

RED NACIONAL DE METROLOGIA

**LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA EN MAGNITUD QUÍMICA –
MINERALES DE COBRE Y CONCENTRADOS
(Decreto Supremo N° 347 de 2007)**

PROTOCOLO DE ENSAYO DE APTITUD INN-DCH N°2104 CONCENTRADO DE COBRE

Marzo del 2021

INDICE

ITEMS	CONTENIDO	HOJA
1	INTRODUCCION	3
2	OBJETIVO	4
3	IDENTIFICACIÓN DEL PROVEEDOR DE ENSAYO DE APTITUD	4
4	COORDINACIÓN	4
5	REQUISITOS DE PARTICIPACIÓN	4
6	EMBALAJE DEL ÍTEM DE ENSAYO DE APTITUD.	5
7	RECEPCIÓN Y TRANSPORTE.	5
8	INSTRUCCIONES SOBRE CONDICIONES DE ALMACENAMIENTO Y MANIPULACIÓN DEL MATERIAL	5
9	DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA A UTILIZAR EN LAS MEDICIONES Y/O ANÁLISIS	5
10	DESARROLLO	8
11	RECEPCIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS POR CADA PARTICIPANTE	9
12	EVALUACIÓN ESTADÍSTICA	9
13	INFORME PRELIMINAR (B)	10
14	INFORME FINAL (A)	10
15	CONFIDENCIALIDAD	10
16	COLUSIÓN ENTRE LOS PARTICIPANTES O LA FALSIFICACIÓN DE RESULTADOS	10
17	DETERMINACION DEL VALOR ASIGNADO	11
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 17025:2017 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 de ítem.

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

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

2. OBJETIVO

El objetivo del Ensayo de Aptitud INN-DCH N°2104 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.

En el presente Ensayo de Aptitud se evaluará el desempeño de los participantes mediante la metodología del error normalizado para los analitos Cu, As, Ag y S, en donde el Laboratorio piloto asignará el valor asignado al mineral y para los analitos Au y Mo se evaluará el desempeño de los participantes mediante la metodología de Z-score y los valores nominales se determinaran por consenso.

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 : Carola Fernández Reyes
Cargo : Jefe Laboratorio Químico
Teléfono : 55 - 2323503
Email : cfern045@codelco.cl

4. COORDINACIÓN

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

Contacto

Coordinador de Ensayo de Aptitud del INN : Ing. Q. William J. Gün 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 en el taller de cierre que se desarrolla anualmente en coordinación con el INN.

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 participantes deben contar con la infraestructura necesaria para realizar los análisis químicos establecidos y dichos análisis se realizarán acorde a la metodología propia de cada Laboratorio participante.

Los laboratorios interesados en participar el de EA deben inscribirse formalmente llenando un formulario de inscripción con todos los antecedentes solicitados, y comprometiéndose a entregar los resultados en la fecha indicada en la carta conductora.

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

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

6. EMBALAJE DEL ÍTEM DE ENSAYO DE APTITUD.

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

7. RECEPCIÓN Y TRANSPORTE.

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

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

8. INSTRUCCIONES SOBRE CONDICIONES DE ALMACENAMIENTO Y MANIPULACIÓN DEL MATERIAL

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

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

Los laboratorios que participan en este ensayo de aptitud pueden utilizar las metodologías propias de cada laboratorio químico. **“Para cada medición se harán 6 réplicas en muestras preparadas independientemente**

Los elementos Cu, As, Ag y S se informara 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 en los analito de Cu, As, Ag y S no serán considerados en la evaluación”.

Para los analitos de Au y Mo, solo se informaran las 6 réplicas (muestras preparadas independiente mente).

La muestra a analizar será un concentrado de cobre, los laboratorios recibirán las muestras según programa indicado en ítem 10

9.1 MUESTRAS

- a) Se requiere para la muestra identificada como concentrado de cobre, analizar los siguientes elementos: Cu, As, Ag, S, Au y Mo.

