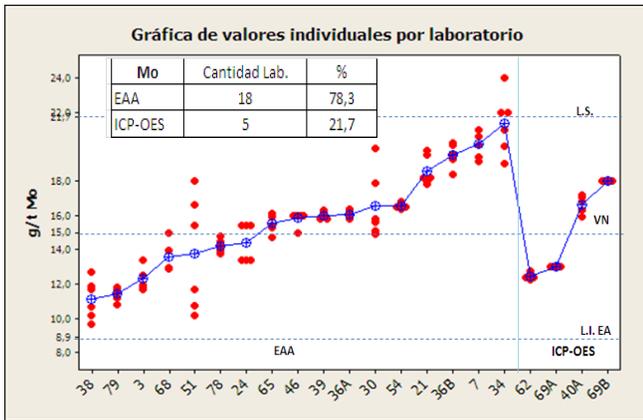


Gráfico N° 6.1.f.-Molibdeno

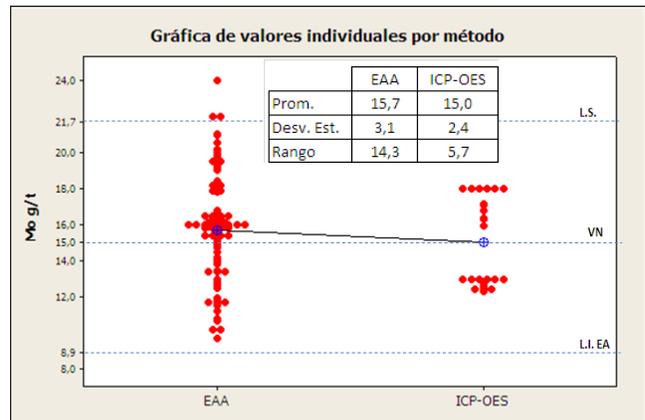


Gráfico N° 6.1.g.- Arsénico

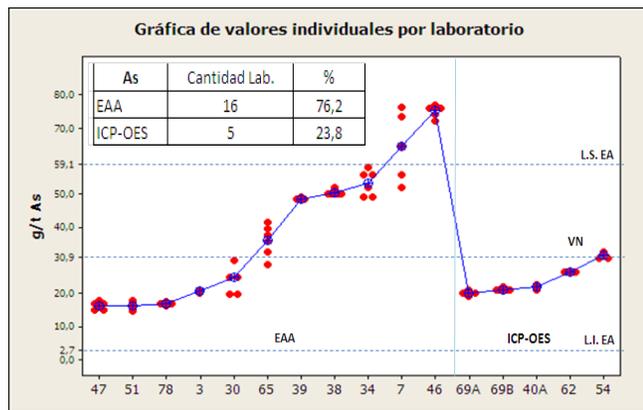
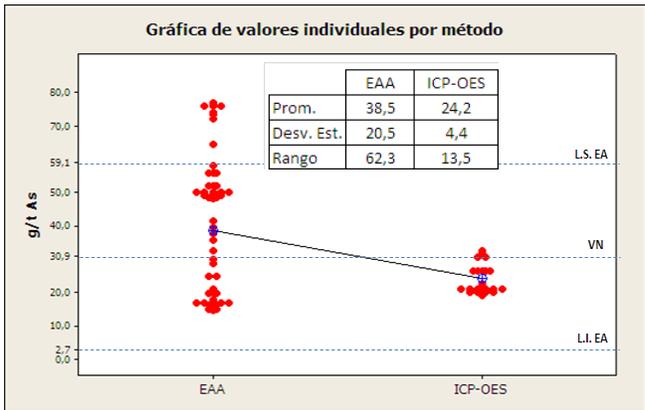


Gráfico N° 6.1.h.- Arsénico



7.- Gráficos circulares evaluación Z-score general.

Interpretación de los resultados:

Altamente Satisfactorio: $-1 \leq [Z] \leq 1$

Satisfactorio: $-2 \leq [Z] \leq -1$ o $1 \leq [Z] \leq 2$

Cuestionable: $2 < [Z] \leq 3$ o $-3 \leq [Z] < -2$

Insatisfactorio: $[Z] > 3$ o $[Z] < -3$

Mineral:

Gráfico N° 6.2.a.- Cobre:

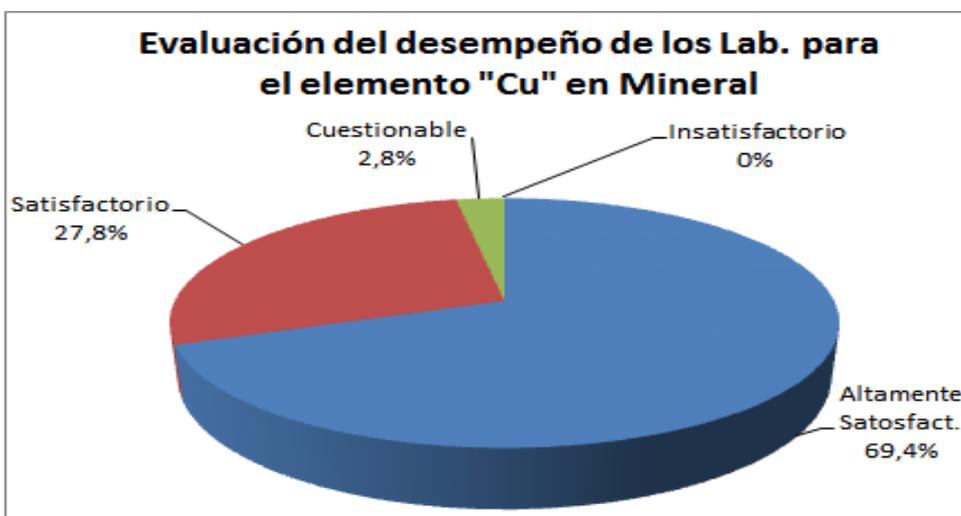


Gráfico N° 6.2.b.- Hierro:

