



# INFORME A

## ENSAYO DE APTITUD CONCENTRADO DE COBRE

INN – DCH N° C-1804

Noviembre 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	5
5	Análisis Estadísticos	5
5.1	Resultados Informados	5
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 declararon cumplir con la acreditación bajo NCh ISO 17025 y comparación entre metodologías diferentes	16
6.1	Análisis estadístico	16
6.1.1	Gráfica de valores individuales para concentrado de cobre, laboratorios (acreditados y no acreditados) y tipo de metodología (Volumetría o EAA)	16
6.1.2	Gráficos circulares metodologías utilizadas. Expresadas en %	18
6.1.3	Gráficos circulares Evaluación del desempeño según Z-score.	20
7	Resumen del Estudio	22
8	Conclusiones	23
	Bibliografía	26
Anexo N°1	Método de análisis químico por Laboratorio	27
Anexo N°2	Carta conductora	36

## 1. Lista de Participantes

- Nº Laboratorios
- 1 [Cesmec]-Iquique - Bureaveritas
  - 2 División Chuquicamata - Codelco Chile
  - 3 Cesmec, S.A. Sierra Gorda
  - 4 [Cesmec]-Calama - Bureau veritas laboratorio puerto seco
  - 5 CIQUIMET CHILE LTDA
  - 6 Glencore Alto Norte
  - 7 Bureauveritas Antofagasta
  - 8 Alfred Knight
  - 9 División Salvador - Codelco Chile
  - 10 ENAMI-Laboratorio Planta Vallenar
  - 11 Minera Candelaria
  - 12 ENAMI-Laboratorio Fundación H. Videla Lira
  - 13 Laboratorio Químico Pucobre
  - 14 SCM Atacama Kozan
  - 15 Bureauveritas Coquimbo
  - 16 División El teneiente - Codelco Chile
  - 17 ALS Patagonia S.A.
  - 18 [Cesmec]-Santiago (Div. Andina)
  - 19 Cesmec Santiago ()
  - 20 División Ventanas - Codelco Chile
  - 21 METALAB SA
  - 22 Minera Los Pelambres
  - 23 ALFRED H KNIGHT DEL PERU S.R.L
  - 24 LABPERU E.I.R.L
  - 25 Sociedad Minera Cerro Verde S.A.A.
  - 26 Pan American Silver Bolivia S.A
  - 27 Inspectorate Services, Perú
  - 28 Inspectorate Services, Perú Minera Constancia
  - 29 Geoassay

## **2. Antecedentes Generales:**

El presente informe contiene los resultados del Segundo Ensayo de Aptitud, del año 2018, concentrado 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 Octubre y Noviembre 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 concentrado de cobre.

En esta oportunidad los análisis se realizaron acorde a la metodología propia de cada laboratorio. 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.

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

Concentrado: Cobre, Plata, Arsénico y Azufre

En el presente Ensayo de Aptitud participaron 29 Laboratorios.

## **3. Objetivos**

El objetivo es determinar el desempeño de los Laboratorios participantes en el análisis de muestra de concentrado de cobre, donde se solicita usar la metodología propia de cada laboratorio.

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

#### 4. Material de Ensayo

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

- **Concentrado de Cobre:** Es una muestra de material de Concentrado de Cobre proveniente de los procesos de concentración de Chuquicamata, este fue preparado en el Laboratorio Químico de Codelco – División Chuquicamata , la muestra utilizada en el ensayo está identificada como:

MH-CC-01-18                      Concentrado de Cobre

Cada Laboratorio recibió las instrucciones para la mantención de las muestras y realización de los análisis requeridos para cada material, de acuerdo a carta conductora en anexo N° 2 ítem N°9 del protocolo de Ensayo de Aptitud INN-1804

Los materiales de ensayo son homogéneos entre y dentro de los frascos, además de estables en el tiempo.

Además el material es trazable a un material de referencia certificado

#### 5. Análisis Estadísticos

El tratamiento estadístico de los datos se realizó de acuerdo a la norma NCh ISO/IEC 17043:2011, 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 para evaluar que laboratorios cumplieron con la metodología

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:

**Tabla 5.1.b.- Concentrado:**

Lab.	Cu %	Ag g/t	As %	S %	Lab.	Cu %	Ag g/t	As %	S %	
1804-04	1	30,350	474,0	0,281	23,2	1804-25	11	30,295		
		30,330	467,0	0,284	23,2			30,337		
		30,440	456,0	0,280	23,0			30,323		
		30,370	467,0	0,283	23,0			30,323		
		30,450	460,0	0,285	22,9			30,331		
1804-05	2	30,450	464,0	0,284	23,2	1804-26	12	30,479	482,8	
		30,441	472,8	0,287	22,3			30,425	479,1	
		30,473	474,4	0,281	22,4			30,461	479,6	
		30,509	474,4	0,286	22,2			30,443	477,8	
		30,463	470,6	0,287	22,2			30,429	475,3	
1804-06	3	30,490	479,5	0,288	22,1	1804-27	13	30,320	472,0	
		30,476	471,5	0,280	22,4			30,280	473,0	
		30,557		0,315				30,390	472,0	
		30,578		0,313				30,210	471,0	
		30,612		0,316				30,400	472,0	
1804-07	4	30,630		0,310		1804-29	14	30,426	463,2	0,322
		30,636		0,313				30,481	472,5	0,317
		30,528		0,316				30,424	472,5	0,321
		30,695	457,2	0,316	23,2			30,640	457,7	0,302
		30,685	454,8	0,308	23,4			30,640	461,5	0,310
1804-09	5	30,655	454,8	0,313	23,5	1804-30	15	30,500	464,0	0,311
		30,655	455,8	0,312	23,8			30,470	466,0	0,312
		30,659	456,1	0,316	23,5			30,470	466,0	0,310
		30,669	457,1	0,310	23,5			30,470	466,0	0,313
		30,366		0,3	20,5			30,470	464,0	0,311
1804-12	6	30,527		0,3	20,4	1804-31	16	30,646	443,4	0,304
		30,511		0,3	20,5			30,540	442,4	0,312
		30,449		0,3	20,5			30,534	442,4	0,308
		30,477		0,3	20,4			30,534	440,6	0,308
		30,459		0,3	20,3			30,441	441,5	0,310
1804-13	7	30,497	470,4			1804-33	17	30,490	458,0	0,306
		30,412	473,5					30,460	466,0	0,306
		30,471	468,2					30,500	459,0	0,312
		30,443	475,8					30,510	466,0	0,309
		30,483	470,9					30,500	468,0	0,307
1804-17	8	30,461	471,3			1804-40	18	30,641		
								30,523		
								31,040		
								30,527		
								30,266		
1804-23A	9					1804-41A	19	29,987	479,9	0,349
								30,638	479,7	0,344
								30,521	479,1	0,343
								30,693	482,3	0,343
								30,413	484,7	0,345
1804-23B	10					1804-41B	20	30,000		
								30,200		
								30,200		
								30,100		
								30,000		

Lab.	Cu %	Ag g/t	As %	S %
21 1804-55	30,240			
	30,190			
	30,230			
	30,190			
	30,220			
22 1804-57	30,150	451.0	0.313	
	30,170	438.0	0.309	
	30,300	446.0	0.305	
	30,150	443.0	0.309	
	30,285	454.0	0.305	
23 1804-59	30,195	448.0	0.306	
	30,494	451.0	0.307	22.5
	30,422	449.9	0.300	22.5
	30,436	446.9	0.300	22.4
	30,507	448.6	0.304	22.3
	30,505	450.3	0.303	22.5
24 1804-63	30,527	449.6	0.303	22.5
	30,471	465.8	0.333	
	30,484	467.8	0.336	
	30,515	466.3	0.339	
	30,495	468.0	0.337	
	30,561	466.4	0.334	
25 1804-67	30,547	465.7	0.335	
	30,470	469.4	0.319	22.2
	30,490	469.9	0.314	22.2
	30,480	467.2	0.314	22.3
	30,500		0.322	22.3
	30,450		0.323	22.3
26 1804-68	30,490		0.322	22.2
	30,395	471.2	0.342	23.1
	30,438	472.9	0.335	23.0
	30,469	476.4	0.338	23.3
	30,328	471.6	0.349	23.1
	30,356	471.6	0.342	23.4
27 1804-69	30,421	473.4	0.339	23.4
	30,514	464.4	0.300	22.0
	30,493	468.5	0.323	22.5
	30,426	463.3	0.310	22.5
	30,446	464.9	0.323	22.7
	30,505	461.2	0.301	22.5
28 1804-70	30,521	466.4	0.309	22.2
	30,430	479.6		
	30,450	482.5		
	30,400	485.4		
	30,430	489.9		
	30,430	476.6		
29 1804-75	30,430	483.8		
	30,449	468.4	0.303	22.2
	30,461	467.5	0.299	22.4
	30,461	467.0	0.303	22.5
	30,467	466.2	0.298	22.6
	30,465	468.1	0.301	22.5
30 1804-89	30,461	468.1	0.302	22.4
	30,516	465.8	0.298	26.4
	30,484	466.0	0.295	26.4
	30,528	468.7	0.299	26.4
	30,522	465.8	0.296	26.2
	30,516	463.8	0.298	26.5
31 1804-99	30,536	468.3	0.297	26.5
	30,502	455.3		
	30,475	465.2		
	30,518	457.9		
	30,389	458.7		
	30,409	468.9		
	30,391	455.7		

