



INFORME A

ENSAYO DE APTITUD CONCENTRADO DE COBRE

INN – DCH N° C-2003

Diciembre 2020

Instituto Nacional de Normalización
Codelco Chile – División Chuquicamata

Índice

Capítulo	Contenido	Nº de Pagina
1	Lista de Participantes	3
2	Antecedentes Generales	4
3	Objetivos	4
4	Material de Ensayo	5
5	Análisis Estadísticos	6
5.1	Resultados Informados	7
5.2	Gráficos por Laboratorio y basados en Incertidumbre	10
5.3	Detección de valores anómalos (outliers)	12
5.4	Determinación de valor asignado	13
5.5	Evaluación del desempeño por Laboratorio y gráficos	14
5.5.1	Tabla resumen de Error Normalizado (En)	15
5.5.2	Gráficas del desempeño por Laboratorio	16
6	Información sobre metodologías y masas utilizadas en el análisis estadístico	18
7	Comparación entre incertidumbre y rango por cada laboratorio	20
8	Resumen del Estudio	24
9	Conclusiones	26
	Bibliografía	28
Anexo N°1	Anexo N° 1 Método de análisis químico por Laboratorio	30
Anexo N°2	Anexo N° 2 Carta conductora	35

1. Lista de Participantes

- | Nº | Laboratorios |
|----|--------------------------------------------|
| 1 | Burea Veritas Iquique |
| 2 | División Chuquicamata - Codelco Chile |
| 3 | Alfred Knight (Sierra Gorda) |
| 4 | Bureau Veritas Antofagasta |
| 5 | Glencore Alto Norte |
| 6 | SGS Minerals T&S |
| 7 | Lomas Bayas |
| 8 | Alfred Knight (Antof) |
| 9 | División Salvador - Codelco Chile |
| 10 | Minera Candelaria |
| 11 | ENAMI-Laboratorio Fundación H. Videla Lira |
| 12 | Laboratorio Químico Pucobre |
| 13 | SCM Atacama Kozan |
| 14 | Bureau Veritas (Carrizalillo) |
| 15 | Minera Cruz Limitada. |
| 16 | [Cesmec]-Santiago- Bureaveritas |
| 17 | Cesmec Santiago (Div. Andina) |
| 18 | METALAB SA |
| 19 | SGS Minerals Santiago |
| 20 | División El teniente - Codelco Chile |
| 21 | Inspectorate Services Perú SAC |
| 22 | Unidad Minera Cerro Lindo |
| 23 | Unidad Minera El Porvenir |
| 24 | División Chuquicamata - Codelco Chile |
| 25 | Geoassay Ltda. |

2. Antecedentes Generales:

El presente informe contiene los resultados del Segundo Ensayo de Aptitud, del año 2020, en 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 Septiembre - Octubre del año 2020.

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 según metodología propias de cada laboratorio químico. Siendo condición fundamental para la evaluación estadística el haber determinado la incertidumbre de cada analito informado.

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:

Concentrado de Cobre: Cobre, Arsénico, Plata y Azufre.

3. Objetivos

El objetivo es determinar el desempeño de los Laboratorios participantes en el análisis de muestras de concentrado de cobre además de ser capaces de determinar la incertidumbre de cada analito informado

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

4. Material de Ensayo

- **Concentrado de Cobre:** Es una muestra de concentrado de cobre preparado en el Laboratorio Químico de Codelco – División Chuquicamata.

La muestra es identificada con clave y corresponden a concentrado de cobre de la planta de la División Chuquicamata.

Cada Laboratorio recibió las instrucciones para la mantención de la muestra y realización de los análisis requeridos, de acuerdo a carta conductora **Anexo N°2 (Página N°36)**.

Test de Homogeneidad:

Resumen Homogeneidad entre frascos (ASTM)

Elemento	w	Dif. max	Conclusión
Cu	0,0087	0,0025	Existe Homogeneidad
Fe	0,0160	0,0079	Existe Homogeneidad
Mo	0,0044	0,0016	Existe Homogeneidad
As	0,0016	0,0012	Existe Homogeneidad
Ag	0,4111	0,000	Existe Homogeneidad

Requerimiento: $w > \text{Dif max} = \text{Homogeneo}$

Resumen Homogeneidad dentro de frascos (Anova)

Elem.	CM Factor	CM Error	F	P-value
Cu	0,0000414	0,0000291	1,42	0,312
Fe	0,0000698	0,0000972	0,72	0,525
Mo	0,000001	0,0000213	0,05	0,955
As	0,0000063	0,0000026	2,48	0,164
Ag	0,00000	0,33300	0,000	1,000

Obs: Como el P-value es mayor a 0.05, se determina que no existe diferencia estadísticamente significativa en la homogeneidad dentro del frasco, con un nivel de confianza del 95%

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 (paginas N° 7, 8 y 9)
- 5.2 Gráficos por Laboratorio y basados en U exp. (Paginas N° 10, 11)
- 5.3 Detección de valores anómalos (outliers) (paginas N° 12)
- 5.4 Evaluación del desempeño por Laboratorio, Error Normalizado (En) (pág. N° 14 y 15)
- 5.5 Gráfico del desempeño por Laboratorio, por En (páginas N° 16 al 17)
- 5.6 Gráfico de metodologías y masas usadas (páginas 18 y 19)
- 5.6 Gráfico de comparación entre incertidumbre v/s Rango (paginas N° 20 al 23)

Se realizó el análisis de datos anómalos mediante el test de Dixon y Rango intercuartílico. 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 error Normalizado

5.1 Resultados Informados

Participan 24 Laboratorios en el ensayo de aptitud. De estos, 14 informaron la incertidumbre

- Evaluación del comportamiento de los participantes que reportaron la incertidumbre en sus resultados

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

A) Resultados informados por los laboratorios según metodología indicada por el laboratorio organizador.

	Resultados no considerados (no informan incertidumbre)
	Sin información

Código Lab.	Cu (%)	U exp.	As (%)	U exp.	Ag (g/T)	U exp.	S (%)	U exp.
C-2003-01	27,070	???	1,372	???	130,5	???	38,730	???
	26,999		1,389		129,6		38,730	
	27,0401		1,368		130,6		38,630	
	27,0056		1,383		132,0		38,230	
	27,0726		1,377		131,4		38,330	
	27,1026		1,377		131,3		38,330	
C-2003-04	27,150	???	-	-	131,5	???	-	-
	27,203		-		133,0		-	
	27,097		-		131,6		-	
	27,150		-		133,0		-	
	27,097		-		131,6		-	
	27,097		-		131,2		-	
C-2003-06	27,003	???	-	-	121,2	???	-	-
	27,003		-		123,2		-	
	27,091		-		122,0		-	
	27,091		-		121,2		-	
	27,003		-		122,0		-	
	27,091		-		122,0		-	
C-2003-11	27,101	0,080	1,331	0,005	133,6	4,9	37,650	0,080
	27,003		1,332		132,3		37,730	
	27,063		1,330		133,4		37,850	
	27,050		1,328		133,1		38,030	
	27,064		1,325		133,1		37,800	
	27,061		1,334		131,9		37,960	
C-2003-25	27,127	0,039	-	-	-	-	-	-
	27,074		-		-		-	
	27,170		-		-		-	
	27,125		-		-		-	
	27,127		-		-		-	
	27,154		-		-		-	
C-2003-45	27,093	0,038	1,309	0,014	-	-	36,978	0,169
	27,159		1,321		-		37,012	
	27,093		1,326		-		37,222	
	27,080		1,297		-		37,015	
	27,159		1,306		-		37,389	
	27,080		1,290		-		36,979	
C-2003-50	27,091	???	1,345	???	137,8	???	37,803	???
	26,992		1,310		138,0		37,745	
	27,091		1,315		137,3		37,805	
	26,992		1,330		136,3		37,776	
	26,992		1,305		136,0		37,754	
	26,992		1,325		138,2		37,777	
C-2003-80	26,674	???	1,338	???	137,1	???	38,174	???
	26,644		1,344		136,8		38,177	
	26,725		1,342		137,4		38,246	
	26,698		1,352		137,7		38,185	
	26,664		1,360		137,3		38,302	
	26,703		1,355		138,1		38,159	