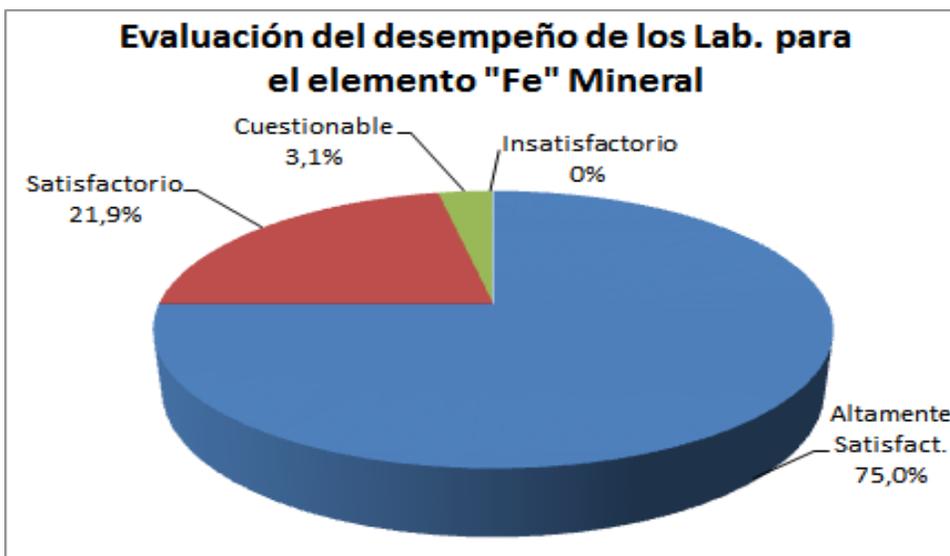


Gráfico N° 6.2.c.- Molibdeno:

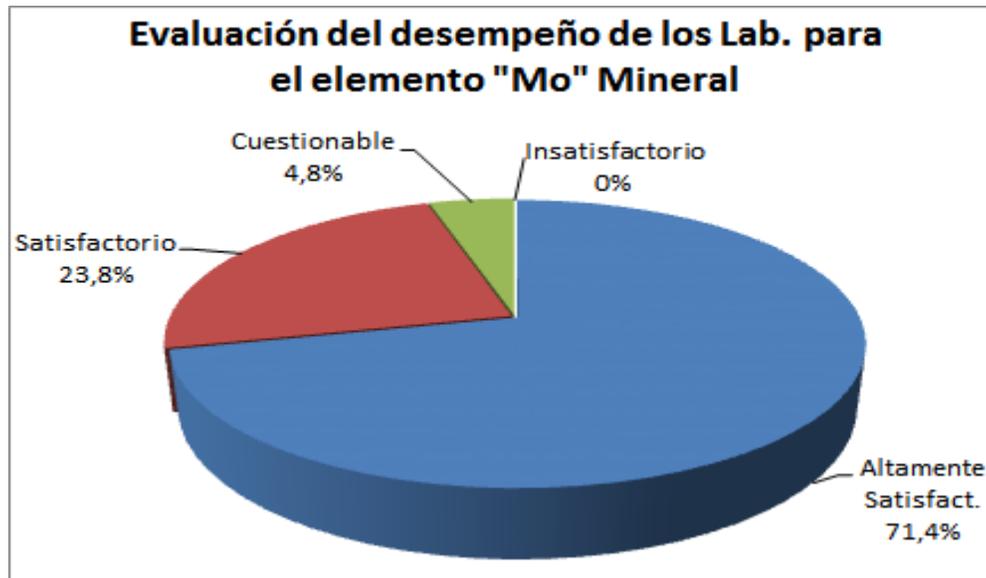
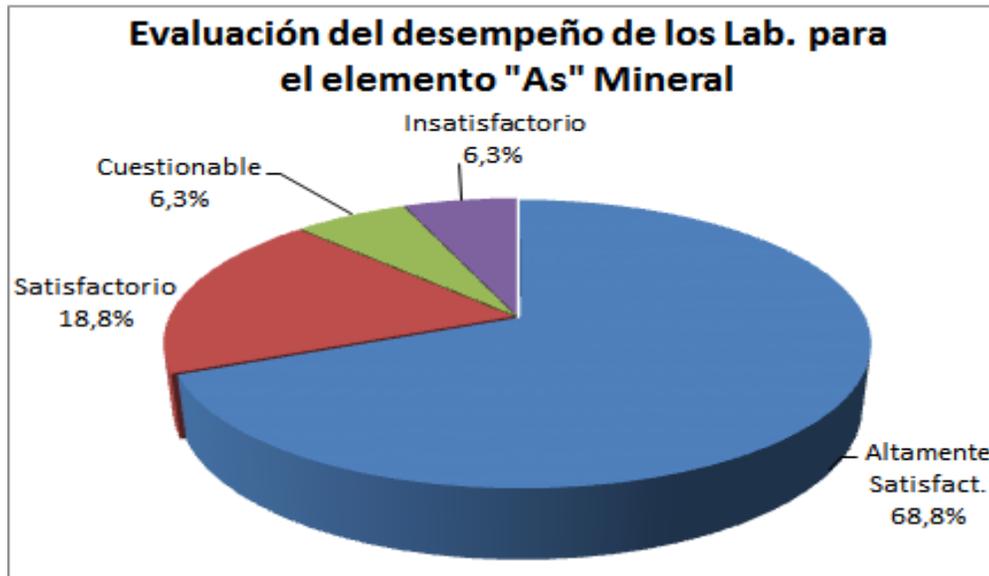


Gráfico N° 6.2.d.- Arsénico:



8.- Resumen del Estudio

8.a.- Participan 33 Laboratorios y se informan 36 reportes, debido a que 3 de los Laboratorios participantes informan resultados por 2 metodologías diferentes.

8.b.- Para mineral oxidado de cobre, la participación de los Laboratorios se resume en:

Elemento	% Participación
Cu	100
Fe	90,9
Mo	63,6
As	57,6

8.c.- De la evaluación básica, se identificó al resultado del laboratorio N°08 por el análisis de As como rechazado.

Elemento	VN	N° Lab.	Prom.
As	30,9 g/t	08	0,016 g/t

8.d.- De la evaluación estadística (test intercuartílico), solo un laboratorio fue identificado con valores anómalos, y este fue el laboratorio N°05 por cobre.

Elemento	VN	N° Lab.	Prom.
Cu	1.316 %	05	1.412 %

8.e.- Del análisis Z-score se indica el % de laboratorios satisfactorios.