## 5.2 Gráficos por Laboratorio y basados en dispersión

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

### 5.2.1) Concentrado de Cobre

Gráfico N° 5.2.1.-

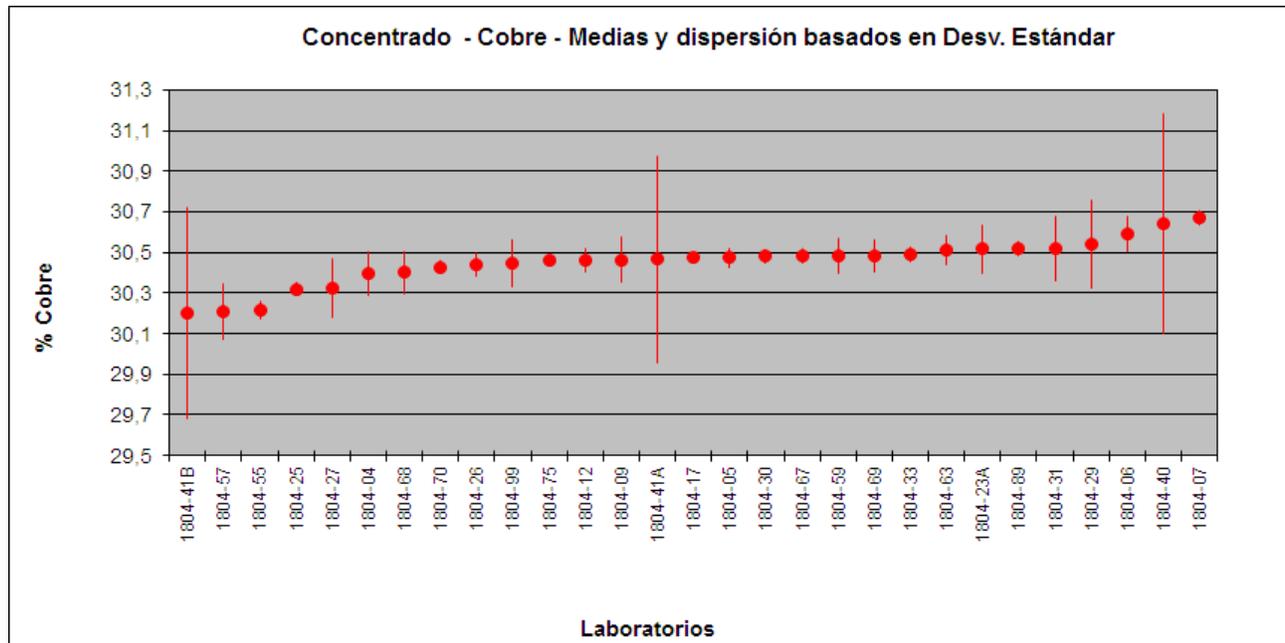


Gráfico N° 5.2.2.-

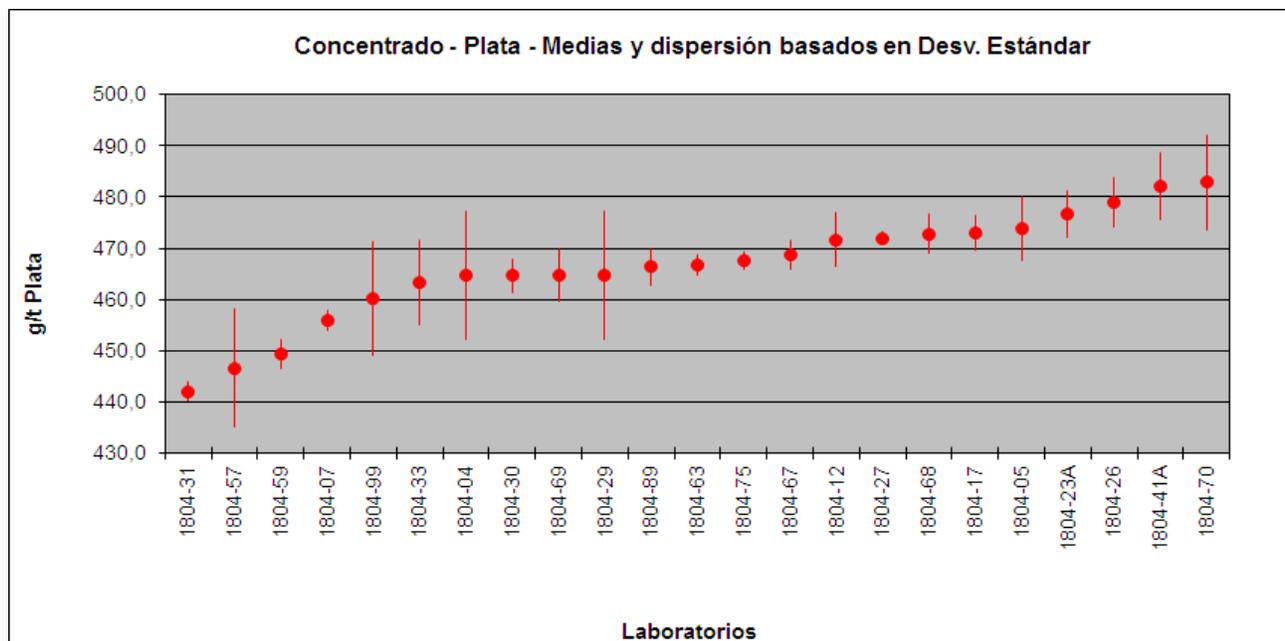


Gráfico N° 5.2.3.-

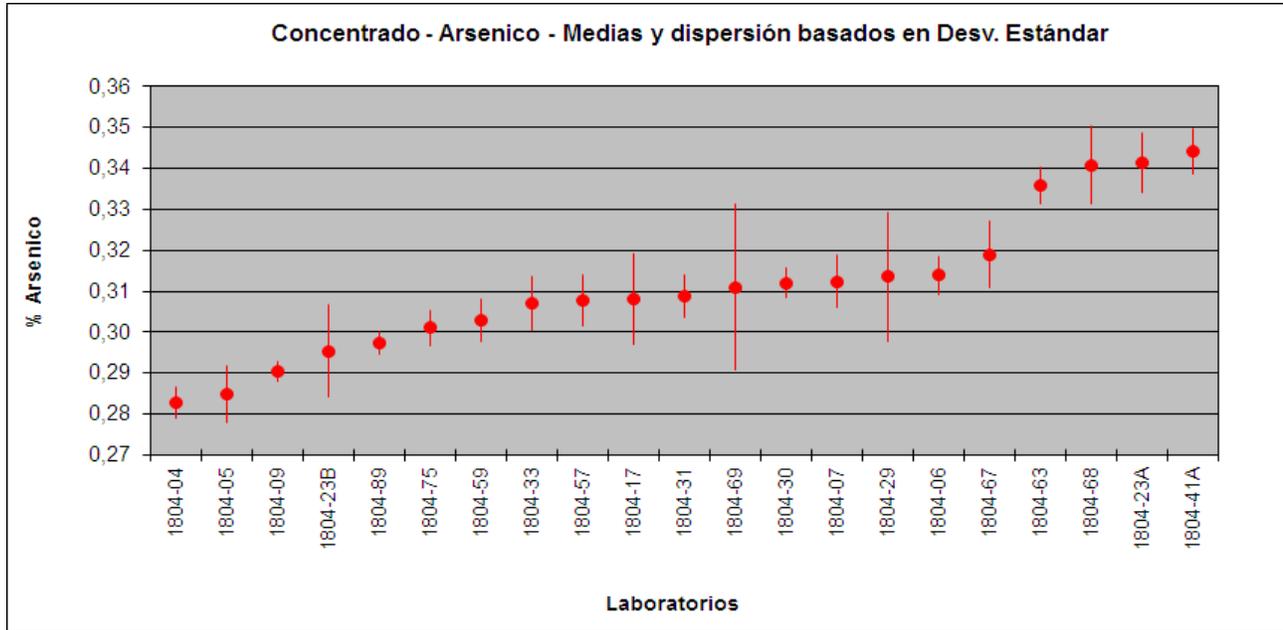
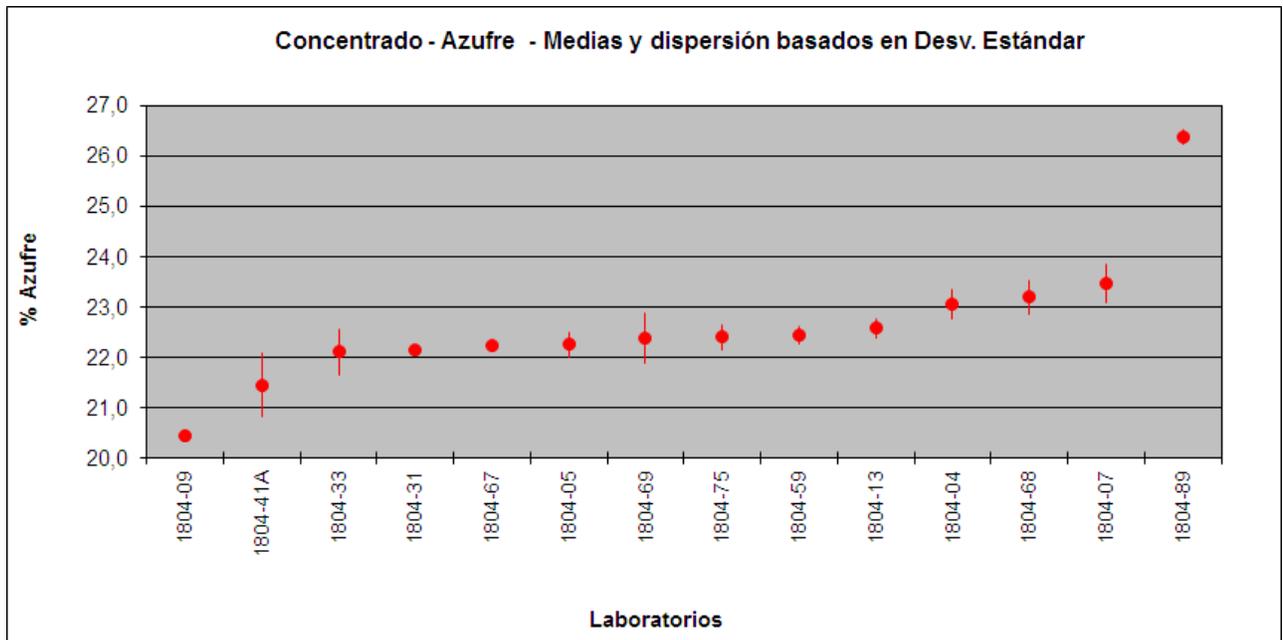


Gráfico N° 5.2.4.-





## 5.4.- Determinación del valor asignado:

### 5.4.1 Concentrado de Cobre

Para el caso del material de referencia concentrado de Cobre, los valores asignados se realizaron mediante diferentes metodologías validadas acreditadas.