Código Lab.	Cu (%)	U exp.	As (%)	U exp.	Ag (g/T)	U exp.	S (%)	U exp.
C-2003-81	26,420	???	1,296	???	-	-	-	-
	26,420		1,299		-		-	
	26,420		1,298		-		-	
	26,418		1,304		-		-	
	26,424		1,305		-		-	
	26,422		1,305		-		-	
C-2003-83	27,049	0,10	1,375	0,01	131,0	2,0	-	-
	27,072		1,394		129,9		-	
	27,094		1,410		129,9		-	
	27,070		1,372		130,6		-	
	27,082		1,400		129,8		-	
	27,093		1,376		132,7		-	
C-2003-85	27,357	0,22	1,367	0,1	-	-	-	-
	27,352		1,343		-		-	
	27,346		1,361		-		-	
	27,330		1,347		-		-	
	27,321		1,346		-		-	
	27,325		1,349		-		-	
C-2003-89	27,047	0,09	1,267	0,005	128,8	4	-	-
	27,049		1,303		131,8		-	
	27,033		1,324		129,8		-	
	27,035		1,271		131,0		-	
	27,062		1,292		129,4		-	
	27,078		1,277		129,7		-	
C-2003-90	26,955	0,018 (Desv. Est)	-	-	-	-	-	-
	26,937		-		-		-	
	26,949		-		-		-	
	26,958		-		-		-	
	26,909		-		-		-	
	26,939		-		-		-	
C-2003-95	27,060	???	1,292	???	132,0	???	37,540	???
	27,120		1,287		131,8		37,270	
	27,110		1,288		130,6		37,240	
	27,070		1,284		130,6		37,550	
	27,120		1,304		130,4		37,260	
	27,070		1,290		131,0		37,570	
C-2003-97	27,304	0,360	1,211	0,044	129,3	2,7	37,600	1,130
	27,376		1,242		129,8		37,600	
	27,392		1,244		130,2		37,600	
	27,405		1,261		130,4		37,700	
	27,462		1,268		131,4		37,800	
	27,474		1,270		131,7		37,800	
C-2003-99	26,930	0,15	1,340	0,011	124,0	6	38,170	0,01
	26,930		1,381		127,0		38,280	
	26,960		1,396		126,0		38,450	
	26,940		1,352		129,0		38,520	
	26,950		1,376		127,0		38,300	
	26,960		1,359		122,0		38,640	
C-2003-100	27,080	0,27	1,320	0,071	132,0	5,9	37,771	0,53
	27,122		1,334		132,0		37,939	
	27,206		1,363		131,0		37,989	
	26,971		1,361		131,0		38,186	
	26,999		1,325		132,0		37,692	
	27,095		1,355		131,0		38,166	

Código Lab.	Cu (%)	U exp.	As (%)	U exp.	Ag (g/T)	U exp.	S (%)	U exp.
18 C-2003-110	26,952	0,17 desv. Est	-	-	131,4	0,685	-	-
	26,986		-		133,1		-	
	27,010		-		131,4		-	
	27,021		-		132,0		-	
	27,241		-		131,2		-	
	27,392		-		131,8		-	
19 C-2003-120	27,026	0,32	1,394	0,004	133,6	5,16	38,700	-
	27,027		1,373		134,3		38,500	
	27,074		1,384		133,7		38,100	
	27,088		1,389		134,5		38,700	
	27,083		1,396		134,1		38,100	
	27,050		1,387		135,7		38,400	
20 C-2003-121	27,028	0,32	1,341	0,004	133,7	5,16	37,625	0,62
	27,021		1,342		132,4		37,609	
	27,045		1,345		132,4		37,806	
	27,039		1,341		132,5		37,546	
	27,040		1,339		132,3		37,710	
	27,021		1,350		132,7		37,570	
21 C-2003-124	27,171	0,102	1,150	0,050	133,3	2,2	38,152	0,470
	27,152		1,140		134,2		38,112	
	27,168		1,143		133,2		38,174	
	27,145		1,149		132,8		38,082	
	27,154		1,165		132,7		38,161	
	27,171		1,144		133,5		38,110	
22 C-2003-125	27,135	0,097	1,235	0,045	126,4	2,0	-	-
	27,142		1,232		127,1		-	
	27,148		1,237		126,4		-	
	27,142		1,232		126,8		-	
	27,153		1,240		127,4		-	
	27,152		1,240		127,4		-	
23 C-2003-150	27,027	0,025	-	-	127,2	2,2	-	-
	27,060		-		125,4		-	
	27,042		-		123,8		-	
	27,042		-		125,6		-	
	27,027		-		125,1		-	
	27,035		-		125,5		-	
24 C-2003-151	27,119	0,10	-	-	126,5	5	-	-
	27,101		-		127,6		-	
	27,118		-		126,7		-	
	27,144		-		125,1		-	
	27,086		-		128,8		-	
	27,094		-		129,7		-	
25 C-2003-152	27,106	???	1,311	???	135,0	???	37,449	???
	27,085		1,309		135,6		37,429	
	27,095		1,325		136,5		37,474	
	27,102		1,301		135,1		37,469	
	27,109		1,323		136,2		37,223	
	27,077		1,291		135,8			

5.2 Gráficos por Laboratorio y basados en incertidumbre

Los siguientes gráficos presentan los promedios de cada valor informado por Laboratorio y su incertidumbre

