

# COMITÉ TÉCNICO DE METROLOGÍA QUÍMICA

## RED NACIONAL DE METROLOGIA

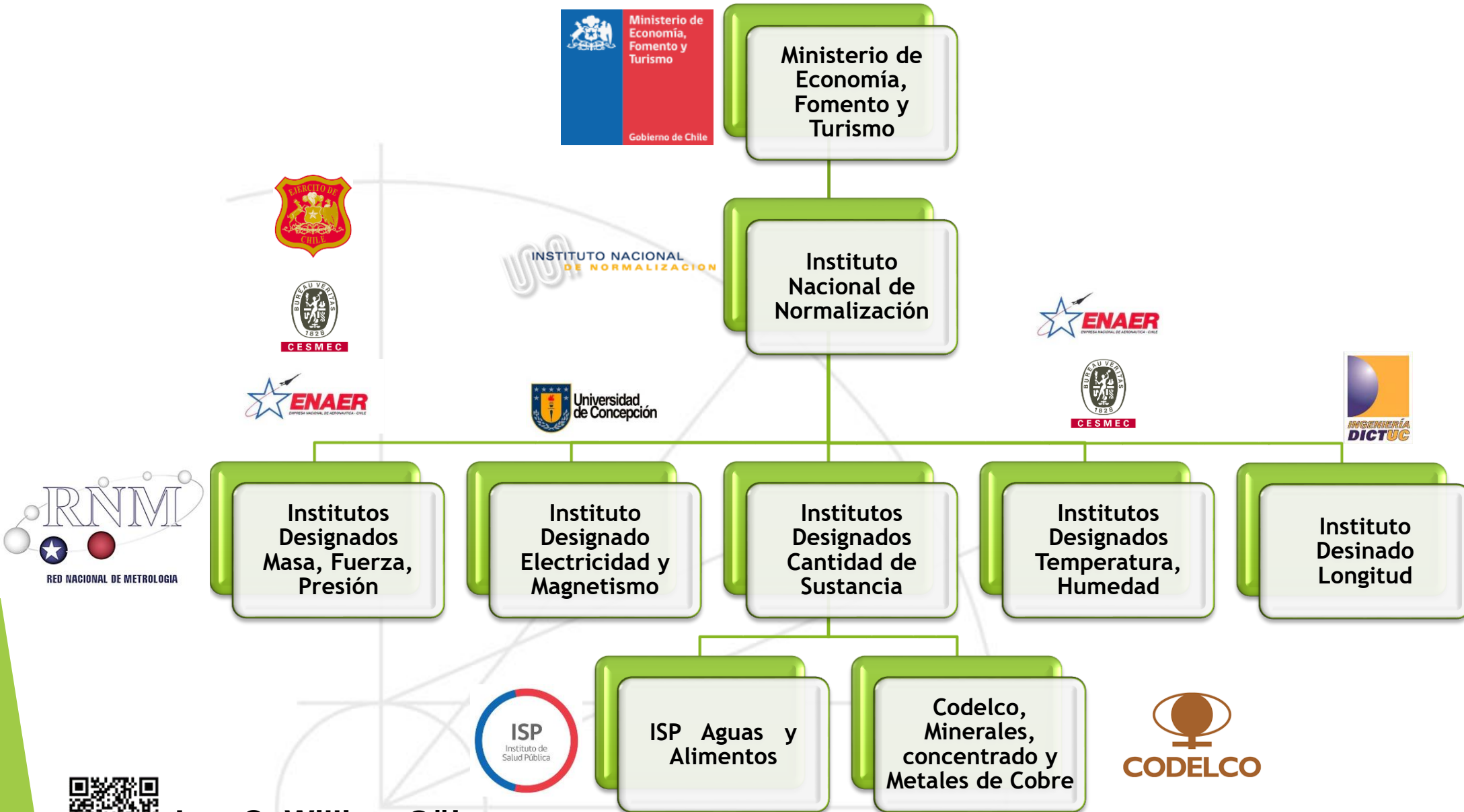
**CODELCO LABORATORIO DESIGNADO EN METROLOGÍA QUÍMICA - COBRE**  
( Decreto Ley N° 347 de 2007)

**ENSAYO DE APTITUD**  
2022 y 2023



**Ing. Q. William Güin**

# ESTRUCTURA METROLÓGICA - CHILE



Ing. Q. William Güin

# TRAZABILIDAD AL SI



SI



BIPM



REGIONAL



INMs



LABORATORIO  
Referencia Designado

LABORATORIOS  
Acreditados

**BIPM** | ABOUT US | COORDINATION | LIAISON | TECHNICAL/SCIENTIFIC | PUBLICATIONS & EVENTS

Member State / Associate

Select

[View](#)

## Member State: Chile

The Republic of Chile became a Member State on **3 April 1908**.