Para la medición de cobre se utilizó como referencia la norma ISO 10258:94 "copper sulfide concentrates-determination of copper content titrimetric methods", la norma ISO 10469:2006 "Copper sulfide concentrates-Determination of copper electrogravimetric method"

Para las mediciones de los elementos Ag y As se utilizó una metodología acreditada basada en digestión ácida y luego la medición por espectrofotometría de absorción atómica.

Para la medición de Azufre se usa la técnica de fusión y luego detección infrarroja por un analizador elemental LECO.

Para todas las mediciones analíticas se utilizaron patrones y material de referencia certificado trazable metrológicamente según el siguiente detalle:

- Material de referencia certificado con una incertidumbre de medida CCRMP copper concentrate CCU-1d lote # B2690, con valores certificados de Cu, Ag, As y S.
- Patrón certificado NIST 3114 Copper (Cu) Standard Solution lot#121207
- Patrón certificado NIST 3151 Plata (Ag) Standard Solution lot#992212
- Patrón certificado NIST 3103 Arsenico (As) Standard Solution lot#100818

Los valores nominales asignados para la muestra de concentrado de cobre por el laboratorio Químico coordinador del E.A. son:

Elemento	Valor Nominal	Desv. Estándar
% Cu	30,489	0,033
g/t Ag	470,0	5,0
% As	0,310	0,006
% S	22,387	0,300

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.

## 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 Concentrado de Cobre para considerar en el Z-score

Elemento	VN	Desv. Est. (Media Rob.)
% Cu	30,489	0,078
g/t Ag	470,0	9,8
% As	0,310	0,015
% S	22,387	0,517

**Tabla resumen de Z-score:**

Lab.	Z-score			
	Cu	Ag	As	S
1804-04	-1,2	-0,5	-1,8	1,3
1804-05	-0,2	0,4	-1,7	-0,2
1804-06	1,3	-----	0,3	-----
1804-07	<b>2,3</b>	-1,4	0,2	<b>2,1</b>
1804-09	-0,3	-----	-1,3	<b>-3,8</b>
1804-12	-0,4	0,2	-----	-----
1804-13	-----	-----	-----	0,4
1804-17	-0,2	0,3	-0,1	-----
1804-23A	0,4	0,7	<b>2,1</b>	-----
1804-23B	-----	-----	-1,0	-----
1804-25	<b>-2,2</b>	-----	-----	-----
1804-26	-0,6	0,9	-----	-----
1804-27	<b>-2,1</b>	0,2	-----	-----
1804-29	0,7	-0,5	0,2	-----
1804-30	-0,1	-0,5	0,1	-----
1804-31	0,4	<b>-2,8</b>	-0,1	-0,4
1804-33	0,0	-0,7	-0,2	-0,5
1804-40	1,9	-----	-----	-----
1804-41A	-0,3	1,2	<b>2,3</b>	-1,8
1804-41B	<b>-3,7</b>	-----	-----	-----
1804-55	<b>-3,5</b>	-----	-----	-----
1804-57	<b>-3,6</b>	<b>-2,4</b>	-0,1	-----
1804-59	-0,1	<b>-2,1</b>	-0,5	0,1
1804-63	0,3	-0,3	1,7	-----
1804-67	-0,1	-0,1	0,6	-0,3
1804-68	-1,1	0,3	<b>2,1</b>	1,6
1804-69	-0,1	-0,5	0,1	0,0
1804-70	-0,8	1,3	-----	-----
1804-75	-0,4	-0,2	-0,6	0,1
1804-89	0,4	-0,4	-0,8	<b>7,7</b>
1804-99	-0,5	-1,0	-----	-----