5.2.1 Concentrado de Cu

Gráfico N° 5.2.1.-

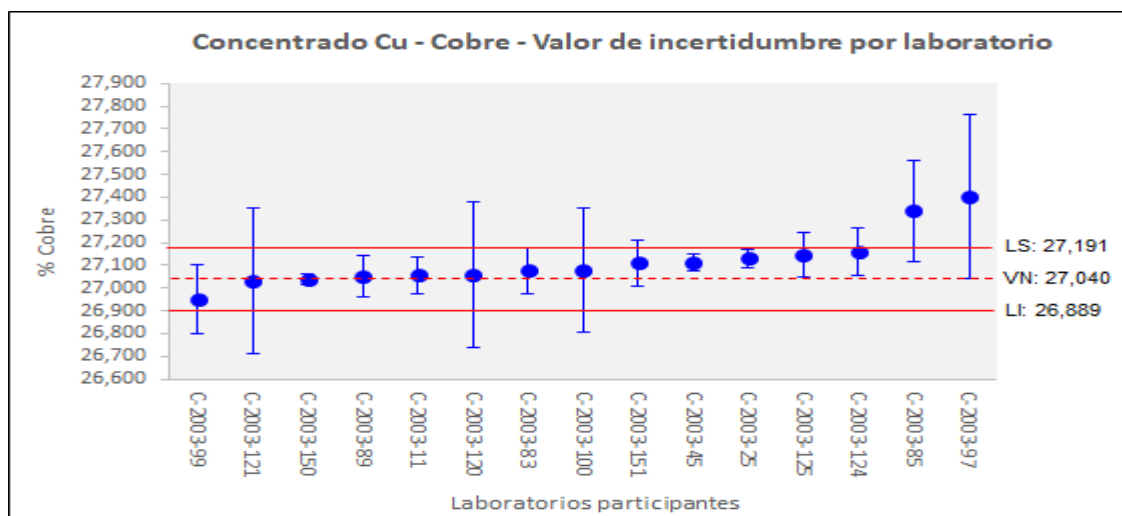


Gráfico N° 5.2.1.b.-

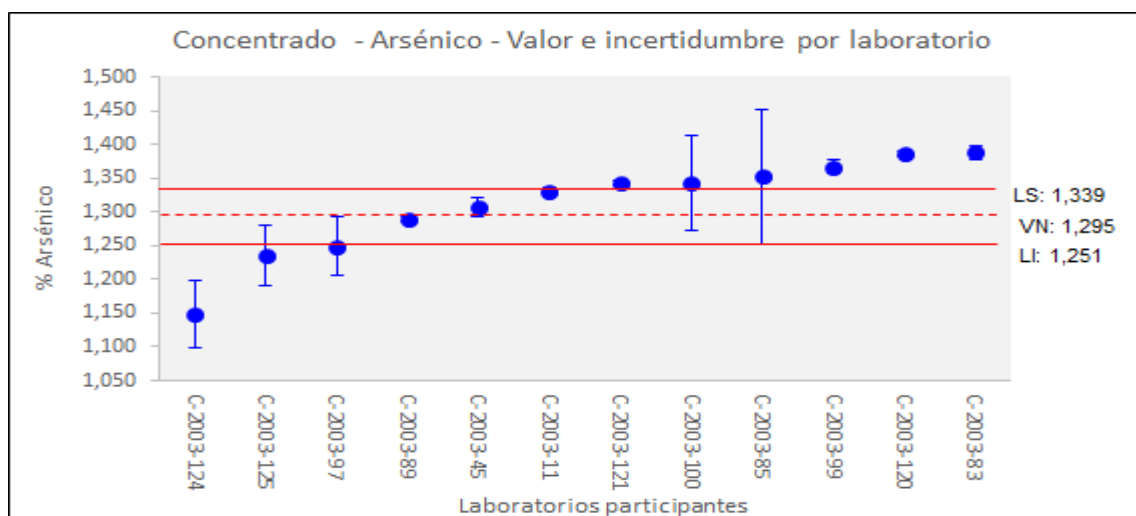


Gráfico N° 5.2.1.c.-

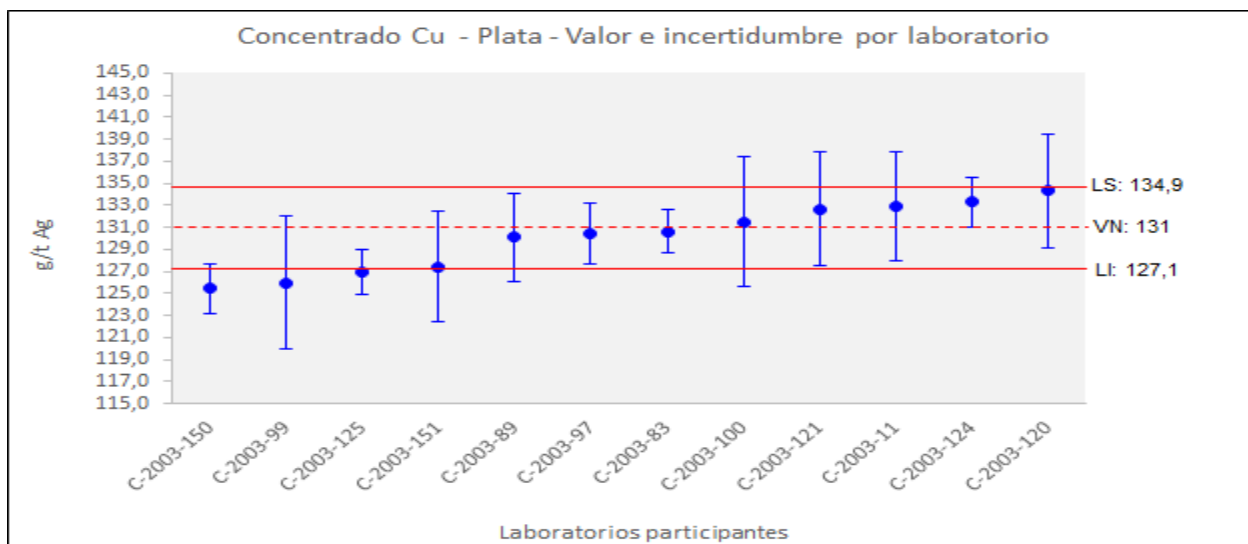
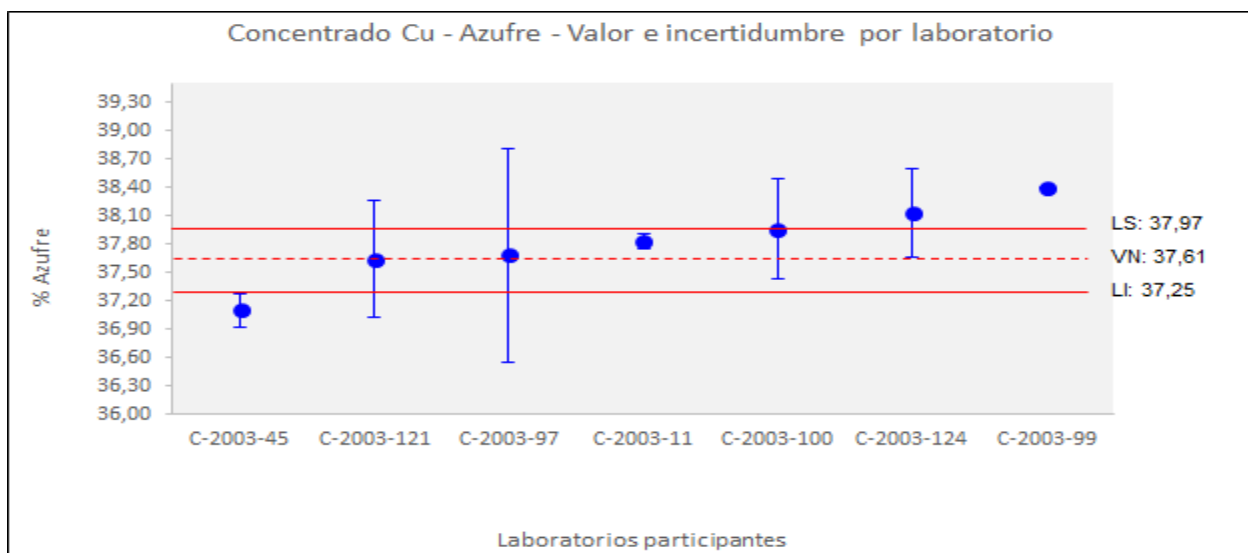


Gráfico N° 5.2.1.d.-



5.3 Detección de valores anómalos (outliers).

Las mediciones individuales fueron promediadas y a los resultados promedios se les aplicó el test de Dixon para la identificación de outliers. Los valores anómalos están marcados en color, junto a la identificación del Laboratorio.

En tabla 5.3.1 para la evaluación de la muestra concentrada de cobre, se indican los promedios de los resultados de los distintos laboratorios, ordenados en forma ascendente, en este estudio no se detectaron valores anómalos según el test de Dixon.

Tabla 5.3.1.- Metodología indicada por el laboratorio organizador.

Concentrado de Cobre

Lab.	Cu %	U exp	Lab.	As %	U exp	Lab.	Ag g/t	U exp	Lab.	S%	U exp
C-2003-99	26,950	0,150	C-2003-124	1,149	0,050	C-2003-150	125,4	2,200	C-2003-45	37,099	0,2
C-2003-121	27,032	0,320	C-2003-125	1,236	0,045	C-2003-99	126,0	6,000	C-2003-121	37,644	0,6
C-2003-150	27,039	0,025	C-2003-97	1,249	0,044	C-2003-125	126,9	2,000	C-2003-97	37,683	1,1
C-2003-89	27,051	0,090	C-2003-89	1,289	0,005	C-2003-151	127,4	5,000	C-2003-11	37,837	0,1
C-2003-11	27,057	0,080	C-2003-45	1,308	0,014	C-2003-89	130,1	4,000	C-2003-100	37,957	0,5
C-2003-120	27,058	0,320	C-2003-11	1,330	0,005	C-2003-97	130,5	2,740	C-2003-124	38,132	0,5
C-2003-83	27,077	0,100	C-2003-121	1,343	0,004	C-2003-83	130,7	2,000	C-2003-99	38,390	0,0
C-2003-100	27,079	0,270	C-2003-100	1,343	0,071	C-2003-100	131,5	5,900			
C-2003-151	27,110	0,100	C-2003-85	1,352	0,100	C-2003-121	132,7	5,160			
C-2003-45	27,111	0,038	C-2003-99	1,367	0,011	C-2003-11	132,9	4,900			
C-2003-25	27,130	0,039	C-2003-120	1,387	0,004	C-2003-124	133,3	2,200			
C-2003-125	27,145	0,097	C-2003-83	1,388	0,010	C-2003-120	134,3	5,2			
C-2003-124	27,160	0,102									
C-2003-85	27,339	0,220									
C-2003-97	27,402	0,360									

DATOS ELIMINADOS POR TEST DE DIXON

Test de Dixon

Qi cal	0,182
Qs Cal	0,141
N	15
Q Tabla	0,338

0,366
0,003
12
0,376

0,064
0,117
12
0,376

0,422
0,200
7
0,507

5.4.- Determinación del valor asignado:

Para el caso de este material de Concentrado de Cobre, los valores asignados se realizaron mediante métodos validados y acreditados bajo la NCh ISO/IEC 17025:2017, que consisten básicamente en una digestión vía clásica, con ácidos oxidantes, 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 arsénico y plata. En el caso del azufre la metodología utilizada fue mediante un analizador elemental por combustión LECO y en el caso del cobre se realizan por dos metodologías diferentes volumetría y electro gravimetría.

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

- Patrón certificado NIST 3114 Cobre (Cu) Standard Solution
- Patrón certificado NIST 3151 Plata (Ag) Standard Solution
- Patrón certificado NIST 3134 Arsénico (As) Standard Solution

Las metodologías de análisis químico para asignar los valores de los analitos solicitados son metrologicamente trazable a Materiales de Referencia Certificados de concentrado de cobre con una incertidumbre de medida, CCRMP Certificado CCU-1d y CCU-1e.

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 de los valores asignados obtenidos por el Laboratorio Químico Organizador y correspondiente al mineral enviado es:

Tabla 5.4.1:

Elemento	Valor Nominal	U exp.
% Cu	27,040	0,151
% As	1,295	0,044
g/t Ag	131,0	3,9
% S	37,610	0,357

5.5.- Evaluación del desempeño por Laboratorio (Mediante Error Normalizado) y Gráficas

$$E_n = \frac{(x - X)}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}$$

Donde:

x : Resultado del laboratorio participante

X : Valor asignado.