# 115 años

CIPM MRA

Signatory/NMI

- [Instituto Nacional de Normalización ROR](#)
  - [→ INN](#)
  - Santiago

- [Chemical Laboratory of Codelco Norte Division ROR](#)

For amount of substance

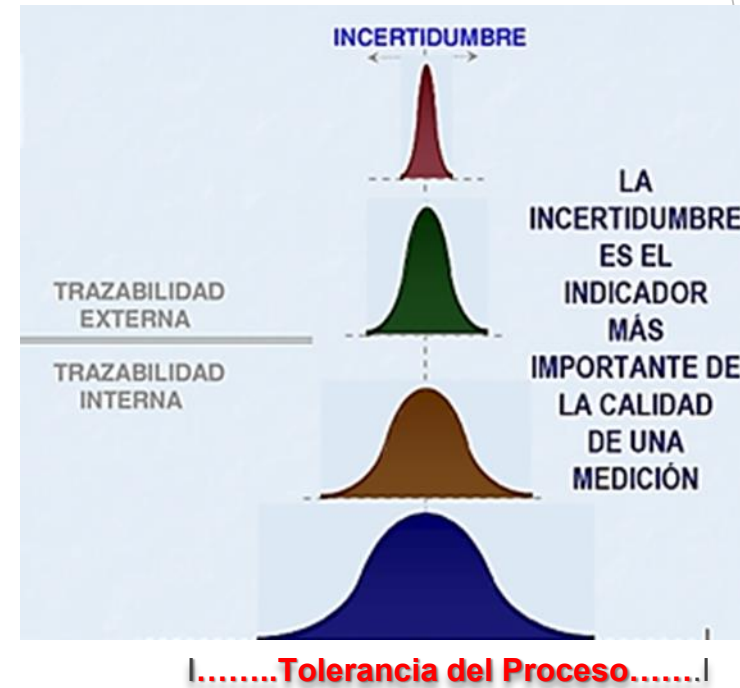
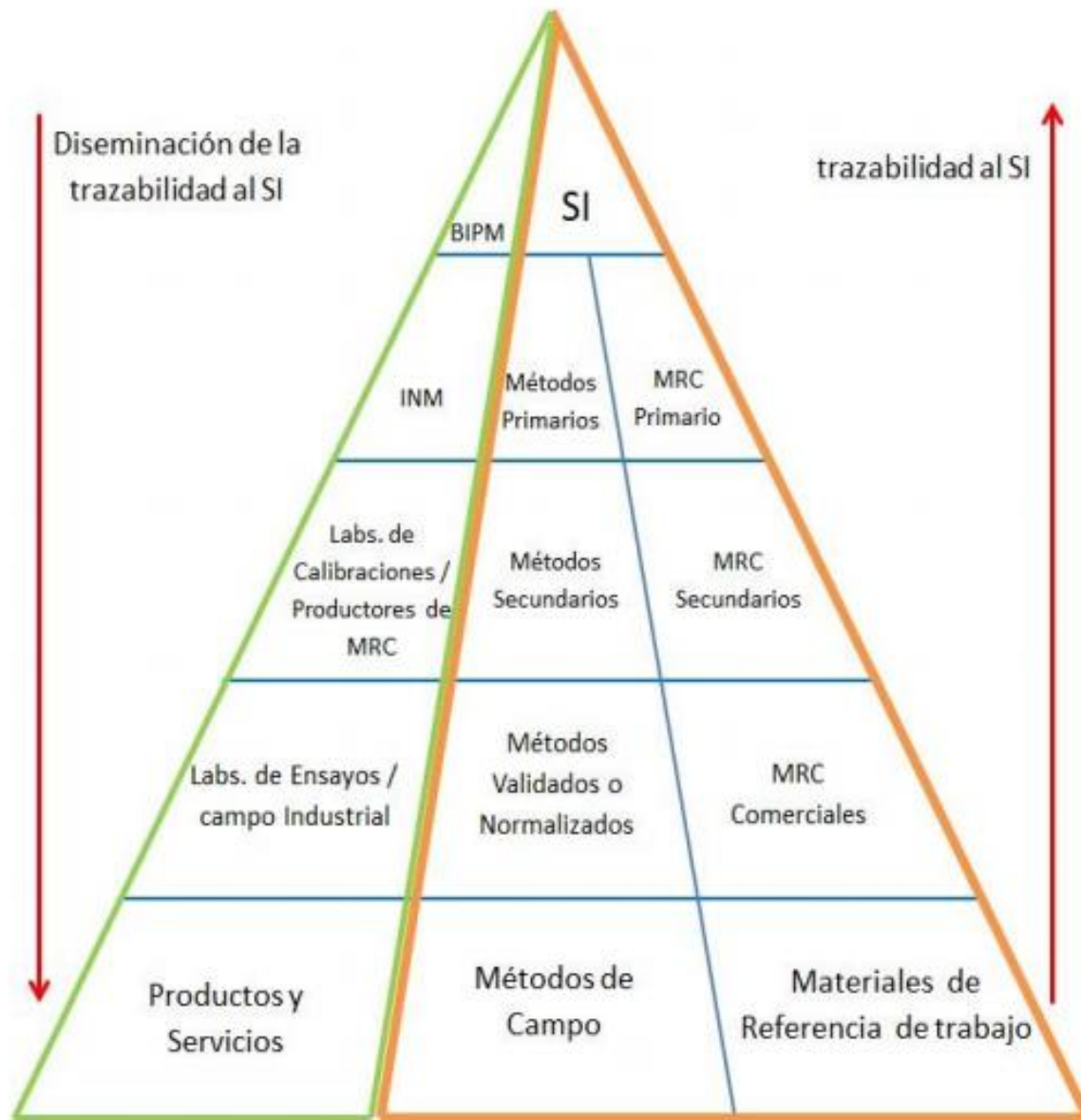
  - [→ CODELCO](#)
  - Santiago