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

9.2 INSTRUCCIONES

- a) Las muestras se deben guardar cerradas, no se requiere ningún tratamiento previo antes del análisis (secado).
- b) Para cada medición se harán 6 réplicas en muestras preparadas independientemente y se informara un resultado promedio con su incertidumbre expandida por analito.
- c) Unidades de expresión de resultados:

Elemento: Cobre

Expresión de resultados: X,XXX \pm X,XXX % de Cu

Elemento: Arsénico

Expresión de resultados: X,XXX \pm X,XXX % de As

Elemento: Plata

Expresión de resultados: X,X \pm X,X g/t de Ag

Elemento: Azufre

Expresión de resultados: X,XX \pm X,XX % de S

Elemento: Oro

Expresión de resultados: X,X g/t de Au

Elemento: Molibdeno

Expresión de resultados: X,X g/t de Mo

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) Matriz de solución patrón de calibración
- e) Rango de calibración (por ejemplo: 0 – 30 µg/ml)
- f) Gases usados
- g) Tipo de llama (oxidante, reductora)
- h) Marca y modelo de instrumentos de medición usados
- i) 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: _____

Concentrado de cobre

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

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

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										

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

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.	01/09/2021
Desarrollo del EA (período de mediciones)	02/09/2021 al 01/10/2021
Resultados	01/10/2021 (Plazo máximo de envío de resultados para los participantes). Se recibirán sólo aquellos resultados que sean enviados con el código asignado y en las planillas proporcionadas.
Entrega impresa de Informe B (preliminar)	Tercera semana de octubre de 2021.
Entrega del Informe final A, sólo a los asistentes del Taller de Cierre	Segunda semana diciembre 2021

Observación:

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

11. RECEPCIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS POR CADA PARTICIPANTE

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

12. EVALUACIÓN ESTADÍSTICA

Para la evaluación del desempeño de los participantes del EA, solo se contemplaran los laboratorios que sigan las instrucciones 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 al Error Normalizado (En)

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

Dónde:

x = resultado laboratorio participante

X = valor de asignado

U_{ref} = incertidumbre expandida de X.

U_{lab} = incertidumbre expandida de un participante del resultado de x

La estimación del error normalizado, asociado a los resultados de medida de cada participante, solo será significativo si las estimaciones de las incertidumbres son determinadas de manera coherente por el participante.

El valor crítico del “En” es 1,0.

$|E_n| \leq 1,0$ indica un desempeño "satisfactorio" y no genera ninguna señal

$|E_n| \geq 1,0$ indica un desempeño insatisfactorio y genera una señal de acción

Cuando la incertidumbre expandida es calcula utilizando un factor de cobertura de 2, el valor crítico de 1,0 para un número de En, es equivalente al valor crítico de 2,0 utilizado en el Z-score.

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.

El desempeño de cada laboratorio en los analitos de Au y Mo, será evaluado de acuerdo a la metodología de Z-score

$$z = \frac{x - X}{s}$$

X: corresponde al valor de media aritmética

x = resultado laboratorio participante

s = Desviación estándar

13. INFORME PRELIMINAR (B)

El proveedor del EA preparará el Informe Preliminar B, el cual se entregara 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 10 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 entregado por el Sr. William J. Güin. (Coordinador del EA del INN), en la reunión de cierre que se celebra anualmente y es coordinada por INN.

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 será establecido por el laboratorio organizador (metodología organizador).

El análisis de homogeneidad fue realizado de acuerdo a la ISO Guide 35:2017, anexo B.

18. BIBLIOGRAFÍA

- a) NCh-ISO 17043:2016 “Evaluación de la conformidad – Requisitos generales para los ensayos de aptitud”.
- b) ISO 13528:2015 “Métodos estadísticos para el empleo en pruebas de habilidad por comparación interlaboratorio”
- c) ISO Guide 35:2017 “Material de referencia – principios generales y estadísticas para la certificación”
- d) Guía RNM-01 “Elaboración de protocolo para ensayo de aptitud”.