U_{lab} : Incertidumbre expandida del resultado del participante

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

Interpretación de los resultados según ISO 13528:2015:

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

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

Adicionalmente se puede mostrar el siguiente criterio de E_n

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

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

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

$E_n > 1$, Requiere acción correctiva

Tabla resumen de Error Normalizado (En):

Tabla 5.5.1:

	Error Normalizado			
	Cu	As	Ag	S
C-2003-11	0,1	0,8	0,3	0,6
C-2003-25	0,6	-	-	-
C-2003-45	0,5	0,3	-	1,3
C-2003-83	0,2	2,1	0,1	-
C-2003-85	1,1	0,5	-	-
C-2003-89	0,1	0,1	0,2	-
C-2003-97	0,9	0,7	0,1	0,1
C-2003-99	0,4	1,6	0,7	2,2
C-2003-100	0,1	0,6	0,1	0,5
C-2003-120	0,1	2,1	0,5	-
C-2003-121	0,0	1,1	0,3	0,0
C-2003-124	0,7	2,2	0,5	0,9
C-2003-125	0,6	0,9	0,9	-
C-2003-150	0,0	-	1,2	-
C-2003-151	0,4	-	0,6	-

5.5.2.- Gráficas del desempeño por Laboratorio.

- Los siguientes gráficos presentan los indicadores de rendimiento a través del Error Normalizado, adicionándole sub divisiones para una mejor comprensión.

Gráfico N°5.5.2.a.-

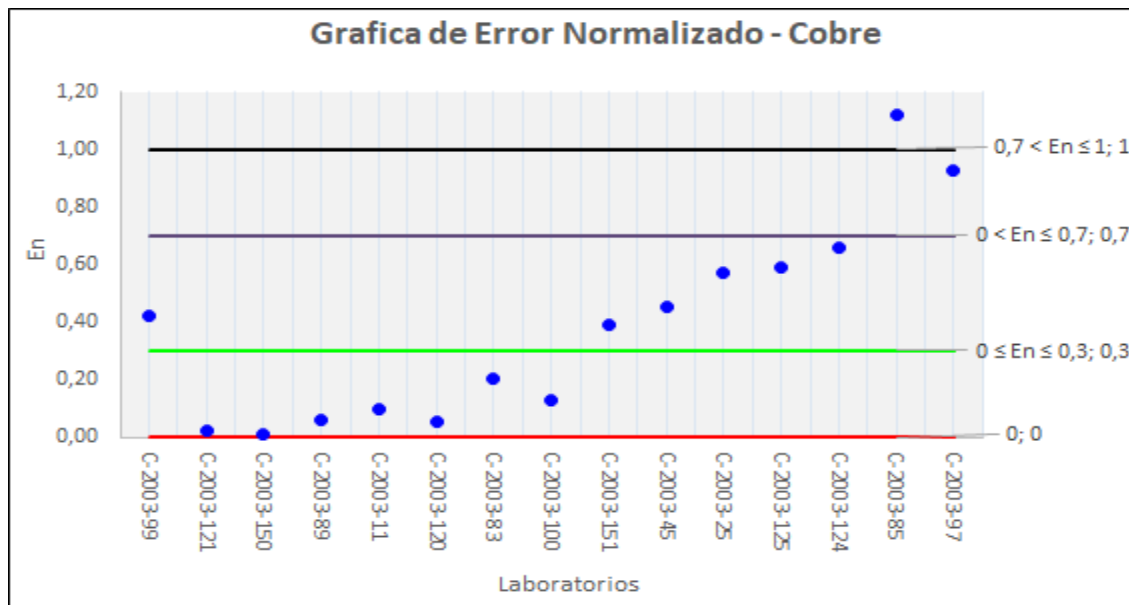


Gráfico N° 5.5.2.b.-

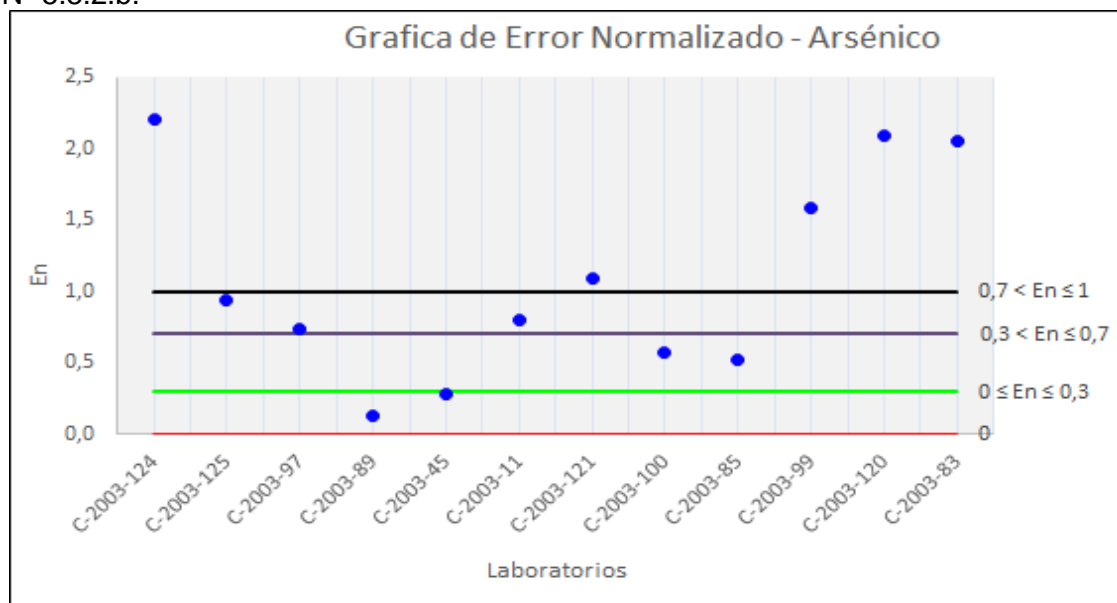


Gráfico N° 5.5.2.c.-

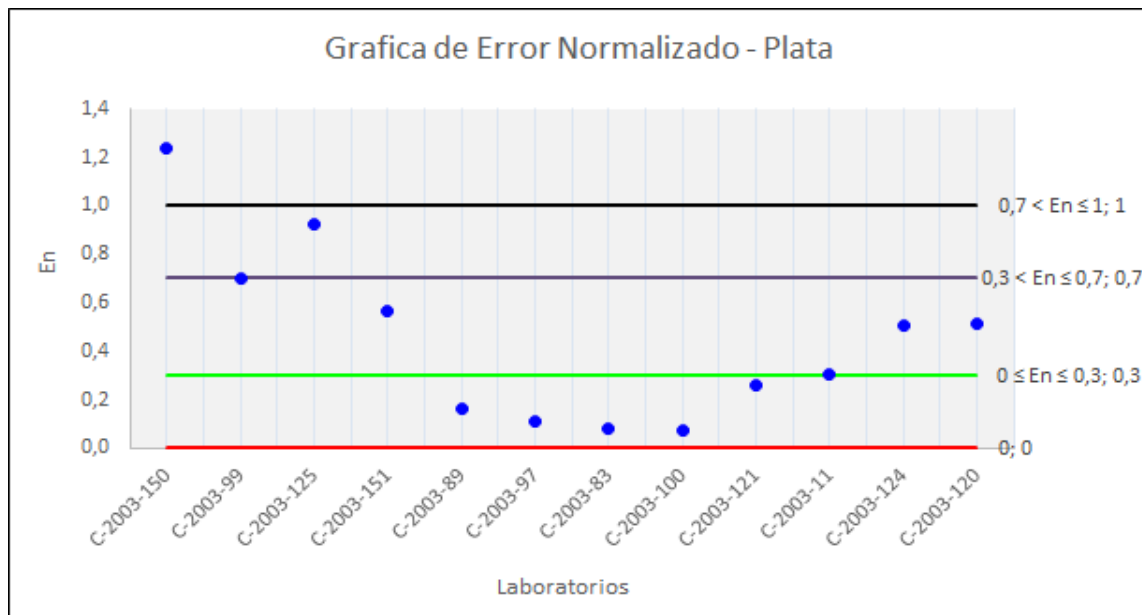
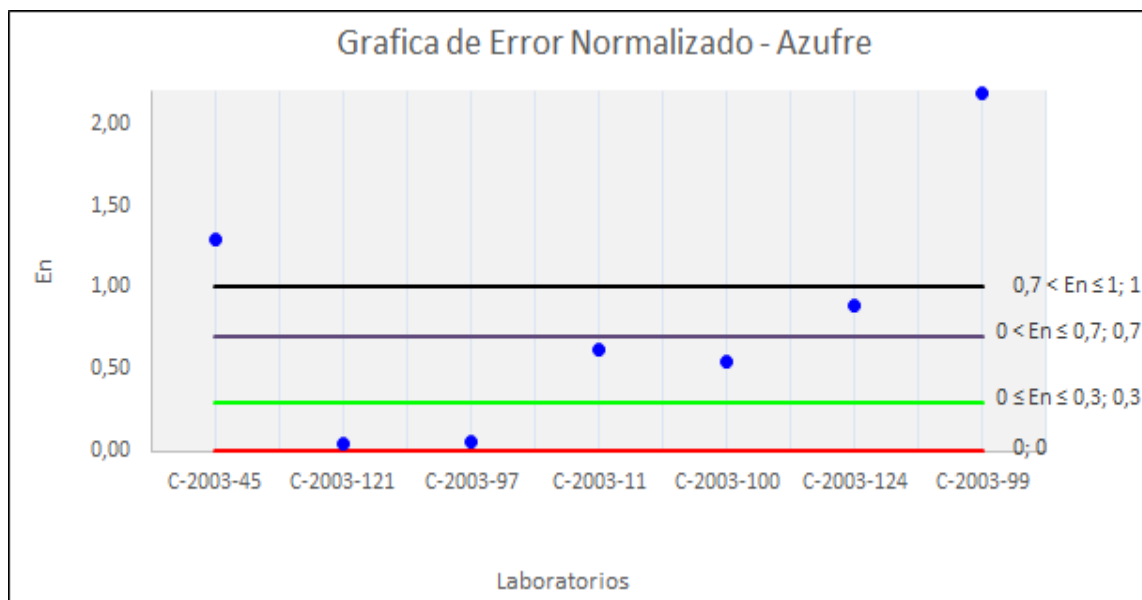