**Decreto Ley N° 347 de 2007**

Ing. Q. William Gün



# NIVELES DE JERARQUÍA PARA LA TRAZABILIDAD AL SI



Ing. Q. William Gün

# RED NACIONAL DE METROLOGÍA



## INTRODUCCIÓN

La División de Metrología del INN, coordina y supervisa todas las actividades de la Red Nacional de Metrología, una de esas actividades son las relacionadas a los Programa de Ensayo de Aptitud Nacional a cargo de cada Instituto Designado con la finalidad de ayudar a la infraestructura metrológica del país y específicamente a los laboratorios de ensayo y calibración del país.

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



**Ing. Q. William Güin**



# Institutos Designados/Candidatos

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

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



**Ing. Q. William Güin**

# Marco Legal

## **Firma de la Convención del Metro - BIPM**

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

## **Firma de Reconocimientos Mutuo – CIPM-MRA**

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

## **Decreto Supremo No. 215/2009**

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

## **Reglamento de la Red Nacional de Metrología**

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



# Instituto Designado CODELCO

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

Decreto:

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

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



Ing. Q. William Gün



# Metrología y Negocios

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

Lord Kelvin

Calidad



Controle



Medición Adecuada



Metrología

**“Metrología es la Ciencia de la Medición”**



# Metrología y Negocios

## El Comercio Internacional requiere Trazabilidad y Comparabilidad



IMN: Instituto Metrológico Nacional