**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  $[z] < -3$ )

### 5.5.1.- Concentrado de Cobre

Gráfico Nº 5.5.1.a.-

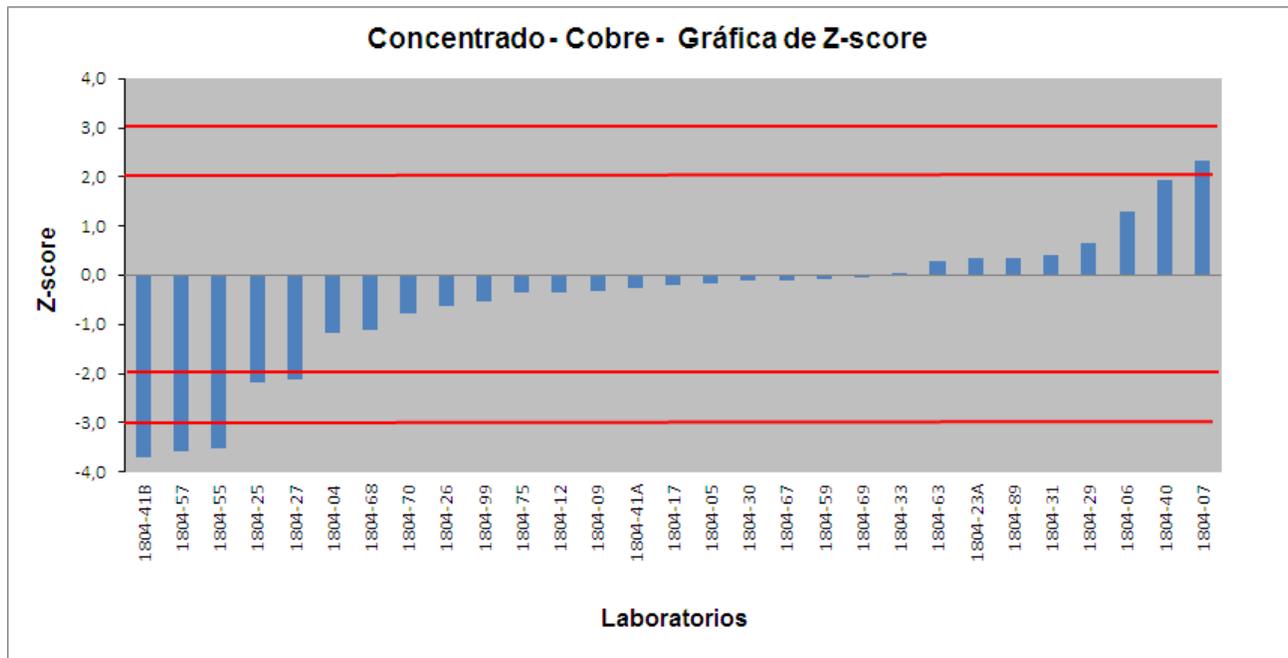


Gráfico Nº 5.5.1.b.-

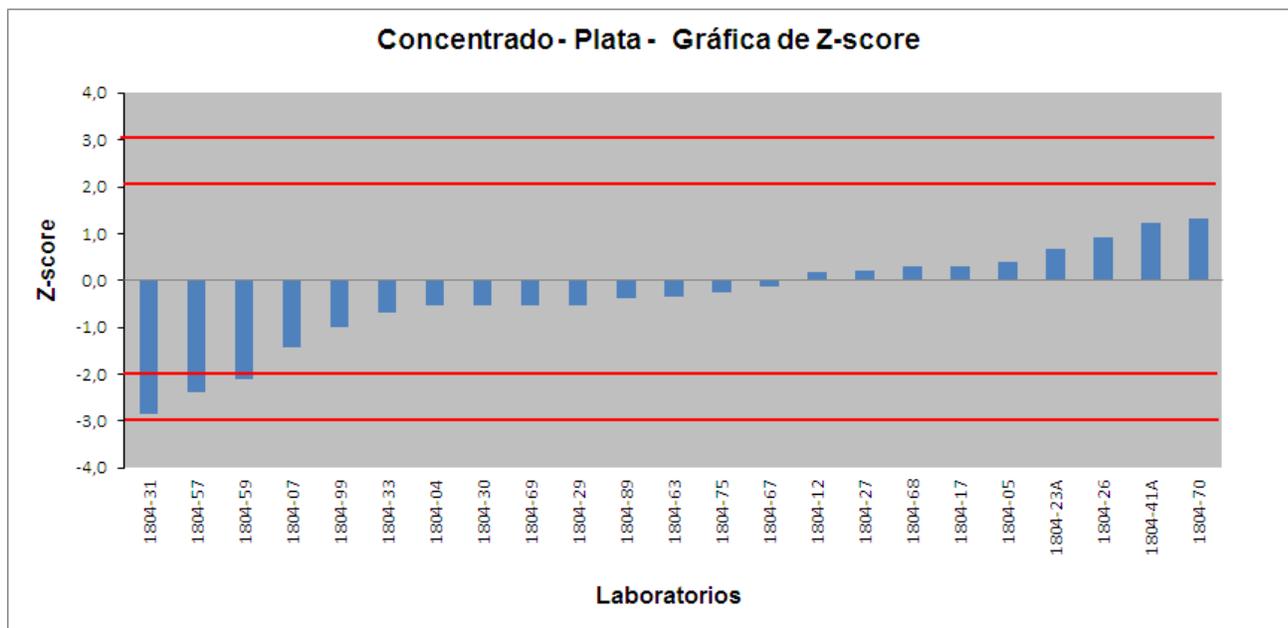


Gráfico Nº 5.5.1.c.-

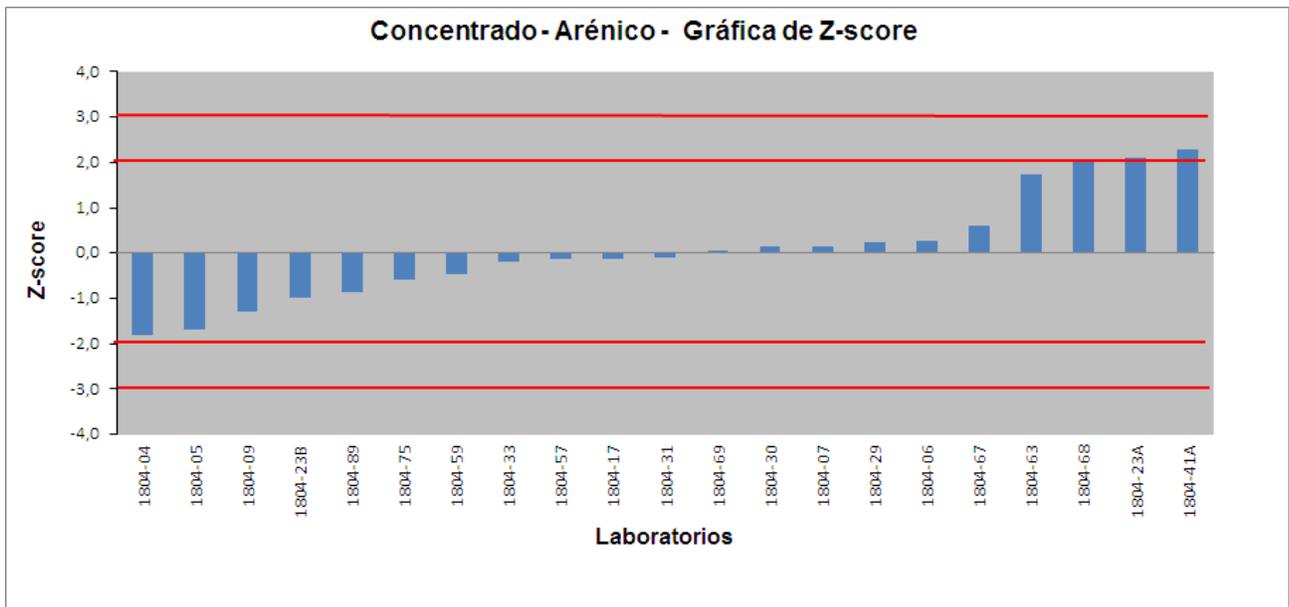
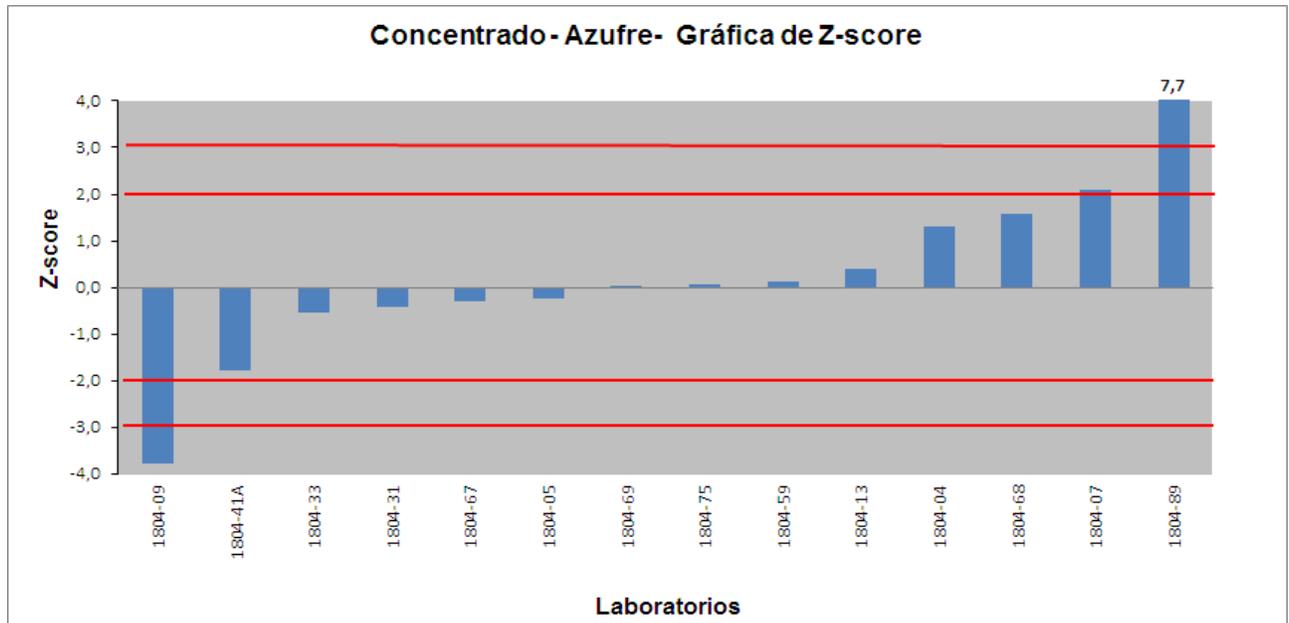


Gráfico Nº 5.5.1.d.-



## 6. Comparación entre laboratorios que declararon cumplir con la acreditación bajo NCh ISO 17025 y comparación entre metodologías diferentes

En el presente Ensayo de Aptitud se solicitó a los laboratorios participantes que indicaran si se encontraban acreditados bajo la NCh ISO 17025 o no, (ítem 9.4 formato de resultados del protocolo). Con esta información, además del tipo de metodología que utilizaron se realiza una comparación entre los resultados informados

### 6.1 Análisis estadístico

#### 6.1.1 Gráfica de valores individuales para concentrado de cobre, laboratorios (acreditados y no acreditados) y tipo de metodología (Volumetría o EAA)