Elemento	%
Cu	97,2
Fe	96,9
Mo	95,2
As	87,5

- 8.f.- De los 33 laboratorios participantes, para el análisis de Cobre, el 86.1% realizó la metodología de EAA, un 8.3 % realizó la metodología de ICP-OES y un 5.6 % realizó el método por volumetría.
Como se puede apreciar en las gráficas N°6.1 a y b, las metodologías por E.A.A presenta una mayor imprecisión, sin embargo la media de los datos informados están más cercano al valor asignado, la metodología por volumetría informa valores más alto que los otros métodos.
- 8.g.- De los 33 laboratorios participantes, para el análisis de Hierro, el 84.4% realizó la metodología de EAA y un 15.6 % realizó la metodología de ICP-OES.
Como se puede apreciar en las gráficas N°6.1 c y d, al igual que para el caso del Cobre, las metodologías por E.A.A presenta una mayor imprecisión con respecto al ICP, sin embargo la media de los datos informados están más cercano al valor asignado.
- 8.h.- De los 33 laboratorios participantes, para el análisis de Molibdeno, el 78.3% realizó la metodología de EAA y un 21.7% realizó la metodología de ICP-OES.
Como se puede apreciar en las gráficas N°6.1 e y f, al igual que para el caso anteriores, las metodologías por E.A.A presenta una mayor imprecisión con respecto al ICP, sin embargo la media de los datos informados están más cercano al valor asignado, la metodología ICP presenta leve sesgo negativo.
- 8.i.- De los 33 laboratorios participantes, para el análisis de Arsénico, el 76.2% realizó la metodología de EAA y un 23.8 % realizó la metodología de ICP-OES.
Como se puede apreciar en las gráficas N°6.1 g y h, al igual que para todos los elementos medidos, las metodologías por E.A.A presenta una mayor imprecisión con respecto al ICP, sin embargo la media de los datos informados están más cercano al valor asignado, la metodología ICP presenta leve sesgo negativo comportamiento que se refleja para todos los elementos medidos para este material.

9.- Conclusiones

El presente informe del ensayo de aptitud que fue realizado con la participación de 33 Laboratorios durante los meses de septiembre y octubre del año 2018. Se elaboró según los resultados informados por los laboratorios participantes. En esta ocasión el objetivo es medir el desempeño de los Laboratorios, para esto se envía una muestra de mineral y los resultados son comparados con el valor nominal que fue asignado por el Laboratorio que coordinó la ronda (Codelco-Chuquicamata). El enfoque de este estudio es ver la capacidad de los laboratorios de replicar sus resultado de análisis químicos con metodologías propias y evaluar que tan cercano es la exactitud y precisión con el valor asignado.

Con los datos reportados podemos entregar los siguientes comentarios:

.-En la evaluación global se puede concluir que el ensayo de aptitud fue muy bueno, solo se reportó 1 valor erróneo que no se considera en los cálculos, correspondiente al elemento As reportado por el laboratorio N°08

.-Como valores anómalos (outliers) solo se detectó 1 valor correspondiente a Cu reportado por el Laboratorio N°05

.- Con respecto al análisis de desempeño (evaluado por el z-score) los siguientes Laboratorios fueron evaluados como cuestionables sus resultados:

- Laboratorio N°05 para el análisis de Cu Z-score= 2.3
- Laboratorio N°08 para el análisis de Fe Z-score= -2.1
- Laboratorio N°34 para el análisis de Mo Z-score= 2.1
- Laboratorio N°46 para el análisis de As Z-score= 2.4

.-Solo un Análisis fue evaluado como insatisfactorio y es el análisis de As reportado por el Laboratorio N°46 Z-score = 3.1

.-Como se aprecia en los gráficos circulares del ítem 7, un gran número de los Laboratorios participantes son evaluados como altamente satisfactorio $\approx 71\%$ en los diferentes elementos analizados, y un 23% fueron evaluados como satisfactorios en sus análisis, abarcando el total de 94 % del total de Laboratorios.

.-En la evaluación de resultados diferenciado por las distintas metodologías utilizadas por los laboratorios participantes se puede visualizar que la metodología que utiliza la técnica de espectroscopia de absorción atómica para sus mediciones es la más utilizada por los laboratorios, si bien existe una gran dispersión de datos la media está muy cercano al valor asignado, para el caso de las metodologías que utilizan espectroscopia de emisión con plasma acoplado inductivamente los resultados son más precisos pero con un leve sesgo negativo.

.-En Resumen se puede rescatar información valiosa de este Ensayo de Aptitud, demostrando el buen nivel de los Laboratorios participantes.

Bibliografía

1. NCh-ISO 17043- Evaluación de la conformidad — Requisitos generales para los ensayos de aptitud
2. ISO 13528:2005(E) - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons
3. ISO Guia 35:2006(E) – Reference materials – General and statistical principles for certification
4. IUPAC 2006 – The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories.

ANEXO Nº 1
METODO DE ANALISIS POR LABORATORIO

Laboratorio Código : C-183- 03

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	1	250		10% HCl	327,4	10-25-50-100	Aire - Acetileno	EAA
Fe	EAA	1	250		10% HCl	372	50-100-250-500	Nitroso - Acetileno	EAA
As	EAA	5	50		10% HCl	193,7	5-10-25-50	Nitroso - Acetileno	EAA
Mo	EAA	5	50		10% HCl	313	5-10-25-50	Nitroso - Acetileno	EAA

Laboratorio Código : C-183- 05

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA			HNO3 + CLORATO + HCL					
Fe	EAA			HNO3 + CLORATO + HCL					

Laboratorio Código : C-183- 07

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	1 g	250	HCl;HNO3+ H2SO4+HF	10 % HCl	327,4		Acetileno	VARIAN-240
Fe	EAA	1 g	250	HCl;HNO3+ H2SO4+HF	10 % HCl 0.1% Na2SO4	372,0		Óxido nitroso-Acetileno	VARIAN-240
Mo	EAA	2 g	100	HCl;HNO3+ H2SO4+HF	25 % HCl 0.1% Na2SO4	313,3		Óxido nitroso-Acetileno	VARIAN-240
As	EAA	2 g	100	HCl;HNO3+ H2SO4+HF	25 % HCl	193,7		Óxido nitroso-Acetileno	VARIAN-240

Laboratorio Código : C-183- 08

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA			Ácido Clorhídrico y Acido Nítrico				Aire-Acetileno	
Fe	EAA								
As	EAA								