Gráfico N° 5.5.2.d.-



6. Información sobre metodologías y masas utilizadas en el análisis químico.

6.1. Grafica de valores individuales para Mineral.

Gráfico N° 6.1.a.- Cobre

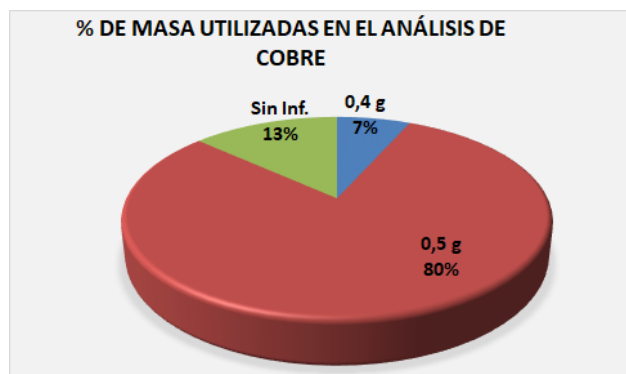
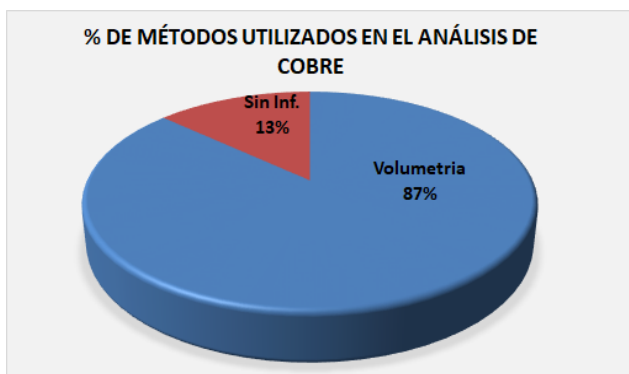


Gráfico N° 6.1.b.-Arsénico

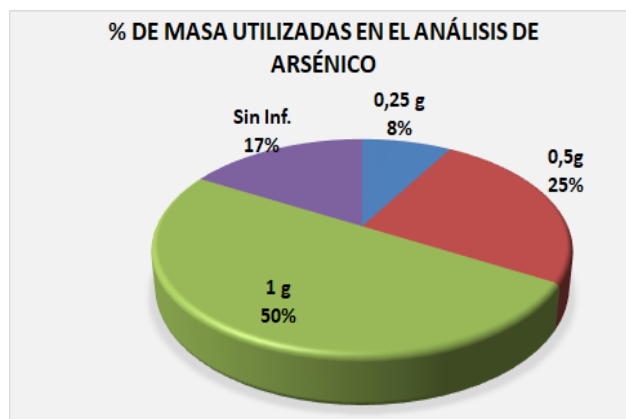
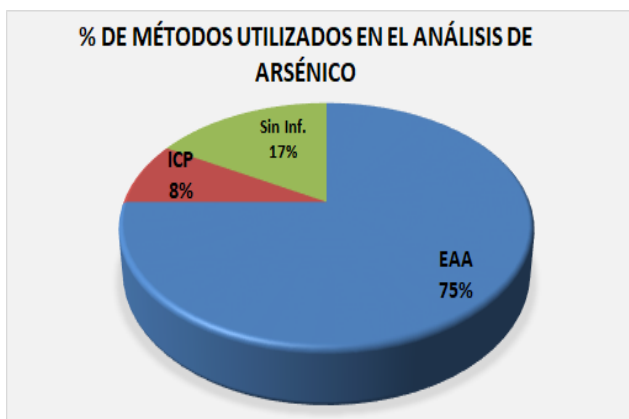


Gráfico N° 6.1.c.-Plata

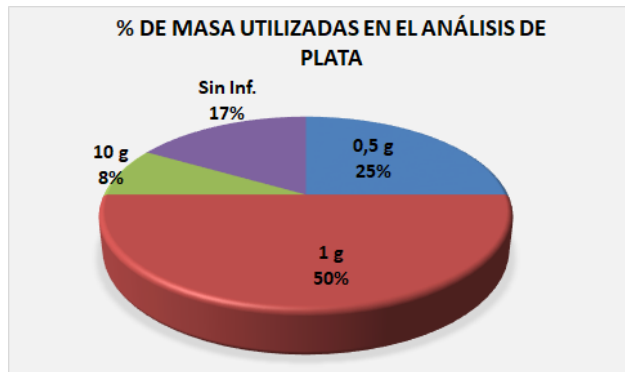
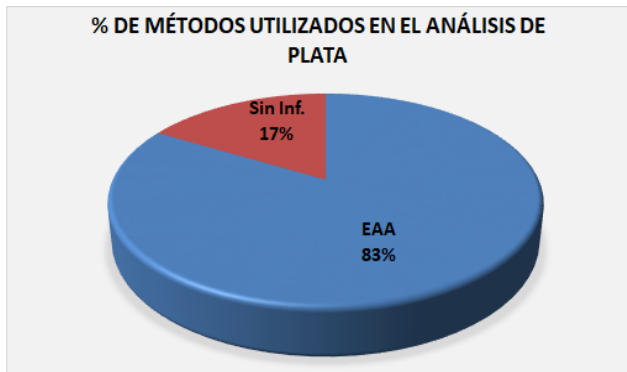
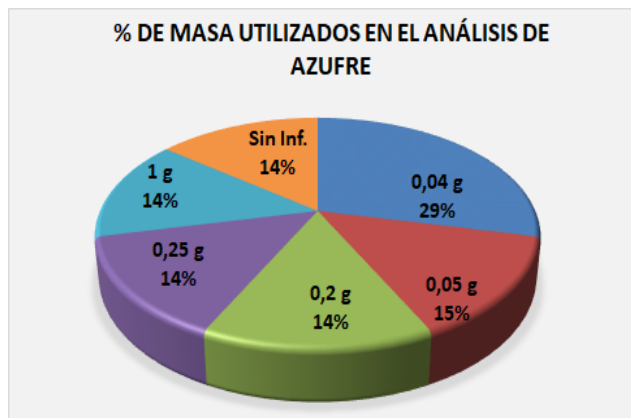
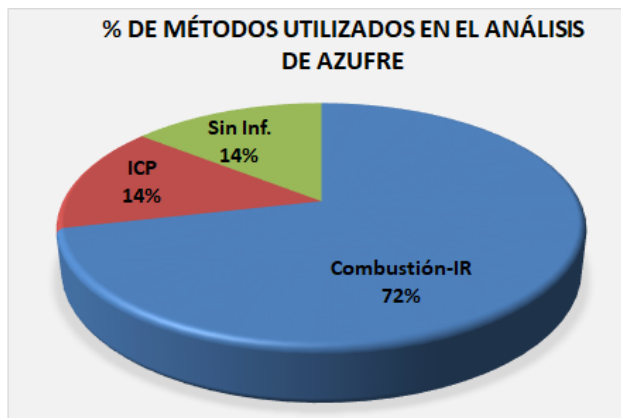


Gráfico N° 6.1.d.- Azufre.