Gráfico N° 6.1.1.a.- Cobre

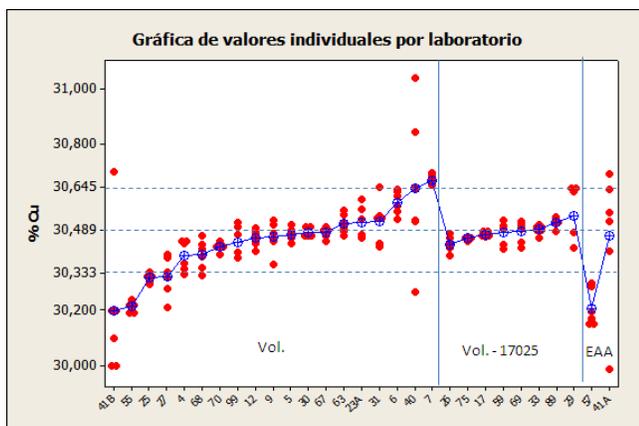


Gráfico N° 6.1.1.b.-Cobre

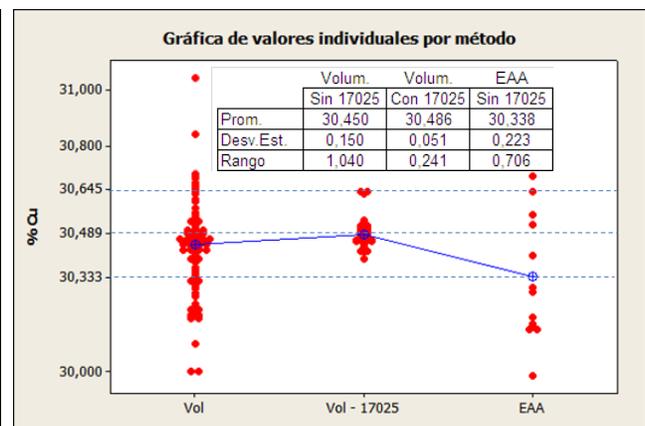


Gráfico N° 6.1.1.c.-Plata

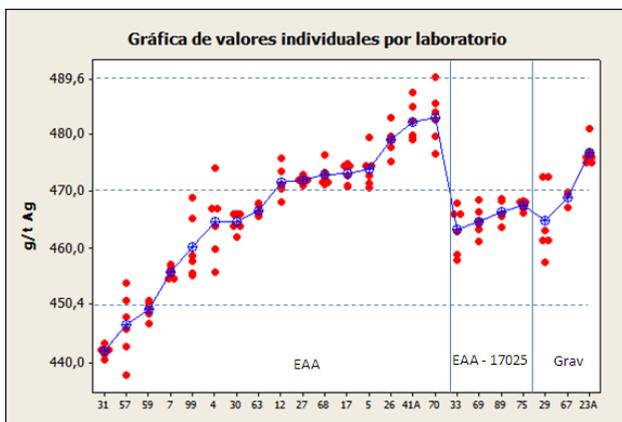


Gráfico N° 6.1.1.d.-Plata

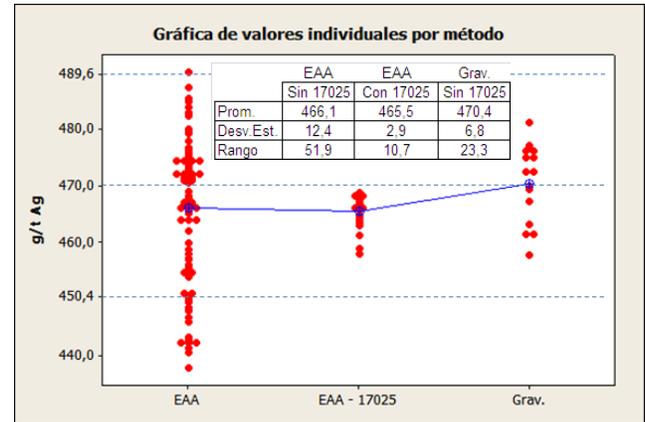


Gráfico N° 6.1.1.e.-Arsenico

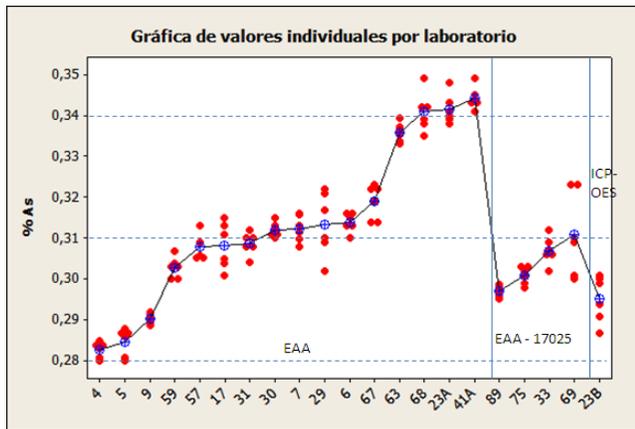


Gráfico N° 6.1.1.f.-Arsenico

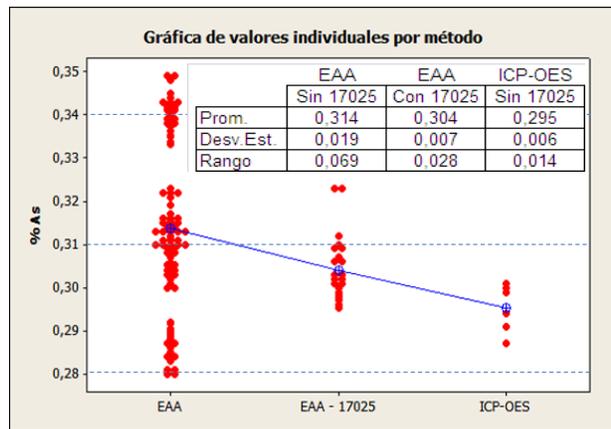


Gráfico N° 6.1.1.g.-Asufre

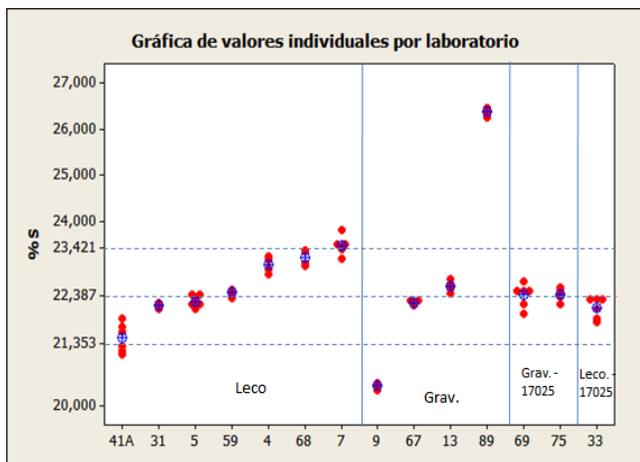
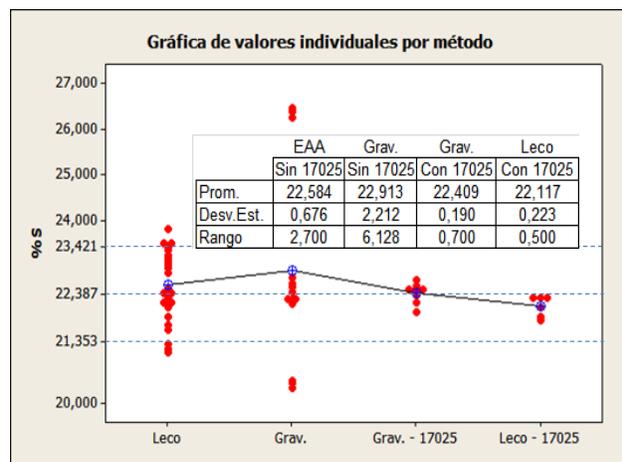


Gráfico N° 6.1.1.g.-Asufre



### 6.1.2 Gráficos circulares metodologías utilizadas. Expresadas en %

Gráfico N° 6.1.2.a.- Cobre:

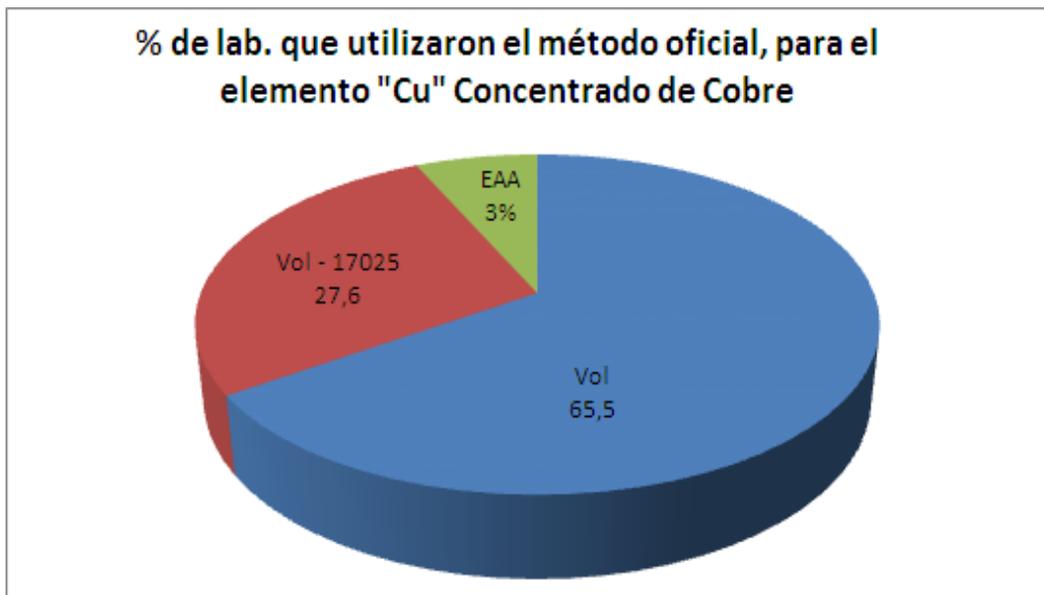


Gráfico N° 6.1.2.b.- Plata:

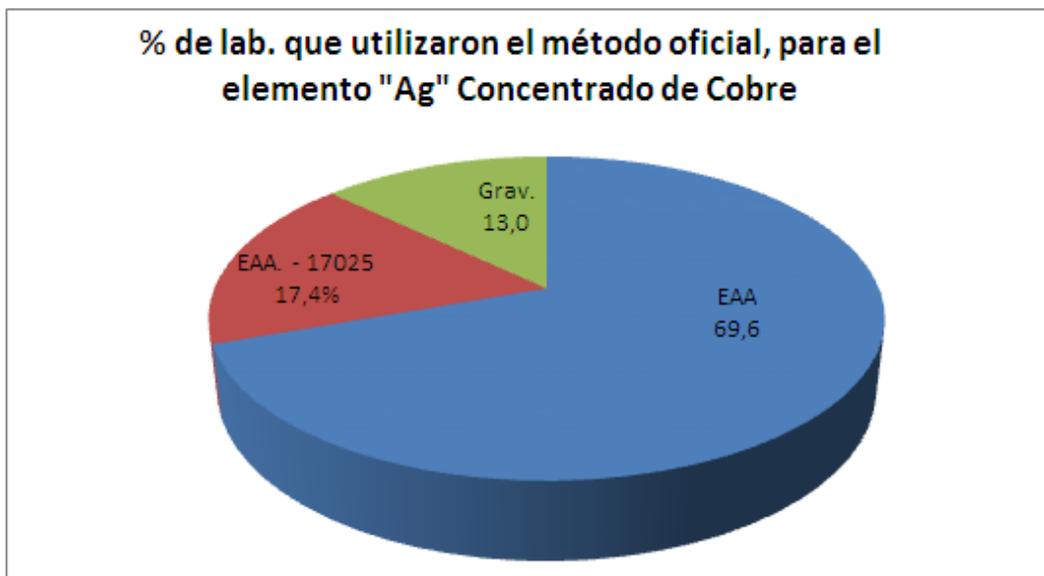


Gráfico N° 6.1.2.c.- **Arsénico:**

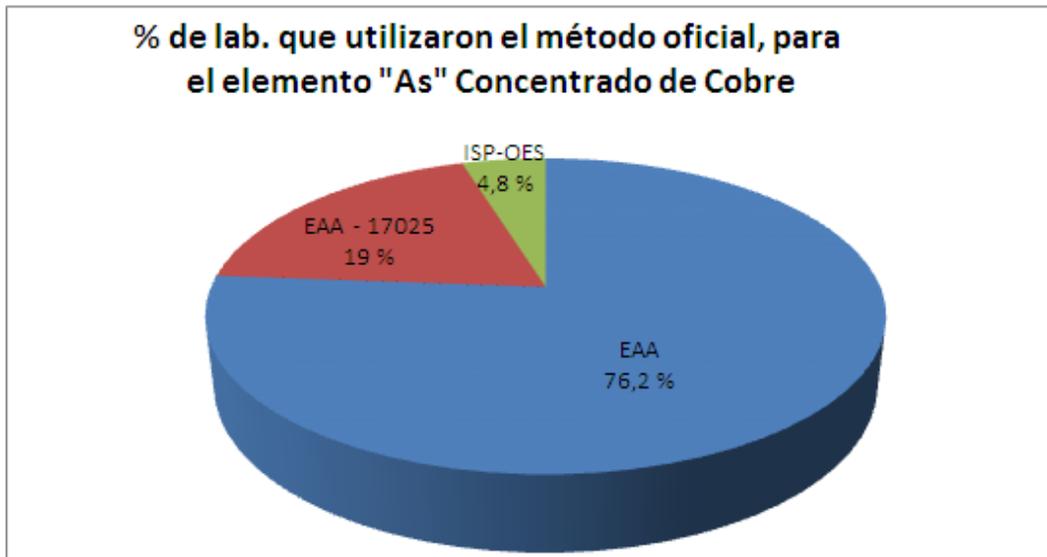
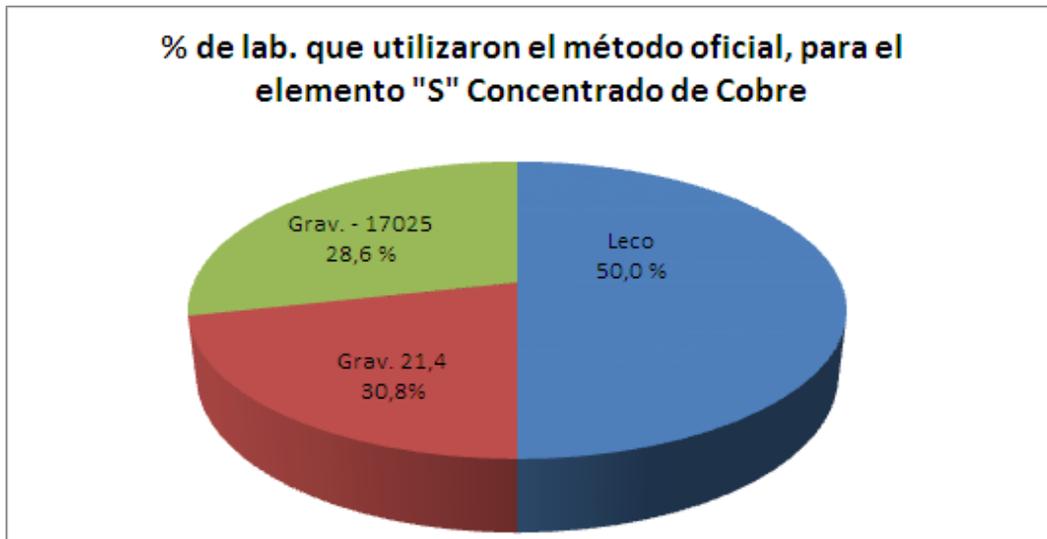