Laboratorio Código : C-183- 11									
Mineral									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	0,5 g	250	HNO3 + CLORATO + HCL	10% HCL	327,4	0-80	Aire-Acetileno	Varian AA240
Fe	EAA	0,5 g	250	HNO3 + CLORATO + HCL	10% HCL	386	0-500	Aire-Acetileno	Varian AA240

Laboratorio Código : C-183- 19									
Mineral									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	0,5 g	250	HNO3-HCl-KClO4		327,4	10-60.	AIRE C2H2	AGILENT
Fe	EAA	0,5 g	250	HNO3-HCl-KClO3 HF		386	100-500	C2H2-Nitroso	AGILENT

Laboratorio Código : C-183- 20									
Mineral									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	1,0 g	100	Agua regia	HCl 10%		0 - 500 mg/lt	Aire/Acetileno	Varian 55 B

Laboratorio Código : C-183- 21									
Mineral									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	1	100	HNO3-HClO4-HCl	10% HCl	327,4	100-200-300	Aire-C2H2	Agilent 240FS AA
Fe	EAA	1	100	HNO3-HClO4-HCl	10% HCl	372,0	100-250-500	N2O-C2H2	Agilent 240FS AA
Mo	EAA	2	50	HNO3-HClO4-HF-HCL	10% HCl- 0,1% Na2SO4	313,3	1,0-2,5-5,0	N2O-C2H2	Agilent 240FS AA

Laboratorio Código : C-183- 22									
Mineral									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	0.2500 g	100	HClO4	10% HCL	324,8	0.2 ; 1 ; 5 ; 10	Aire -C2H2	VARIAN 280FS
Fe	EAA	0.2500 g	100	HClO4	10% HCL	248,3	5 ; 10 ; 20	N2O-C2H2	VARIAN 280FS

Laboratorio Código : C-183- 24**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	1,00g	250	3 ácidos	Solución	327,4	2,5-5,0-10,0	AIRE-ACETILENO	EAA Varian 220
Fe	EAA	0,5g	250	3 ácidos	Solución	372	30-50-100-200	ACETILENO. OX. NITROSO	EAA Varian 220
Mo	EAA	2,00g	100	3 ácidos	Solución	313,3	1,0-2,5-5,0	ACETILENO. OX. NITROSO	EAA Varian 220

Laboratorio Código : C-183- 25**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	2	100	HNO3 + 5 HClO4	10 % HCl	327,4	0 -50-80-100-200-300	Aire/C2H2	Agilent 240FS
Fe	EAA	2	100	HNO3 + 5 HClO4	10 % HCl + 1 % Na2SO4	372,0	0-100-200-300	N2O/C2H2	Agilent 240FS
Mo	EAA	2	50	HF + HNO3 + HClO4 + HCl	10 % HCl + 1 % Na2SO4	313,3	0-1-2.5-5-10	N2O/C2H2	Agilent 240FS
As	EAA	1	100	HNO3 + HClO4 + H2SO4	2.5 % H2SO4	193,7	0 - 1-2.5-5	Aire/C2H2	Agilent 240FS

Laboratorio Código : C-183- 28**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA			2 ácidos					Perkin Elmer - PinAAcle 500
Fe	EAA			2 ácidos					

Laboratorio Código : C-183- 30**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	1	250	HCl, H2SO4, HNO3	10% HCl	327.4	0-25-50-100	Aire - Acetileno	Agilent Series 240 AA
Fe	EAA	1	250	HCl, H2SO4, HNO3	10% HCl	372.0	0-25-50-100	Aire - Acetileno	
Mo	-	-	-	-	-	-	-	-	-
As	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Laboratorio Código : C-183- 34

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	1,0000	100	HNO3-H2SO4 HF-HCl	Sequedad	327,4	0-20-50-100-200	Aire / Acetileno	Agilent Series 240 FS
Fe	EAA	1,0000	100 (FD=25)	HNO3-H2SO4 HF-HCl	Sequedad	372,0	0-50-100-200-300	Acetileno / N2O	Agilent Series 240 FS
Mo	EAA	1,0000	100	HNO3-H2SO4 HF-HCl	Sequedad	313,3	0-5-10-20-50-100-200	Acetileno / N2O	Agilent Series 240 FS
As	EAA	1,0000	100	HNO3-H2SO4 HF-HCl	Sequedad	193,7	0-5-10-20-50-100-200	Aire / Acetileno	Agilent Series 240 FS

Laboratorio Código : C-183- 36

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	1,0	100	HF + HCl + HNO3 + KClO3	10 % HCl	327,4 / 222,6	10-25-50 50-100-200	Aire - C2H2	
Fe	EAA	1,0	200	HNO3+ HF+HClO4	10 % HCl	373,7	50-100-50	C2H2 - N2O	
Mo	EAA	2,5	100	HF + HCl + HNO3 + KClO3	10 % HCl	313,3	2,5 - 5	C2H2 - N2O	

Laboratorio Código : C-183- 38

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	0,5000	250	10 ml HNO3, 5 ml HClO4, 5 ml HCl, 5 ml HF	10% HCl	327,4	0-10-25-50	Aire-Acetileno	Varian AA-240
Fe	EAA	0,5000	250	10 ml HNO3, 5 ml HClO4, 5 ml HCl, 5 ml HF	10% HCl, 0,1% Na2SO4	372,0	0-50-100-200	Oxido Nitroso-Acetileno	Varian AA-240
Mo	EAA	2,0000	100	10 ml HNO3, 5 ml HClO4, 5 ml HCl, 5 ml HF	25% HCL	193,7	0-5-10-25	Oxido Nitroso-Acetileno	Varian AA-240
As	EAA	2,0000	100	10 ml HNO3, 5 ml HClO4, 5 ml HCl, 5 ml HF	10% HCl, 0,1% Na2SO4	283,3	0-1-5-10	Oxido Nitroso-Acetileno	Varian AA-240

Laboratorio Código : C-183- 39**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	1	250	HCl, HNO3	10 % HCl	327,4	10/25/50	Aire - C2H2	
Fe	EAA	1	250	HCl, HNO3	10 % HCl	373,4	100/250/500	C2H2 - N2O	
Mo	EAA	2,5	50	HCl, HNO3	25 % HCl y Na2SO4 (1 %)	313,3	5/10/25 50/100/200	C2H2 - N2O	
As	EAA	2,5	50	HCl, HNO3	25 % HCl y Na2SO4 (1 %)	193,7	5/10/25 50/100/200	C2H2 - N2O	