Ing. Q. William Güin

# Importancia técnica e impacto económico

Metals and pure materials

PTB

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

Estimar el Error

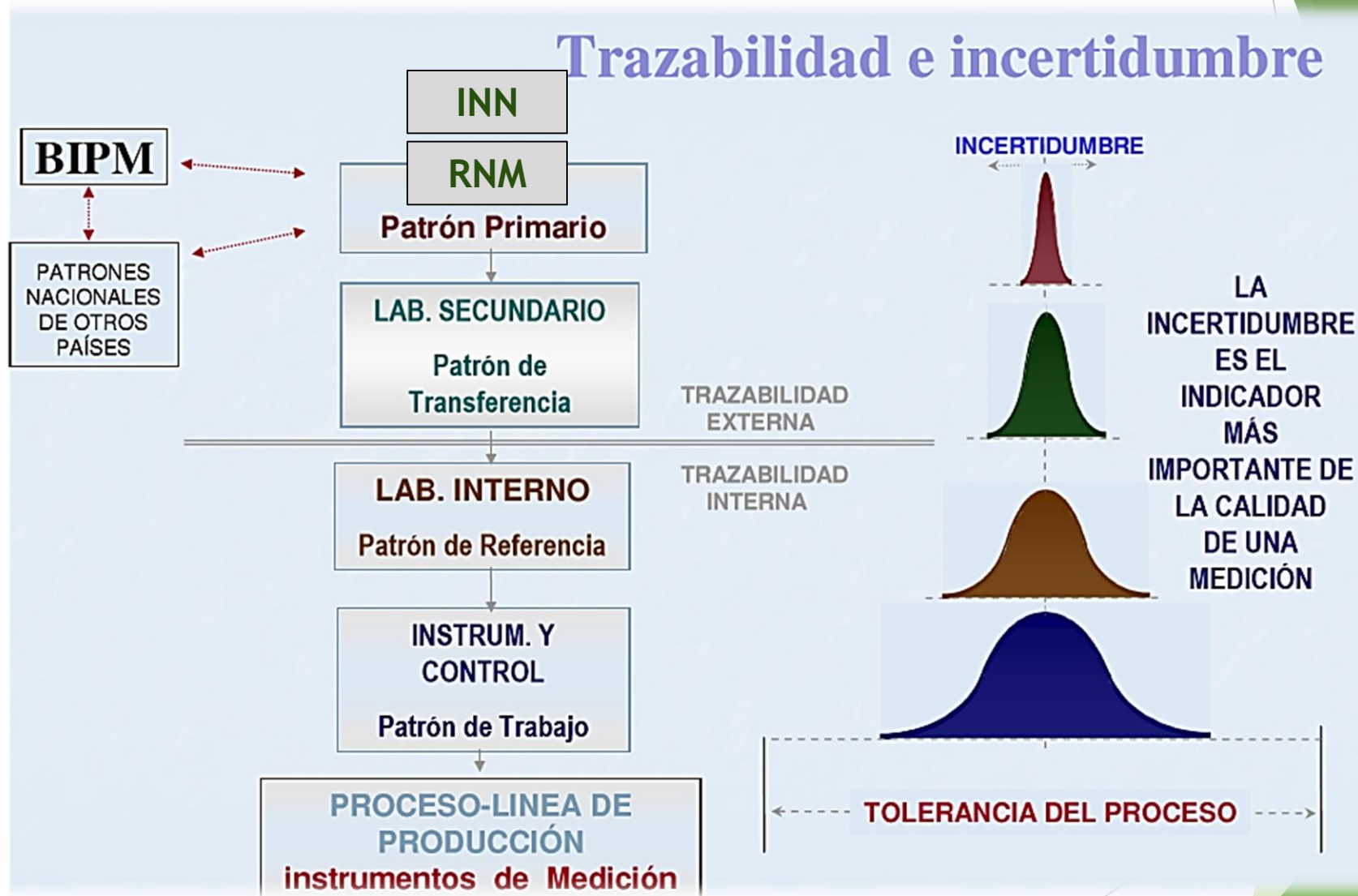
Industria Minera más competitiva

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





# Importancia técnica e impacto económico



# Actividades técnicas realizadas e impacto económico ID-CODELCO



Ing. Q. William Gün

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

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

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



Ing. Q. William Gün

# Importancia técnica e impacto económico



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

15 September 2016

## INVITATION TO PARTICIPATE

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

Dear Colleagues:

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

#### Rationale

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



Ing. Q. William Gün



# Importancia técnica e impacto económico

## RESULTS REPORT FORM (Page 1 of 2)

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

Contact Name: Patricia Romero Arancibia

Institute: Laboratorio Codelco – Red Nacional Metrológica Chile

Address: 11 Norte 1292 – Calama – Chile

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

Email: promero@codelco.cl

### Instructions:

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

## RESULTS REPORT FORM (Page 2 of 2)

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

### Your Copper Solution

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

<sup>a</sup> Coverage factor for a level of confidence of approximately 95 %.

<sup>b</sup> Expanded uncertainty at a level of confidence of approximately 95 %.