Gráfico N° 6.1.2.c.- **Azufre:**



### 6.1.3 Gráficos circulares Evaluación del desempeño según Z-score.

Gráfico N° 6.1.3.a.- Cobre:

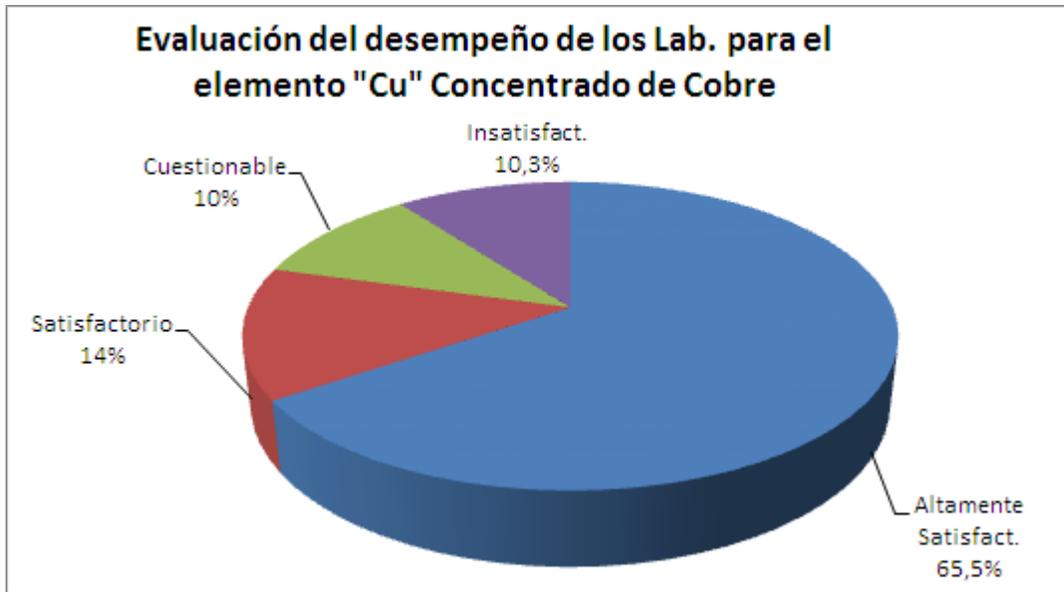


Gráfico N° 6.1.3.b.- Plata:

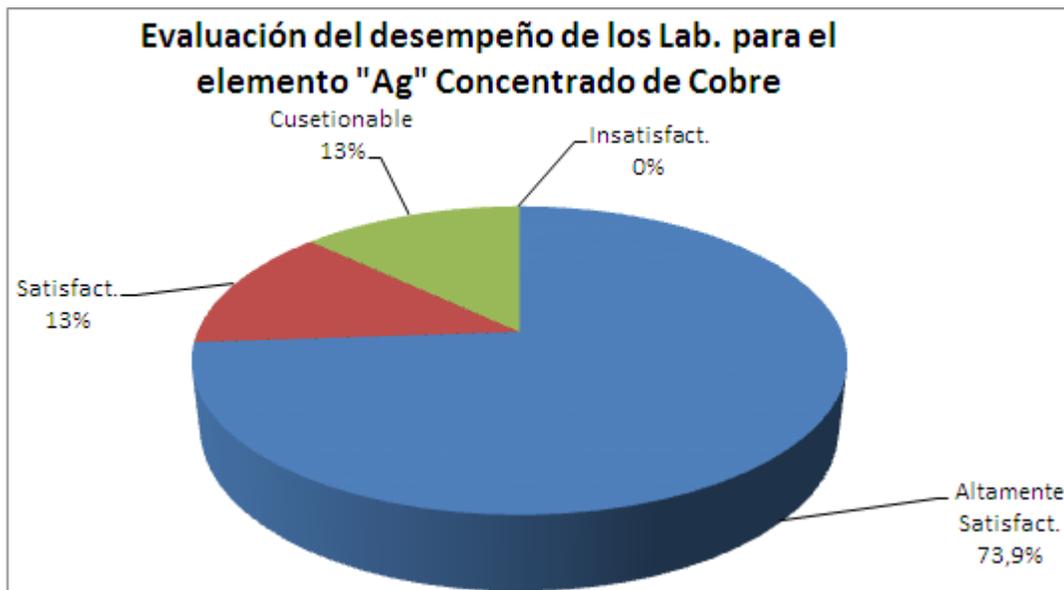


Gráfico N° 6.1.3.c- Arsénico:

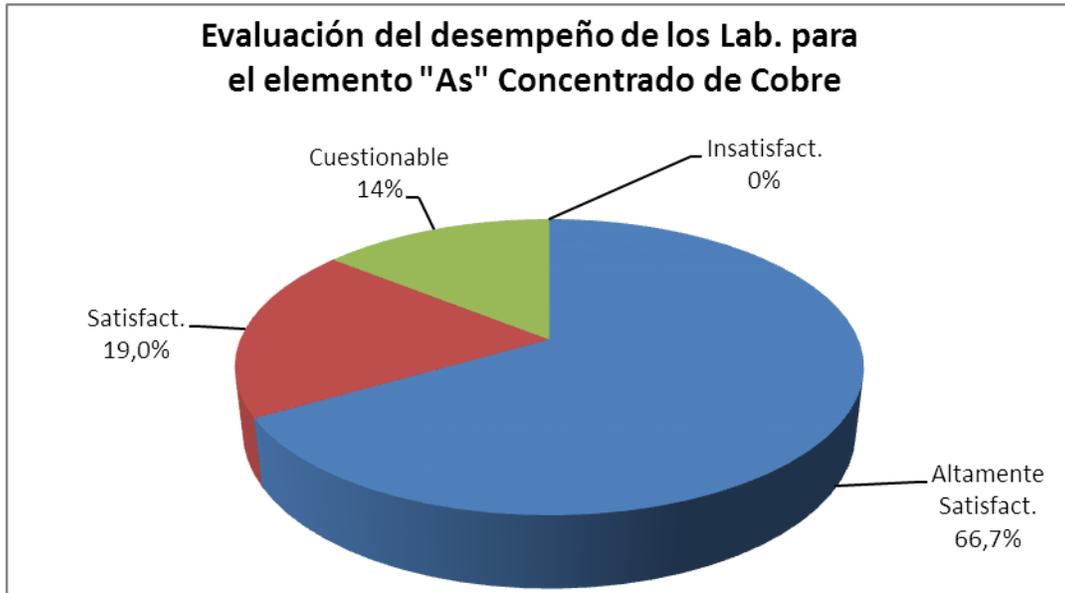
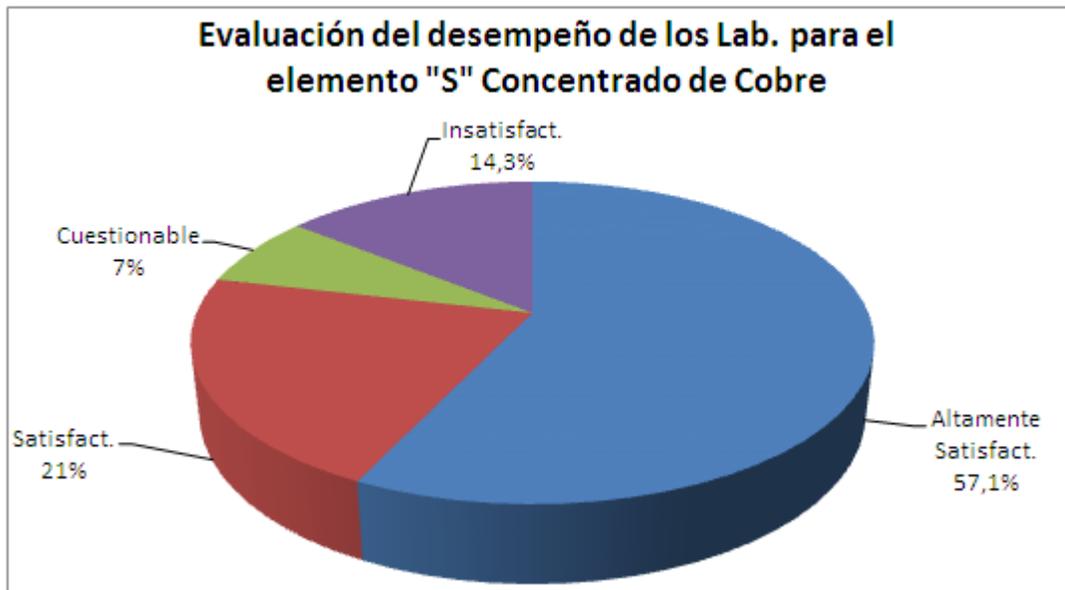


Gráfico N° 6.1.3.d- Azufre:



## 7. Resumen del Estudio

7.a.- Participan 29 Laboratorios

7.b.- Para concentrado de cobre, la participación de los Laboratorios se resume en:

Elemento	% Participación
Cu	96,6
Ag	79,3
As	69,0
S	48,3

7.d.- De la evaluación estadística para muestras de Concentrado de Cobre, se identificaron los siguientes laboratorios con valores anómalos:

Elemento	Código Lab.
Cu	41B, 57, 55, 40 y 07
Ag	31, 57, 59 y 70
As	63, 68, 23A y 41A
S	9 y 89

7 h.- Se realizó un análisis de la información enviada por los laboratorios, donde indican si están acreditados en 17025:

Elemento	Lab. no Indicaron en tabla resumen	Lab. Indicaron en tabla resumen	
	No respondieron	Si ISO 17025	No ISO 17025
Cu	15	5	8
Ag	12	7	4
As	10	6	4
S	6	5	3

7 h.- Se realizó un análisis de la información enviada por los laboratorios, donde indican si están acreditados en 17025:

Elemento	Código Lab.	Test. Filtro
Cu	41B, 57, 55, 40 y 07	Rango Interquartílico
Ag	31, 57, 59 y 70	
As	63, 68, 23A y 41A	
S	09	Dixon
S	89	

7.h.- De los laboratorios que indicaron que si tenían acreditación NCh ISO 17025, solo 2 mostraron la incertidumbre de sus resultados.