Laboratorio Código : C-183- 40**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
As	ICP-OES	0,5	50	HCl - HNO3	20% HCl	189,042	0.25-5 ppm	Argon	Spectro Blue
Cu	ICP-OES	0,5	50	HNO3 - HClO4 - H2SO4	25 % HCl	324,754	2-100 ppm	Argon	Spectro Blue
Fe	ICP-OES	0,5	50	HNO3 - HClO4 - H2SO4	25 % HCl	244,451	10-500 ppm	Argon	Spectro Blue
Mo	ICP-OES	0,5	50	HNO3 - HCl - HClO4 - Hf	25% HCl	189,042	0.25-10 ppm	Argon	Spectro Blue
Cu	EAA	0,5	50	HNO3 - HClO4 - H2SO4	25 % HCl	324,8	2-50 ppm	Acetileno	Agilent

Laboratorio Código : C-183- 46**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	0,5000	250	HCl +HF + HNO3 + HClO4	10% HCl	327,40	50-150-300	Aire/Acetileno	Varian Agilent AA240
Fe	EAA	0,5000	250	HCl +HF + HNO3 + HClO5	10% HCl	273,36	100-300-600	Acetileno/ Nitroso	Varian Agilent AA240
Mo	EAA	2,5000	50	HNO3 + HClO4 + HF + HCl	25% HCl	313,30	10-30-60-90	Acetileno/ Nitroso	Varian Agilent AA240
As	EAA	2,5000	50	HNO3 + HClO4 + HF + HCl	25% HCl	193,70	10-30-60-90	Acetileno/ Nitroso	Varian Agilent AA240

Laboratorio Código : C-183- 51

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu				HCl + HClO4 + HNO3					
Fe				HCl + HClO4 + HNO3					
Mo				HCl + HClO4 + HNO3					
As				HCl + HClO4 + HNO3					

Laboratorio Código : C-183- 53

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	volumetrico	1 g		HNO ₃ -HCl-H ₂ SO ₄	sequead				bureta

Laboratorio Código : C-183- 54

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	E.AA	0,5	250	HNO ₃ :H ₂ SO ₄ (ST)*** 15:5	10 % HCl	λ 217,9	0 a 30 mg/l	Aire-Acetileno oxidante	Agilent 200
As	ICP-EOS	1	50	HNO ₃ :HF:HCl (S.S)** 10:5:5	2% HNO ₃	λ:197,197	0 a 30 mg/l	**	Optima 8300 P.E.
Fe	E.AA	1	100	HNO ₃ :HClO ₄ :H ₂ SO ₄ 10:2,5:5	10 % HCl	λ 386,0	0 a 800 mg/l	Nitroso-Acetileno oxidante	Agilent 200
Mo	E.AA	1	100	HNO ₃ :HClO ₄ :H ₂ SO ₄ 10:2,5:5	10 % HCl	λ 313,3	0 a 40 mg/l	Nitroso-Acetileno oxidante	Agilent 200

Laboratorio Código : C-183- 62**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	ICP-AES	0,5 gr	100	HNO3/HClO4	HCl 20%				ICP AGILENT- 5100SVDV
As	ICP-AES	0,5 gr	100	HNO3/HClO4	HCl 20%				
Mo	ICP-AES	0,5 gr	100	HNO3/HClO4	HCl 20%				
Fe	ICP-AES	0,5 gr	100	HNO3/HClO4	HCl 20%				

Laboratorio Código : C-183- 64**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol.	1,0	250	HCl + HNO3 + H2SO4					

Laboratorio Código : C-183- 65**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	E.AA	1	100	5 HNO3, 15 HCL, 2 HClO4	10% HCL	327,4	50-100-200	Aire-Acetileno	Perkin Elmer A.A 400
Fe	EAA	0,5	250	5 HN03 , 15 HCL , 2 HClO4 y 5 HF	5% HCL	373,71	100-300-500	Acetileno-Nitroso	Perkin Elmer A.A 400
Mo	E.AA	2,5	50	7 HN03, 21 HCL , 1 HClO4 , 5 HF	25% HCL	313,3	5-10-30-60	Acetileno-Nitroso	Perkin Elmer A.A 400
As	E.AA	1	100	5 HN03 , 15 HCL , 4 HClO4 y 5 HF	25% HCL	193,7	5-10-30-60	Aire-Acetileno	Perkin Elmer A.A 400

Laboratorio Código : C-183- 67**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	E.AA	0,15	100	Agua Regia	Solución acuosa	324.8 nm	0.5 a 20 mg/L	Acetileno	Agilenth Technmologi es AA240FS
Fe	EAA	0,15	100	Agua Regia	Solución acuosa	248.3 nm	5 a 25 ml/L	Acetileno	

Laboratorio Código : C-183- 68

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	E.AA	1g	100ml	10 ml HNO ₃ 5 ml HClO ₄	10%HCL	327,4	0-20-50-100-250	Aire/Acetileno	Agilent 220
Fe	EAA	1g	100ml	10 ml HNO ₃ 5 ml HClO ₄	10%HCL	248,3	0-50-100-200	Oxido Nitroso/Acetileno	Agilent 280
Mo	E.AA	1g	100ml	10 ml HNO ₃ 5 ml HClO ₄	10%HCL	313,3	0-5-10-25	Oxido Nitroso/Acetileno	Agilent 280

Laboratorio Código : C-183- 69

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
A									
Mo	Espectro fotométrico de Plasma Acoplado o Inductivamente			2 ácidos					
Fe				2 ácidos					
As				2 ácidos					
Cu	EAA			2 ácidos					
B									
Mo	Espectroscopia de Emisión Atómica			4 ácidos					
Fe				4 ácidos					
As				4 ácidos					
Cu				4 ácidos					

Laboratorio Código : C-183- 71

Mineral

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu		0,50	50	Multiácida	Solución	324,720	0-150	Argón	ICP OES
Fe		0,50	50	Multiácida	Solución	273,955	0-1000	Argón	ICP OES
Mo		0,50	50	Multiácida	Solución	188,979	0-2	Argón	ICP OES
As		0,50	50	Multiácida	Solución	202,031	0-5	Argón	ICP OES