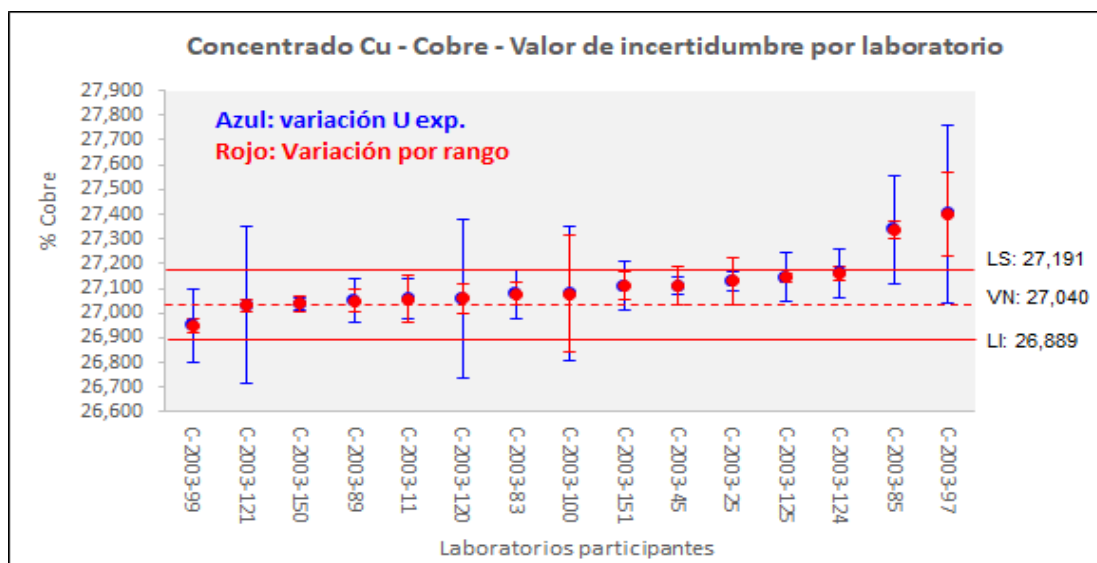


7. Comparación entre incertidumbre y rango por cada laboratorio.

Se realizó una comparación gráfica entre la incertidumbre indicada por cada laboratorio y el rango (valor máximo – valor mínimo) determinado por los 6 datos obtenidos por cada laboratorio, se espera que el rango de los resultados informados se encuentren dentro de la incertidumbre declarada, $Rango < U_{exp}$.

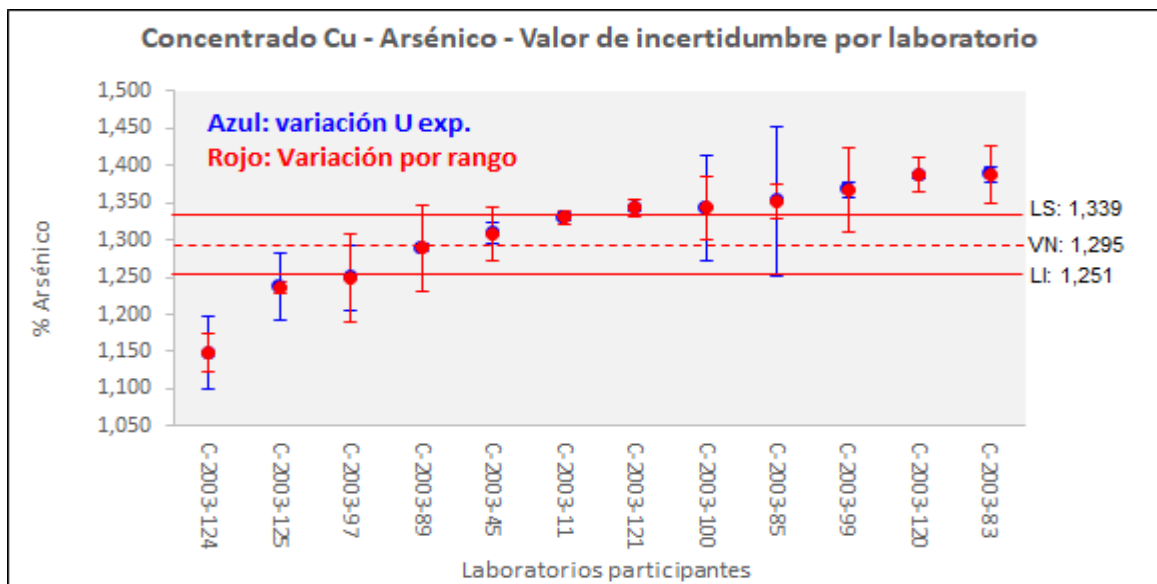
Concentrado cobre - Cu:

	Cu (%)			Error Normalizado
	Valor determinado	Uexp.	Rango	En
C-2003-99	26,950	0,150	0,030	0,42
C-2003-121	27,032	0,320	0,024	0,02
C-2003-150	27,039	0,025	0,033	0,01
C-2003-89	27,051	0,090	0,045	0,06
C-2003-11	27,057	0,080	0,098	0,10
C-2003-120	27,058	0,320	0,062	0,05
C-2003-83	27,077	0,100	0,045	0,20
C-2003-100	27,079	0,270	0,235	0,13
C-2003-151	27,110	0,100	0,057	0,39
C-2003-45	27,111	0,038	0,079	0,45
C-2003-25	27,130	0,039	0,096	0,57
C-2003-125	27,145	0,097	0,018	0,59
C-2003-124	27,160	0,102	0,026	0,66
C-2003-85	27,339	0,220	0,036	1,12
C-2003-97	27,402	0,360	0,170	0,93



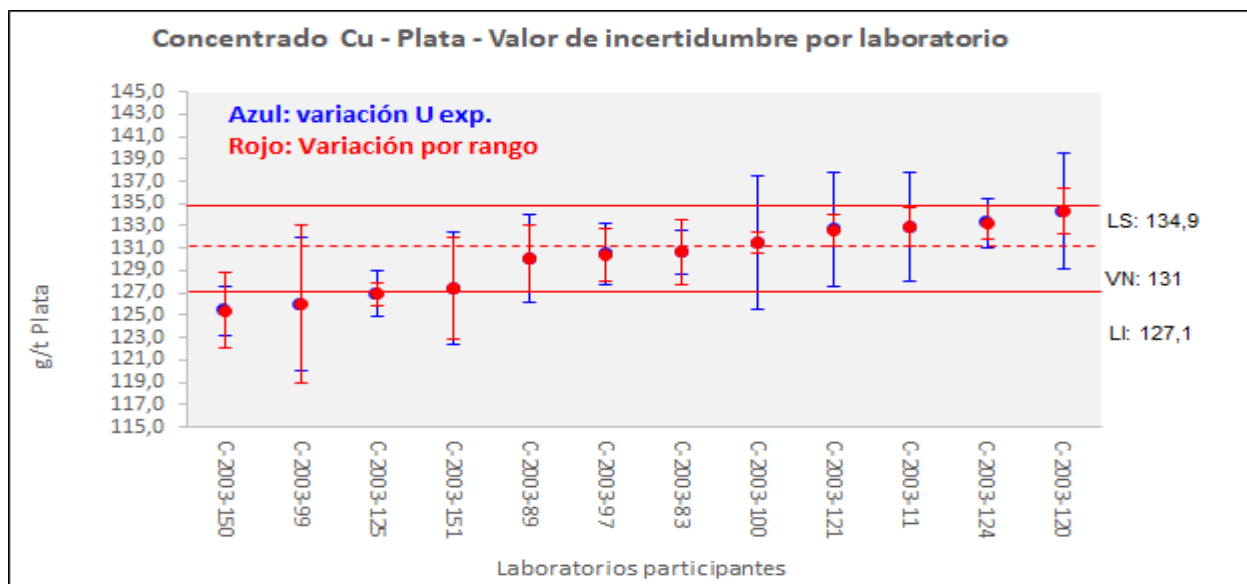
Concentrado cobre - As:

	As (%)			Error Normalizado
	Valor	Uexp.	Rango	En
C-2003-124	1,149	0,050	0,025	2,20
C-2003-125	1,236	0,045	0,008	0,94
C-2003-97	1,249	0,044	0,059	0,73
C-2003-89	1,289	0,005	0,057	0,14
C-2003-45	1,308	0,014	0,036	0,28
C-2003-11	1,330	0,005	0,009	0,79
C-2003-121	1,343	0,004	0,011	1,09
C-2003-100	1,343	0,071	0,043	0,57
C-2003-85	1,352	0,100	0,023	0,52
C-2003-99	1,367	0,011	0,056	1,59
C-2003-120	1,387	0,004	0,023	2,08
C-2003-83	1,388	0,010	0,038	2,06