## 8. Conclusiones

El presente informe del ensayo de aptitud que fue realizado con la participación de 29 Laboratorios durante los meses de octubre y noviembre del año 2018. Se elaboró según los resultados informados por los laboratorios participantes.

El material es un concentrado de cobre proveniente de la planta concentradora de Chuquicamata, y la ley estimada de cobre e impurezas para este material fue medido y asignado por el Laboratorio colaborador del Ensayo de Aptitud (Laboratorio referencia nacional para química en minerales, concentrados y aleaciones de cobre Codelco Chuquicamata).

En la presente comparación se puede concluir lo siguiente:

- Con respecto al gráfico N° 5.2.1 se puede apreciar que 3 laboratorios informaron los resultados para el analito cobre con una alta dispersión, Lab 40, 41-A y 41-B
- Con respecto al gráfico N° 5.2.4 se aprecia una desviación importante de un Laboratorio participante en el resultado de Azufre (Lab N°89) que fue detectado como Outliers según los test estadísticos. Como antecedentes se puede indicar que este Laboratorio usó la metodología gravimétrica para determinar el valor del azufre y declaró tener este ensayo acreditado.
- Se encuentra 15 resultados evaluados como anómalos por los test estadísticos los que se resumen se la siguiente forma:
  - Elemento Cu: Laboratorios N°07, 40, 55, 57 y 41B
  - Elemento Ag: Laboratorios 31, 57, 59 y 70
  - Elemento As: Laboratorios 41A, 23A, 63 y 68
  - Elemento S : laboratorios 9 y 89

- En la evaluación de desempeño de los laboratorios mediante el test de Z-score, se puede apreciar que una buena cantidad de los participantes son evaluados con un desempeño satisfactorio Z-score < 2 , correspondiente al 83% de los resultados reportados, los laboratorios evaluados como cuestionables en sus resultados equivale al 11% y los Laboratorios con resultados insatisfactorios son el 6 %.

El resumen de la evaluación del desempeño de los Laboratorios es el siguiente:

Lab.	Z-score			
	Cu	Ag	As	S
1804-04	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
1804-05	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
1804-06	Satisfactorio	-----	Satisfactorio	-----
1804-07	Cuestionable	Satisfactorio	Satisfactorio	Cuestionable
1804-09	Satisfactorio	-----	Satisfactorio	Insatisfactorio
1804-12	Satisfactorio	Satisfactorio	-----	-----
1804-13	-----	-----	-----	Satisfactorio
1804-17	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	-----
1804-23A	Satisfactorio	Satisfactorio	Cuestionable	-----
1804-23B	-----	-----	Satisfactorio	-----
1804-25	Cuestionable	-----	-----	-----
1804-26	Satisfactorio	Satisfactorio	-----	-----
1804-27	Cuestionable	Satisfactorio	-----	-----
1804-29	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	-----
1804-30	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	-----
1804-31	Satisfactorio	Cuestionable	Satisfactorio	Satisfactorio
1804-33	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
1804-40	Satisfactorio	-----	-----	-----
1804-41A	Satisfactorio	Satisfactorio	Cuestionable	Satisfactorio
1804-41B	Insatisfactorio	-----	-----	-----
1804-55	Insatisfactorio	-----	-----	-----
1804-57	Insatisfactorio	Cuestionable	Satisfactorio	-----
1804-59	Satisfactorio	Cuestionable	Satisfactorio	Satisfactorio
1804-63	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	-----
1804-67	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
1804-68	Satisfactorio	Satisfactorio	Cuestionable	Satisfactorio
1804-69	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
1804-70	Satisfactorio	Satisfactorio	-----	-----
1804-75	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
1804-89	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio
1804-99	Satisfactorio	Satisfactorio	-----	-----

- En la comparación de resultados de laboratorios acreditados y no acreditados bajo la norma ISO 17025, se puede apreciar que los reportes de los laboratorios que declararon estar acreditados están mejor ajustados al valor asignado y con una dispersión mucho más ajustados que los reportes de los Laboratorios que no declararon estar acreditados. Este comportamiento se visualizó para los reportes de Cobre, Plata y Arsénico, para el caso del Azufre uno de los laboratorio que declaro estar acreditado entrego un resultado anómalo (gráficos N°6.1.1)
- En Resumen el Ensayo de Aptitud INN-DCH N° C-1804 obtuvo muy buenos resultados con una gran cantidad de ensayos reportados como satisfactorios y donde los Laboratorios participantes en que sus reportes fueron evaluados como cuestionables o insatisfactorios, deben trabajar para ajustar sus metodologías.
- Se recomienda a los participantes cumplir con los formatos de los reportes solicitados en los protocolos ya que una gran cantidad de Laboratorios envían formatos propios y no contemplan todo la información solicitada

## 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 N° 1**  
**METODO DE ANALISIS POR LABORATORIO**

**Laboratorio Código : C-184- 04****Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volum.	0,50	-	HCl 10 ml, HNO3 10 ml, H2SO4 3ml	Sequedad				
As	EAA	1,00	100	20 ml HNO3, 10 ml HCl, 2 ml HF			0-60		Analyst 400
S	EAA	0,05	-	-	-	-	0-0,003273	aire, oxígeno	Leco S744
Ag	Vol.	10,00	-	-	-	-			Procesos de fusión y copelación

**Laboratorio Código : C-184- 05****Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	VOL.	0,5		HNO3, HClO4					
Ag	EAA	0,3	100	HNO3, HClO4, HF	25 % HCl	0,0-1,0-2,5-5,0		Aire-Acetileno	338.3
As	EAA	1	100	HNO3, HClO4, H2SO4	1 % H2SO4	0.0- 10.0-25.0-50.0		Aire-Acetileno	193.7
S	Leco	0,1							

**Laboratorio Código : C-184- 06****Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Cu	Volumetría	0,5						
As	As	EAA	5	50	10% HCl	193,7	5-10-25-50	Nitroso - Acetileno	EAA

**Laboratorio Código : C-184- 07**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol.								
As	EAA			HCl 5 mL, HClO4 3 mL, HNO3 10 mL					
Ag	EAA			HCl 5 mL, HClO4 3 mL, HNO3 10 mL					
S	Leco								

**Laboratorio Código : C-184- 09**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volumétrico (Yodometría)	0,50g	***	3 ácidos	Ataque Siruposo	*****	*****	****	***
As	EAA	2,00g	100	3 ácidos	Solución	193,7	40-80-100-200	AIRE-ACETILE NO	EAA Varian 220
S	Gravimétrico (BaSO4)	0,50g	***	3 ácidos	Ataque Siruposo/tostado	*****	*****	****	Balanza Analítica

**Laboratorio Código : C-184- 12**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volumetria	0,5		HNO3-HClO4	Acuoso				
Ag	EAA	0,25	100	HNO3-HClO4-HF-HCL	25% HCl	328,1	0,5-1,0-2,5	Aire-C2H2	Agilent 240FS AA

**Laboratorio Código : C-184- 13**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
S	GRAVIMETRIA	0,5000	-	Acido Nitríco	-	-			Balanza

**Laboratorio Código : C-184- 17**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volumetría	0,5 gr	--	HNO3, HClO4	--	--	--	--	--
Ag	EAA	1,0 gr	100	HNO3, HClO4, HCl	20% HCl	328,1	0,0-0,5-1,0-2,0 ppm	Aire-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Thermo ICE 3000 Series AA
As	EAA	1,0 gr	100	HNO3, HClO4, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , HCl	5% HCl	193,7	0,0-2,0-5,0-10,0 ppm	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> -N <sub>2</sub> O	

**Laboratorio Código : C-184- 23**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volumetría	0,25 gramos		HClO <sub>4</sub> =3 HNO <sub>3</sub> =3 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> =4	Sequedad				Bureta Electrónica
Ag	Docimasia	10 gramos		Litargiro, Bicarbonato de Sodio, Sílice, Nitrato de Sodio, Bórax Anhidro, Cloruro de Sodio,	HNO <sub>3</sub>				Sartorius Modelo: MSA6.6S 000-DM. Serie: 28603576
As	A.A.	1 gramos	100	HNO <sub>3</sub> , HCl, HF, HClO <sub>4</sub>	10 % HCl	193,7	0-20-40	Acetileno-Aire	Agilent-240
As	ICP-OES	1 gramos	100	HNO <sub>3</sub> , HCl, HF, HClO <sub>4</sub>	10 % HCl	193,7	0-20-40	Argón	Optima-8300

**Laboratorio Código : C-184- 25**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol.	0,5 g		10 ml HCl, 10 ml HNO <sub>3</sub> , 5 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>					

**Laboratorio Código : C-184- 26**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volumetría	0,30000	-----	Agua Regia	Sequedad	-----	-----	-----	Bureta Digital Tritonic 300
Ag	Absorción Atómica	0,15000	100	Agua Regia	Solución acuosa	328.1 nm	0.5 a 5 mg/L	Acetileno	Agilent Technologies AA240FS

**Laboratorio Código : C-184- 27**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	VOLUMETRIA	0.5g	Enlermyer	Yodometria.	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
Ag	Absorción Atómica	2g	100ml	Acida	25% DE HCL	328,1	0-1-2.5-5-10	aire/acetileno	Equipo 6