Laboratorio Código : C-183- 73**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu		0,50	50	Multiacida	Solución	324,720	0-150	Argón	ICP OES
Fe		0,50	50	Multiacida	Solución	273,955	0-1000	Argón	ICP OES

Laboratorio Código : C-183- 78**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	2.0 g	100	HNO ₃ + HClO ₄	10% HCl	327,4	0-300	Aire-C ₂ H ₂	Varian AA240
Fe	EAA	0.5 g	100	HNO ₃ + HClO ₄ + HF	10% HCl, 0.1 % Na ₂ SO ₄	372	0-500	N ₂ O-C ₂ H ₂	Varian AA240
Mo	EAA	5.0 g	50	HNO ₃ + HClO ₄	20% HCl, 0.1 % Na ₂ SO ₄	313,3	0-50	N ₂ O-C ₂ H ₂	Varian AA240
As	EAA	5.0 g	50	HNO ₃ + HClO ₄	20% HCl, 0.1 % Na ₂ SO ₄	193,7	0-20	N ₂ O-C ₂ H ₂	Varian AA240

Laboratorio Código : C-183- 79**Mineral**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	0,5	50	HNO ₃ +HClO ₄ -HF	10% HCl	327,4	50-300	Acetileno-Oxido Nitroso	PinAAcle 900 (6Q)
Fe	EAA	0,5	50	HNO ₃ +HClO ₄ -HF	10% HCl	302	100 - 500	Acetileno-Oxido Nitroso	PinAAcle 500 (9Q)
As	EAA	1	50	HNO ₃ +HClO ₄ -HF	2% H ₂ SO ₄	93,7	0,5 - 2,0	Acetileno-Oxido Nitroso	PinAAcle 900 (7Q)
Mo	EAA	0,5	50	HNO ₃ +HClO ₄ -HF	10% HCl	313,3	0,5 - 5,0	Acetileno-Oxido Nitroso	PinAAcle 900 (6Q)

ANEXO Nº 2
CARTA CONDUCTORA

RED NACIONAL DE METROLOGIA

LABORATORIO DESIGNADO EN MAGNITUD QUIMICA –
METALES Y SUS ALEACIONES (Decreto N° 347 de 2007)

PROTOCOLO DE ENSAYO DE APTITUD C1803 MINERAL DE COBRE

Agosto del 2018

INDICE

ITEMS	CONTENIDO	HOJA
1	INTRODUCCION	3
2	OBJETIVO	4
3	IDENTIFICACIÓN DEL PROVEEDOR DE ENSAYO DE APTITUD	4
4	COORDINACIÓN	4
5	REQUISITOS DE PARTICIPACIÓN	4
6	EMBALAJE DEL ÍTEM DE ENSAYO DE APTITUD.	5
7	RECEPCIÓN Y TRANSPORTE.	5
8	INSTRUCCIONES SOBRE CONDICIONES DE ALMACENAMIENTO Y MANIPULACIÓN DEL MATERIAL	5
9	DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA A UTILIZAR EN LAS MEDICIONES Y/O ANÁLISIS	5
10	DESARROLLO	8
11	RECEPCIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS POR CADA PARTICIPANTE	8
12	EVALUACIÓN ESTADÍSTICA	8
13	INFORME PRELIMINAR (B)	9
14	INFORME FINAL (A)	9
15	CONFIDENCIALIDAD	9
16	COLUSIÓN ENTRE LOS PARTICIPANTES O LA FALSIFICACIÓN DE RESULTADOS	10
17	DETERMINACION DEL VALOR ASIGNADO	10
18	BIBLIOGRAFÍA	11

1. INTRODUCCION

La División de Metrología del INN, coordina las actividades involucradas en la operación de un Programa de Ensayo de Aptitud Nacional (Proficiency Testing – PT's), 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.

Desde el año 2010 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", Programa desarrollado con aportes del Fondo de Innovación para la Competitividad, del Ministerio de Economía, Fomento y Turismo", sin costos de inscripción para los participantes y el número de cupos quedará sujeto al diseño del Ensayo de Aptitud y los fondos disponibles.

Otros ensayos de aptitud o intercomparaciones organizadas por la RNM que no cuenten con este financiamiento, tendrán costo de inscripción para los participantes.

Los Institutos Designados y Candidatos de la RNM demuestran su competencia técnica a través de un sistema de gestión de calidad, que cumple con los requisitos de la norma NCh-ISO 17025:2005 y para la organización de los ensayos de aptitud ofertados por la RNM, se realizan de acuerdo con los requisitos de la norma NCh-ISO 17043:2011 para el desarrollo del proceso.

El Programa anual de Ensayos de Aptitud, se planifica considerando las capacidades de medición y calibración de las organizaciones que componen la RNM, las necesidades de los laboratorios de calibración y ensayo nacionales y, en algunos casos, las necesidades establecidas por un determinado organismo del Estado.

Por regla general, los ensayos de aptitud ofrecidos por la RNM se realizan durante el año calendario.

Los ítems de ensayo, se distribuyen en un periodo de tiempo determinado para su análisis, son enviados en las fechas establecidas en el programa, en las condiciones de embalaje, almacenamiento, seguridad e identificación que aseguren la integridad del ítem.

Cada ensayo de aptitud cuenta con una codificación alfanumérica y a cada laboratorio participante se le hace entrega de un código de identificación confidencial con el que son informados los resultados.

La oferta de los ensayos de aptitud es publicada a través de una programación anual en el sitio web www.metrologia.cl.

2. OBJETIVO

El objetivo de este tipo de ejercicios es brindar a los laboratorios participantes herramientas objetivas para evaluar el desempeño y competencias en relación con sus actividades de ensayos químicos. Además, permite a los organismos de acreditación evaluar el desempeño continuo de los laboratorios acreditados.

Contribuir en la identificación de problemas en los laboratorios para luego implementar, tomar y adoptar acciones correctivas por parte de los laboratorios participantes. También permite identificar potenciales no conformidades u oportunidades de mejora, frente a resultados cuestionables.

3. IDENTIFICACIÓN DEL PROVEEDOR DE ENSAYO DE APTITUD

El proveedor del Ensayo de Aptitud (EA) para el presente ejercicio es el Laboratorio Químico de Codelco-Chile, División Chuquicamata Designado en la Magnitud Química - Minerales y sus Aleaciones, perteneciente a la Red Nacional de Metrología, ubicado en la Ciudad de Calama, Km 3 Ruta 21, Camino a Chiu Chiu.