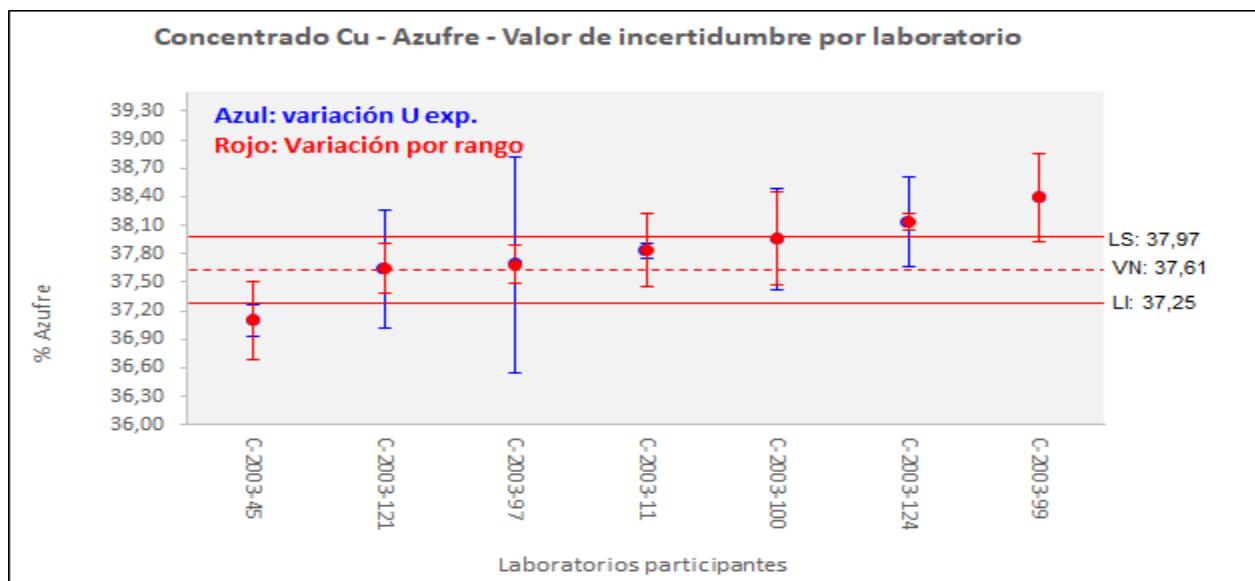
Concentrado cobre - Ag:

	Ag (g/t)			Error Normalizado
	Valor determinado	Uexp.	Rango	En
C-2003-150	125,4	2,2	3,4	1,2
C-2003-99	126,0	6,0	7,0	0,7
C-2003-125	126,9	2,0	1,0	0,9
C-2003-151	127,4	5,0	4,6	0,6
C-2003-89	130,1	4,0	3,0	0,2
C-2003-97	130,5	2,7	2,4	0,1
C-2003-83	130,7	2,0	2,9	0,1
C-2003-100	131,5	5,9	1,0	0,1
C-2003-121	132,7	5,2	1,4	0,3
C-2003-11	132,9	4,9	1,7	0,3
C-2003-124	133,3	2,2	1,5	0,5
C-2003-120	134,3	5,2	2,1	0,5



Concentrado cobre - S:

	S (%)			Error Normalizado
	Valor determinado	Uexp.	Rango	En
C-2003-45	37,10	0,17	0,41	1,29
C-2003-121	37,64	0,62	0,26	0,05
C-2003-97	37,68	1,13	0,20	0,06
C-2003-11	37,84	0,08	0,38	0,62
C-2003-100	37,96	0,53	0,49	0,54
C-2003-124	38,13	0,47	0,09	0,88
C-2003-99	38,39	0,01	0,47	2,18



8.- Resumen del Estudio

8.a.- Para el EA de Concentrado de cobre, la participación de los Laboratorios se resume en:

Participación /Cumplimiento:

	Cantidad	%
Total Laboratorios participantes	25	100
Total Laboratorios considerados	15	60
Total Laboratorios no considerados	10	40

Reporte por elementos de los Laboratorios considerados en la evaluación

Elemento	% Participación
Cu	100
As	80,0
Ag	80,0
S	46,7

8.b.- De la evaluación estadística (test de Dixon), no se detectan valores anómalos.

8.c.- Desempeño:

- a. La evaluación global del desempeño de los laboratorios por cada elemento, después de realizar la identificación de outlier, medidos a través del En se puede observar en la siguientes tablas:

Evaluación de desempeño de participantes.

	Error Normalizado			
	Cu	As	Ag	S
C-2003-11	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2003-25	Satisfactorio	-	-	-
C-2003-45	Satisfactorio	Satisfactorio	-	Insatisfactorio
C-2003-83	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	-
C-2003-85	Insatisfactorio	Satisfactorio	-	-
C-2003-89	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	-
C-2003-97	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2003-99	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio
C-2003-100	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2003-120	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	-
C-2003-121	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2003-124	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
C-2003-125	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	-
C-2003-150	Satisfactorio	-	Insatisfactorio	-
C-2003-151	Satisfactorio	-	Satisfactorio	-

9.- Conclusiones

- El presente informe de ensayo de aptitud, fue realizado con la participación de 25 Laboratorios. De estos solo 15 de los Laboratorios participantes cumplen con el protocolo de reportar resultados con declaración de incertidumbre, por lo cual los reportes de los 10 laboratorios restantes no se consideran para la elaboración de este informe.
- La evaluación de desempeño del presente Ensayo de Aptitud, se realizó mediante una evaluación estadística del Error Normalizado, donde se compara los resultados de las pruebas de aptitud entre los participantes y el laboratorio de referencia, en este tipo de evaluación se incluye la incertidumbre en el resultado de la medición informada por los participantes.
- Los resultados de la evaluación de desempeño de cada Laboratorio participante se muestran en el ítem 8. C (pág 25). Con estos resultados se puede evaluar lo siguiente:
 - a) Para el análisis de cobre el laboratorio N°85, su desempeño es insatisfactorio ya que su error normal es $1,12 > 1$, y sus resultados se encuentran fuera de los límites de referencia, sin embargo el Laboratorio N°97 que también sus datos reportados se encuentran fuera de los límites, tiene un desempeño satisfactorio, ya que su error normal es $0,93 < 1$. Esto se debe a que la incertidumbre reportada por el laboratorio N°97 es más amplia.
 - b) Para el análisis de arsénico, 5 laboratorios de los 12 que reportaron resultados presentan un desempeño insatisfactorio, debido a que sus resultados se encuentran fuera de los límites y con el error normalizado >1 , además los perjudica que las incertidumbres que reportaron tienen valores muy bajos.
 - c) Para el análisis de plata el laboratorio N° 150 presenta un desempeño insatisfactorio, ya que el $En\ 1,2 > 1$.
 - d) Para el análisis de azufre, 2 laboratorios participantes presentaron un desempeño insatisfactorio.
- En el ítem 7 se realiza la comparación entre incertidumbres y el rango de resultados informados por los participantes. Se realizó una comparación gráfica entre la incertidumbre indicada por cada laboratorio y el rango (valor máximo – valor mínimo) determinado por los 6 datos obtenidos por cada laboratorio, se espera que el rango de los resultados informados se encuentren dentro de la incertidumbre declarada, $Rango < U_{exp}$, sin embargo se da el caso en que algunos Laboratorios participantes informan una estimación de incertidumbre muy baja donde la variación de sus propios resultados informados quedan fuera de la incertidumbre declarada. De esta comparación se puede concluir lo siguiente:

- a) Para el caso de los reportes de cobre (%), las incertidumbres declaradas por los participantes son similares entre ellos, pero llama la atención la incertidumbre informada por el Laboratorio N°150 que es la más baja de todas, además en 4 casos el rango de los resultados informados (diferencia entre el mayor y menor de los 6 resultados informados) se encuentran sobre el valor de la incertidumbre declarada por dichos laboratorios.
 - b) En el caso de los reportes de arsénico (%), existen laboratorios que reportan incertidumbres demasiadas bajas, que en algunos casos corresponden a la desviación estándar de los resultados que informaron, por lo que se considera que están subestimadas, además el rango de sus resultados están sobre el rango de la incertidumbre, este fue el caso para los laboratorios N°11, 89 y 121
 - c) Para los análisis de plata (g/t), las incertidumbres informadas son similares entre todos los participantes, en esta ocasión solo 3 laboratorios reportan incertidumbre menores al rango de resultados.
 - d) Para los resultados de azufre (%), las incertidumbres informadas son similares entre todos los participantes, y solo 2 laboratorios informan incertidumbres muy bajas, laboratorios N°11 y 99
- En general se puede concluir que el ensayo de aptitud INN-DCH N°C-2003, se realizó con éxito, donde se puede evaluar de forma positiva, la participación de los Laboratorios, también nos deja en evidencia el déficit que presentan varios Laboratorios en el cálculo de la estimación de la incertidumbre ya que un grupo numeroso (40 %) de ellos no informaron la incertidumbre, por lo que no pudieron ser considerados en este informe (descripción en el protocolo del EA).
 - También se detecta que varios Laboratorios participantes subestiman la incertidumbre que calculan, por lo cual mediante el presente informe, los laboratorios participantes pueden evaluar su propio comportamiento estadístico y usarlo como herramientas para detectar mejoras y oportunidades con los resultados informados.