**Laboratorio Código : C-184- 29**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	VOL	0.2500 g		HClO4					Bureta Digital BRAND
As	EAA	0.2500 g	100	HNO3	10% HCL	193,7	2 ; 5 ; 10	N2O-C2H2	VARIAN 280FS
Ag	GRAV								MICROBAL ANZA

**Laboratorio Código : C-184- 30**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol.	0,4	-	Tres ácidos	Casi sequedad	-	-	-	-
As	EAA	1	100	Cuatro ácidos	Sequedad	HCl 25%	193,7	5 a 100	Nitroso/acetileno
Ag	EAA	1	100	Cuatro ácidos	Sequedad	HCl 25%	328,1	0,5 a 10	aire/acetileno

**Laboratorio Código : C-184- 31**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol.	0,5	**	HNO3: HClO4 (S.S)** 15:5	**	**	**	**	**
As	E.A.A	1	100	HNO3:H2SO4 (S.S)** 10:5	5% H2SO4	λ:193,7	0 a 50 mg/l	Aire-Acetileno oxidante	Agilent 200
S	LECO	0,1	**	Acelerador Lecocell III	**	**	**	**	Leco S-844
Ag	E.A.A	1	100	HNO3:HF:HClO4 20:10:10	25 % HCl	λ 328,1	0 a 6 mg/l	Aire-Acetileno oxidante	Agilent 200

**Laboratorio Código : C-184- 33****Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol.	0.5		HNO3 + HClO4	50 ml H2O				
As	EAA	1	100 10/200	HNO <sub>3</sub> + HCl + HF	10% HCl + 10% H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	193,7	0 - 60	Aire C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Varian 240 AA
Ag	EAA	1	100	HNO <sub>3</sub> + HCl + HF	20% HCl	328,1	0 - 10	Aire C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Varian 240 AA
S	Combustión y detección IR	1							

**Laboratorio Código : C-184- 40****Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
CuT	Vol.	0,4000	NA	HNO <sub>3</sub> , HBr, 5HCl H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 50% v/v		Solución Ácida			

**Laboratorio Código : C-184- 41****Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	0,5	50	HNO <sub>3</sub> +HClO <sub>4</sub> -HF	10% HCl	327,4	50-300	Aire - acetileno	PinAAcle 900
Cu (Vol)	volumétrica	0,5	N/A	HNO <sub>3</sub> +HClO <sub>4</sub>	N/A	N/A	N/A	N/A	Bureta Brand Duran 50 mL ± 0,05
As	EAA	0,5	50	HNO <sub>3</sub> +HClO <sub>4</sub> -HF	2% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	93,7	10 - 100	Acetileno- Oxido Nitroso	PinAAcle 900
Ag	EAA	0,5	50	HNO <sub>3</sub> +HClO <sub>4</sub> -HF	30% HCl	328	1 - 10	Aire - acetileno	PinAAcle 900
S	IR	0,05 g	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	Oxígeno - Aire	LECO CS230CSH

**Laboratorio Código : C-184- 55****Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volm.	0,5000		HCl-HNO <sub>3</sub> - H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	sequedad				Bureta Digital

**Laboratorio Código : C-184- 57**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	EAA	0,5000	100 (FD=25)	HNO3-HCLO4 HF-HCl	Sequedad	327,4	0-20-50-100-200	Aire / Acetileno	Agilent Series 240 FS
As	EAA	0,5000	100	HNO3-HCLO4 HF-HCl	Sequedad	193,7	0-5-10-20-50-100-200	Aire / Acetileno	Agilent Series 240 FS
Ag	EAA	0,5000	100	HNO3-HCLO4 HF-HCl	Sequedad	328,1	0,5 - 1,0 - 2,0 -5,0	Aire / Acetileno	Agilent Series 240 FS

**Laboratorio Código : C-184- 59**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
<b>As</b>	EAA	1,000	100	10 ml HNO3 ; 5 ml HClO4 ; 5ml H2SO4	Siruposo	193,7	5- 10 -25 -50 1% H2SO4	N2O/Acetileno	Varian AA240
<b>Cu</b>	Volumetría	0,400	**	10 ml HNO3 ; 5 ml HClO4	Siruposo	**	**	**	Titronic 300
<b>S</b>	Infrarojo	0,100	**	**	**	**	**	Aire /Oxígeno	Leco S-844
<b>Ag</b>	Ensayo a Fuego	10,000	**	**	**	**	**	**	Hornos electricos Fusión y Copelación

**Laboratorio Código : C-184- 63**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volumetría	0.5 g	-	HNO3+HCLO4	-	-		-	-
As	EAA	1.0 g	100	HNO3+HCLO4+H2SO4	1 % H2SO4	193,7		Aire-Acetileno	VARIAN-240
Ag	EAA	1.0 g	100	HNO3+HCLO4+HF	25 % HCl	328,1		Aire-Acetileno	VARIAN-240

**Laboratorio Código : C-184- 67**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	VOLUM (Thiosulfato)	0,400	---	HCl+HNO3+H2SO4	---	---	0 - 50 ml	---	Bureta de Vidrio
As	EAA	1,000	100	HCl+HNO3	10% HCl	193,7	0 - 80 ug/ml	N2O/C2H2	Agilent 240
Ag	GRAVIM	10,000	---	Fire Assay	---	---	---	---	Agilent 240
S	GRAVIM	0,500	---	Fusión con Na2O2	---	---	---	---	---

**Laboratorio Código : C-184- 68**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Titulador Automático			3 ácidos					
As	Espectroscopia de Absorción Atómica (AAS)			2 ácidos					
Ag	Espectroscopia de Absorción Atómica (AAS)			1 ácido					
S	Espectroscopia de absorción de infrarrojo			-					

**Laboratorio Código : C-184- 69**

**Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volumetría	0.5 g	-	HNO3+HCLO4	-	-		-	-
As	EAA	1.0 g	100	HNO3+HCLO4+H2SO4	1 % H2SO4	193,7	0.0-2.5-5.0-10.0-25.0	Nitroso-Acetileno	VARIAN-240
Ag	EAA	1.0 g	100	HNO3+HCLO4+HF	25 % HCL	328,1	0.0-0.5-1.0-2.0-5.0	Aire-Acetileno	VARIAN-240
S	Gravimetría	0.25 g	-	Fusión NaOH+Na2O2	-	-		-	-

**Laboratorio Código : C-184- 70****Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volumetría	0,5	n/a	HNO3-KCLO4	-	-	-	-	Bureta
Ag	fire assay	10	n/a	litargirio , mezcla fundente	-	-	-	-	Microbalanza SE2

**Laboratorio Código : C-184- 75****Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volumetría	0.5 g	-	HNO3+HClO4	-	-		-	-
As	EAA	1.0 g	100	HNO3+HClO4+H2SO4	1 % H2SO4	193,7	0.0-2.5-5.0-10.0-25.0	Nitroso-Acetileno	VARIAN-240
Ag	EAA	1.0 g	100	HNO3+HClO4+HF	25 % HCL	328,1	0.0-0.5-1.0-2.0-5.0	Aire-Acetileno	VARIAN-240
S	Gravimetría	0.25 g	-	Fusión NaOH+Na2O2	-	-		-	-

**Laboratorio Código : C-184- 89****Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volumetría	0,5	*	HNO3+HClO4	Siruposo	*	*	*	Bureta Autocero Brand, clase A
Ag	EAA	1,0	100	HNO3+HClO4 + HCl + HF	Sequedad	328,1	0-5 mg/l	Aire-Acetileno	Varian 240AA
As	EAA	1,0	100	HNO3+HClO4+H2SO4	Siruposo	193,7	0-50 mg/L	Nitroso-Acetileno	Varian 240AA
S	Gravimetría	0,5	*	Na2O2 + NH4OH + HCl +BaCl2	Líquido	*	*	*	Balanza Analítica Sartorius ED 224S

**Laboratorio Código : C-184- 99****Concentrado**

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu %	Volumetría	0,50		HNO3 - HCl - HClO4 -					
Ag g/t	EAA	1,5	50	HNO3 - HCl - HClO4 - HF	25% HCl	328,1	2,5 - 10 mg/L	C2H2 - Aire	AA-400 Perkin Elmer

**ANEXO N° 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 C1804 CONCENTRADO DE COBRE

Agosto del 2018

## INDICE

<b>ITEMS</b>	<b>CONTENIDO</b>	<b>HOJA</b>
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](http://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 17, Santiago Downtown. Santiago.

### Contacto

Coordinador de Ensayo de Aptitud del INN : Ing. Q. William J. Guin 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, protegido 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 concentrado de cobre, los laboratorios recibirán la muestra según programa indicado en ítem 10.

### **9.1 MUESTRAS**

- a) Se requiere para la muestra identificada como Concentrado, analizar los siguientes elementos:  
Cu, As, Ag y S.

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.
- d) Los laboratorios que tengan sus incertidumbres declaradas, favor informarlas junto con los resultados (esta información no será usada en el informe, solo es para tener una referencia de los laboratorios que cuentan con este estudio), esto es optativo.

## 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:

Laboratorio C- XX – XX											
Concentrado											
Elemento	Ensayo Acreditado 17025	Código Certificado INN	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
	Si o no										
	Si o no										
	Si o no										
	Si o no										
	Si o no										

Se solicita enviar la información en planilla Excel en los formatos indicados.

**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.	25/9/2018
Desarrollo del EA (período de mediciones)	25/09/2018 al 25/10/2018
Recepción de resultados del EA	25/10/2018 (Plazo máximo de envío de resultados para los participantes). <b><i>Se recibirán sólo aquellos resultados que sean enviados con el código asignado y en las planillas proporcionadas.</i></b>
Entrega impresa de Informe B (preliminar)	Durante la primera quincena de noviembre del 2018.
Entrega del Informe final A, sólo a los asistentes del Taller de Cierre	Durante el mes de Noviembre 2018

## 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 señor William J. Guin. 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 contemplarán 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

$\sigma$  = 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  $<0,01$  mg/L o  $< 5$  mg/Kg.

### **13. INFORME PRELIMINAR (B)**

El proveedor del EA preparará el Informe Preliminar B, el cual se entregará en el mes de Octubre 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. Guin. (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”.