Contacto

Proveedor de Ensayo de Aptitud : Verónica Ramírez Ardiles
Cargo : Supervisor Laboratorio Químico
Teléfono : 55 - 2323153
Email : vrami001@codelco.cl

4. COORDINACIÓN

Este programa es coordinado por la División de Metrología del Instituto Nacional de Normalización, Las instalaciones del INN están Av. Libertador Bernardo O'Higgins 1449 Torre 7, Piso 18, Santiago Downtown. Santiago.

Contacto

Coordinador de Ensayo de Aptitud del INN : Ing. Q. William J. Güin T.
Teléfono : (+56) 2 2445 8875
Email : william.guin@inn.cl

5. REQUISITOS DE PARTICIPACIÓN

El trabajo tiene carácter de cooperativo, es decir, no se cobra ni se paga, los laboratorios se comprometen a realizar los ensayos en la forma planificada y entregar los resultados en los plazos establecidos y el laboratorio organizador se compromete a elaborar un informe que se entregará a todos los laboratorios participantes.

Los laboratorios participantes deben contar con la infraestructura necesaria para realizar los análisis químicos establecidos.

Pueden participar todos los organismos que lo deseen (acreditados y no acreditados). La Red Nacional de Metrología no hará distinción entre laboratorios acreditados y no acreditados o, laboratorios públicos o privados que tengan actividades relacionadas con los ensayos propuestos. Los laboratorios interesados en participar en la ronda de EA deben inscribirse formalmente llenando un formulario de inscripción con todos los antecedentes solicitados, y comprometiéndose a entregar los resultados en la fecha indicada en la carta conductora.

El Formulario de Inscripción debe ser enviado por correo electrónico al Coordinador del ensayo de aptitud del INN.

No se aceptará la incorporación, en el ensayo de aptitud, de laboratorios que no se hayan inscrito formalmente.

6. EMBALAJE DEL ÍTEM DE ENSAYO DE APTITUD.

La muestra está contenida en frasco plástico con la identificación correspondiente, protegidos contra la humedad por una bolsa plástica y enviados en una caja de cartón forrado en papel de embalaje.

7. RECEPCIÓN Y TRANSPORTE.

En la recepción de las muestras de ensayo el laboratorio participante debe hacer una inspección para verificar que estas lleguen en condiciones adecuadas para su análisis.

No se requiere la devolución de las muestras una vez analizadas.

8. INSTRUCCIONES SOBRE CONDICIONES DE ALMACENAMIENTO Y MANIPULACIÓN DEL MATERIAL

- a) Mantener alejado de atmosfera corrosiva.
- b) Mezclar por agitación antes de usar.
- c) No mantener el frasco abierto más de lo necesario.

9. DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA A UTILIZAR EN LAS MEDICIONES Y/O ANÁLISIS

Los laboratorios que participan en este ensayo de aptitud pueden utilizar las metodologías propias de cada laboratorio químico

La muestra a analizar será un mineral oxidado, los laboratorios recibirán la muestra según programa indicado en ítem 10.

9.1 MUESTRAS

- a) Se requiere para la muestra identificada como mineral, analizar los siguientes elementos:
Cu, Fe, As y Mo.

Los laboratorios que no tengan implementado todos los elementos, pueden informar solamente aquellos que puedan realizar.

9.2 INSTRUCCIONES

- a) Las muestras se deben guardar cerradas, no se requiere ningún tratamiento previo antes del análisis (secado).
- b) Para cada medición se harán 6 réplicas en muestras preparadas independientemente.
- c) Unidades de expresión de resultados:

Mineral:

Los resultados de Cu y Fe se informarán en unidades de porcentaje (%) con tres decimales, los resultados de As y Mo se informarán en gramos por tonelada (g/t) con un decimal.

9.3 METODOS UTILIZADOS E INFORMACIÓN

Agradeceremos entregar la siguiente información para el método utilizado:

- a) Proporción de ácidos usados para la digestión y temperatura de placas calefactoras
- b) Estado final de la digestión de la muestra (por ejemplo: sequedad.)
- c) Condición final para cuantificación (por ejemplo 10% HCl)
- d) Trazabilidad de los patrones de calibración (ejemplo: Tritisol, Certipur, Nist, etc)
- e) Matriz de solución patrón de calibración
- f) Rango de calibración (por ejemplo: 0 – 30 µg/ml)
- g) Gases usados
- h) Quemador (Largo o Corto)
- i) Tipo de llama (oxidante, reductora)
- j) Marca y modelo de instrumentos de medición usados
- k) Cualquier otra información relevante, no contemplada

El archivo que contiene los resultados debe incluir, la identificación de la muestra, el código del laboratorio y los resultados. No se debe incluir logos o identificación de la organización, esto para asegurar la confidencialidad del ensayo.

9.4 FORMATO DE INFORME DE RESULTADOS

Código del Laboratorio: _____

Muestra	Elemento 1 (%)	Elemento 2 (%)	Elemento 3 (g/t)	Elemento 4 (g/t)	Elemento n (g/t)
Id. 1	0,000	0,000	0,0	0,0	0,0
	0,000	0,000	0,0	0,0	0,0
	0,000	0,000	0,0	0,0	0,0
	0,000	0,000	0,0	0,0	0,0
	0,000	0,000	0,0	0,0	0,0
	0,000	0,000	0,0	0,0	0,0

Formato de metodología de análisis químico utilizado:

Se solicita enviar la información en planilla Excel en los formatos indicados de manera **OBLIGATORIA**.

Laboratorio C- XX - XX									
Mineral									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo

Observación:

No serán evaluados los resultados de los laboratorios que no entreguen la información completa de los formatos de metodología de análisis.

10. DESARROLLO

El presente ensayo de aptitud se desarrollará conforme a las etapas y plazos establecidos en la tabla siguiente:

Envío de Muestras a los laboratorios Aceptados para su participación.	20/8/2018
Desarrollo del EA (período de mediciones)	20/08/2018 al 20/09/2018
Recepción de resultados del EA	20/09/2018 (Plazo máximo de envío de resultados para los participantes). <i>Se recibirán sólo aquellos resultados que sean enviados con el código asianado v en las planillas</i>
Entrega impresa de Informe B (preliminar)	Durante el mes de Septiembre de 2018.
Entrega del Informe final A, sólo a los asistentes del Taller de Cierre	Durante el mes de Octubre 2018

Observación:

No serán aceptados los resultados de los laboratorios que no entreguen la información en el tiempo acordado.

11. RECEPCIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS POR CADA PARTICIPANTE

Los laboratorios deberán informar los resultados según el formato indicado en carta conductora, dichos resultados deben ser enviados vía correo electrónico al Sr. William J. Güin. del INN, quién los hará llegar al laboratorio proveedor del EA.

12. EVALUACIÓN ESTADÍSTICA

Para la evaluación del desempeño de los participantes del EA, solo se contemplaran los laboratorios que sigan las instrucciones de metodología indicadas por el proveedor del EA, y se procesan los resultados según los criterios establecidos en la norma NCh-ISO 17043:2011.

El desempeño de cada laboratorio será evaluado de acuerdo a z-score.

El z-score es un puntaje de desempeño el cual compara las diferencias entre los resultados de los participantes y el valor asignado en términos de la dispersión aceptable de los resultados o la desviación estándar establecida.

$$Z = (x_a - X) / \sigma$$

Dónde:

x_a = resultado de los participantes

X = valor de referencia

σ = Desviación estándar establecida para el ensayo de aptitud.

Se asumirá por tanto una distribución normal.

Los criterios de aceptabilidad, se definen por el valor obtenido por cada laboratorio, que son clasificados de la siguiente manera:

Entre -2,00 y +2,00 el resultado del laboratorio es satisfactorio.

Entre -2,01 y -2,99 ó; entre +2,01 y +2,99 el resultado del laboratorio es cuestionable.

Si es menor que -3 ó mayor que 3, el resultado del laboratorio es insatisfactorio.

Para fines estadísticos no se considerarán en la evaluación datos informados como “menor que” o bajo el límite de detección reportado por el laboratorio, es decir, resultados informados como $<0,01 \text{ mg/L}$ o $< 5 \text{ mg/Kg}$.

13. INFORME PRELIMINAR (B)

El proveedor del EA preparará el Informe Preliminar B, el cual se entregara en el mes de septiembre para su revisión y comentarios, si procede. Los comentarios y observaciones de los participantes en relación con los contenidos del informe, deberán ser notificados en un plazo máximo de 5 días hábiles, a partir de la fecha de entrega del Informe Preliminar.

El informe preliminar incluirá el resultado de todos los laboratorios participantes, excepto aquellos que:

- Enviaron resultados erróneos.
- Valores informados bajo el límite de detección.
- Enviaron resultados fuera de plazo

En el informe preliminar B, se indicarán los valores erróneos y valores bajo el límite de detección, pero no se considerarán en el análisis estadístico.

14. INFORME FINAL (A)

Se preparará el informe final A, considerando todos los comentarios y observaciones realizados por los laboratorios participantes. El informe describe el listado de participantes, objetivo del ensayo de aptitud, el ítem de ensayo, evaluación estadística realizada y la evaluación del desempeño de los participantes, representada en tablas y gráficas.

El informe Final A, será enviado por el Sr. William J. Gün. (Coordinador del EA del INN), mediante correo electrónico.

15. CONFIDENCIALIDAD

La identidad de los participantes en el ensayo de aptitud, organizado por la Red Nacional de Metrología, será de carácter confidencial y conocida sólo por el coordinador del ensayo del INN.

La información proporcionada por los participantes del ensayo de aptitud, será tratada como información confidencial.

16. COLUSIÓN ENTRE LOS PARTICIPANTES O LA FALSIFICACIÓN DE RESULTADOS

La necesidad de confianza constante en el desempeño de los laboratorios no sólo es esencial para los laboratorios y sus clientes sino que también para otras partes interesadas, tales como las autoridades reglamentarias, el organismo de acreditación, y otras organizaciones que especifican requisitos para los laboratorios.

A pesar que el EA tiene por objetivo ayudar a los participantes a mejorar su desempeño técnico, algunos participantes podrían dar una impresión falsamente positiva de sus capacidades. Por ejemplo, puede haber colusión entre los laboratorios y esto impide que se reciban resultados verdaderamente independientes o puede haber una falsificación de resultados.

Las medidas tomadas por el Proveedor del EA para evitar la colusión y falsificación de resultados son las siguientes:

- a) Se da a conocer el valor asignado después que los laboratorios participantes hayan enviado los resultados de sus ensayos. Por lo tanto, el laboratorio participante recién conoce el valor asignado cuando recibe el Informe Preliminar (B).
- b) No se aceptan resultados de los participantes luego que se da a conocer el valor asignado a través del Informe Preliminar (B).
- c) Se ha establecido un plazo máximo para que cada participante envíe los resultados de las mediciones con la finalidad de evitar colusión.

Los participantes que sean sorprendidos realizando un acto de colusión o falsificación de resultados, perderán el derecho a la confidencialidad y facultará al coordinador del EA para aplicar las sanciones que estime pertinente, las que podrán ser:

- a) la incorporación de los antecedentes de colusión o falsificación de resultados en el informe del ensayo de aptitud identificando al (los) participante(s) sancionado(s)
- b) notificación al Organismo Nacional de Acreditación, si es pertinente, y la suspensión de la participación en el presente EA y/o los posteriores, organizados por la Red Nacional de Metrología.

17. DETERMINACION DEL VALOR ASIGNADO

El valor asignado se determinara por un método validado por el laboratorio de referencia.

El valor asignado para los materiales usados en el EA, se trazaran a materiales de referencia certificados, utilizando un método de medición adecuada, bajo condiciones de repetibilidad.

El análisis de homogeneidad fue realizado de acuerdo a la ISO Guide 35:2006, anexo B.

18. BIBLIOGRAFÍA

- a) NCh-ISO 17043:2011 “Evaluación de la conformidad – Requisitos generales para los ensayos de aptitud”.
- b) ISO 13528:2005 “Métodos estadísticos para el empleo en pruebas de habilidad por comparación interlaboratorio”
- c) ISO Guide 35:2006 “Material de referencia – principios generales y estadísticas para la certificación”
- d) Guía RNM-01 “Elaboración de protocolo para ensayo de aptitud”.