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 Guía 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-2003- 11

Conc. Cu

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol	0,5	-	-	-	-	-	-	-
S	IR	0,2	-	-	-	-	-	-	-
As	EAA	1	100	10 HNO3 + 2HClO4 + 2H2SO4	-	193,7	100-300	N2O/C2H2	AAS- Agilent
Ag	EAA	1	100	5 HF+ 5 HNO3 + 5 HClO4 + 15 HCL	-	328,1	0.5-2.5	Aire/C2H2	AAS- Agilent

Laboratorio Código : C-2003- 25

Conc. Cu

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol	0,5	-	HNO3-HClO4	acuoso	-	-	-	Bureta Automática

Laboratorio Código : C-2003- 83

Conc. Cu

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	VOL	0,50	N/A	HNO3 10 mL/5mL HClO4	-	-	-	-	Bureta 50 ML
Ag	EAA	1,00	100	HNO3 10 mL/5mL HClO4/7 mL HF	25% HCl	338.3nm	0.0-0.5-1.0- 2,5 ppm	Aire/Acetileno	VARIAN 240
As	EAA	0,25	250	HNO3 10 mL/5mL HClO4/7mL HF	10% HCl	193.7nm	0.0-10-25-50 ppm	Aire/Acetileno	VARIAN 240

Laboratorio Código : C-2003- 89

Conc. Cu

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol	0,50	N/A	HNO ₃ + HClO ₄ + H ₂ SO ₄	Siruposo	----	----	---	Bureta
As	EAA	1,00	100	9ml HNO ₃ + 3ml HClO ₄ + 3ml H ₂ SO ₄	25 % HCl	193,7	0 - 2 - 5 - 10 - 20 - 50	Aire-Acetileno	VARIAN 240
Ag	EAA	1,00	100	10ml HNO ₃ + AR	25% HCl	328,1	0-1-2-4-8-10	Aire-Acetileno	VARIAN 240

Laboratorio Código : C-2003- 97

Conc. Cu

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol	0,50	N/A	HNO ₃ -HClO ₄	-	-	-	-	Bureta
Ag	EAA	0,50	50	HNO ₃ -HClO ₄ -HF	30% HCl	193,7	0,50-3,00	Aire-Acetileno	PinAAcle 900F
As	EAA	0,50	50	HNO ₃ -HClO ₄ -H ₂ SO ₄	1% H ₂ SO ₄	328,1	50,0-200	Nitroso-acetileno	PinAAcle 900F
S	Combustión-IR	0,04	N/A	N/A	-	-	-	Oxigeno	Leco

Laboratorio Código : C-2003- 85

Conc. Cu

Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol	0,50	N/A	-	-	-	-	-	Bureta 50 ML
As	EAA	1,00	100	-	10% HCl	193,7	5-10-25-50	Aire/Acetileno	VARIAN 240

Laboratorio Código : C-2003- 100									
Conc. Cu									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol.	0.5		HNO ₃ + HClO ₄	50 ml H ₂ O	-	-	-	-
As	EAA	1	100 10/200	HNO ₃ + HCl + HF	10% HCl + 10% H ₃ BO ₃	193,7	0 - 60	Aire C ₂ H ₂	Varian 240 AA
Ag	EAA	1	100	HNO ₃ + HCl + HF	20% HCl	328,1	0 - 10	Aire C ₂ H ₂	Varian 240 AA
S	Combustión y detección IR	1	-	-	-	-	-	-	-

Laboratorio Código : C-2003- 99									
Conc. Cu									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol	0,50	N/A	HNO ₃ , HF, HCl, H ₂ SO ₄	-	-	-	-	Bureta
Ag	Ensayo a fuego	10	-	-	-	-	-	-	Hornos 810B
As	EAA	1,0	100	HNO ₃ , HF, HCl	-	193,7	5-10-30-60	aire, oxígeno	PinAAcle500
S	Combustión-IR	0,04	-	-	-	-	-	aire, oxígeno	Leco S744

Laboratorio Código : C-2003- 125									
Conc. Cu									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volumetría	0.4 g	—	HNO ₃ + HClO ₄	—	—	—	—	—
Ag	EAA	1 g	100	HNO ₃ + HClO ₄	10 % HCl	328,1	0.5 - 1 - 2.5	Aire-Acetileno	Thermo
As	EAA	0.5 g	100	HNO ₃ + HClO ₄ + H ₂ SO ₄	10 % HCl	193,7	25 - 50 - 100	Óxido nitroso-Acetileno	Thermo

Laboratorio Código : C-2003- 120									
Conc. Cu									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Sin Información									

Laboratorio Código : C-2003- 121									
Conc. Cu									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Sin Información									

Laboratorio Código : C-2003- 124									
Conc. Cu									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Volumetría	0.5 g	-	HNO ₃ +H ₂ SO ₄ +HClO ₄	-	-	-	-	-
As	EAA	0.5 g	100	HNO ₃ +H ₂ SO ₄ +HClO ₄ +HF	10 % HCl	193,7	10-25-50 ppm	Óxido nitroso-Acetileno	Thermo
Ag	EAA	0.5 g	100	HNO ₃ +H ₂ SO ₄ +HClO ₄ +HF	10 % HCl	328,1	0.5-1-2.5 ppm	Aire-Acetileno	Thermo
S	IR (Leco)	0.05 g	-	Infrarojo	-	-	-	Oxígeno	Leco Cs844

Laboratorio Código : C-2003- 150									
Conc. Cu									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Vol.	0.5	-	HNO ₃ - HCl - HClO ₄ -	-	-	-	-	-
Ag	EAA	1	50	HNO ₃ - HCl - HClO ₄ - HF	25% HCl	328,1	2,5 - 10 mg/L	C ₂ H ₂ - Aire	AA-PinAACle 500

Laboratorio Código : C-2003- 151									
Conc. Cu									
Elemento	Método	Masa Muestra	Volumen Aforo ml	Digestión	Condición Final	Línea nm	Rango Cal. ug/ml	Gases	Equipo
Cu	Iodometría	0.5 g	-	[HNO ₃ 10ml]+ [HClO ₄ 3ml] (T° Placas = 180 ±30°C)	-	-	-	-	Bureta Electronica digital
Ag	EAA	0.5 g	100 mL	HNO ₃ + HClO ₄ + HCl + HF	25% HCl	328.1 nm	0 - 1.5 ug/ml	aire/acetileno	Agilent 240 AA

ANEXO Nº 2
CARTA CONDUCTORA

Ensayo de Aptitud para Concentrado de Cobre

INN-DCH N° C-2003

1. Identificación de la muestra

Un frasco de concentrado de cobre identificado como “**Concentrado de Cobre**”

2. Identificación de los Laboratorios participantes

El Instituto Nacional de Normalización entregará el código a cada Laboratorio participante.

3. Instrucciones para la realización de las mediciones

3.1. Muestra de concentrado de cobre.

3.1.1 Se requiere para la muestra identificada como “Concentrado de Cobre”, 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.

Instrucciones:

- a. Las muestras se deben guardar cerradas, no se requiere ningún tratamiento previo antes del análisis.
- b. Para cada medición se harán 6 replicados en muestras preparadas independientemente y se informaran un resultado promedio con su incertidumbre expandida por analito y como adicional indicar los resultados de las 6 réplicas. **Los laboratorios que no informen con la incertidumbre no serán considerados en la evaluación** (según lo descrito en 4.2).
- c. Los métodos de análisis serán propios de cada laboratorio químico
- d. Unidades:

Concentrado de Cobre:

Los resultados de cobre, arsénico y azufre se informarán en unidades de porcentaje (%) con tres cifras decimales, los resultados de plata se informaran en gramos por tonelada (g/t) con una cifra decimal

4. Informe de resultados

4.1. Los resultados deberán ser enviados a:

William Guin Tovar.
Área Química
División Metrología
Instituto Nacional de Normalización
william.guin@inn.cl

Los resultados se recibirán hasta el día: **16 de octubre del 2020**

El archivo que contiene los resultados debe incluir: La identificación de la muestra, el código del laboratorio y los resultados, no incluir logos o identificación de la organización.

Observaciones:

Cualquier información considerada relevante para la evaluación de los resultados debe ser incluida.

4.2. El formato de informe debe ser el siguiente:

Código del Laboratorio: _____

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

Resultado final

Cu %	U exp.	Ag g/t	U exp.	As %	U exp.	S %	U exp.

Laboratorio C- XX – XX											
Concentrado de Cobre											
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										

Formato de metodología de análisis químico utilizado