Ing. Q. William Gün

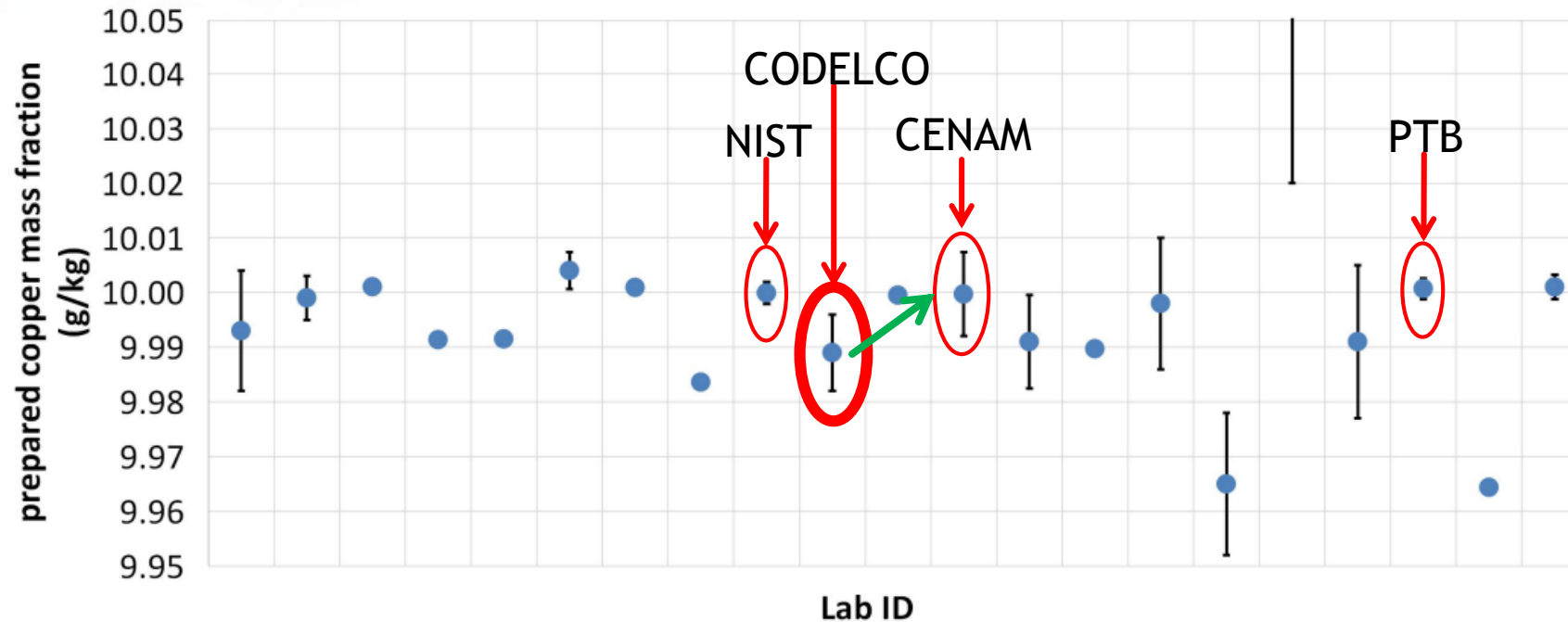
# Importancia técnica e impacto económico

NIST

MATERIAL MEASUREMENT LABORATORY

## SAMPLE PREPARATION

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



Ing. Q. William Güin

# Importancia técnica e impacto económico



## Propuesta

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

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

**Para:**

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



**Ing. Q. William Güin**

# Importancia técnica e impacto económico

200 g por \$450 dólares

50 mL por \$894 dólares

Natural Resources Canada / Ressources naturelles Canada

CCRMP / Canadian Certified Reference Materials Project

PCMRC / Projet canadien de matériaux de référence certifiés

## Certificate of Analysis

First issued: June 2016 / Version: June 2016

### CCU-1e

Certified Reference Material for a Copper Concentrate

**Table 1 – CCU-1e Certified Values**

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

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

Canada

National Institute of Standards & Technology

## Certificate of Analysis

Standard Reference Material<sup>®</sup> 3114

Copper (Cu) Standard Solution

Lot No. 120618

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

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

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

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

$$U = k u_c$$

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

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

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

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

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

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

Carlson A. Gonzalez, Chief  
Chemical Sciences Division

Steven J. Choquette, Director  
Office of Reference Materials

Gaithersburg, MD 20899  
Certificate Issue Date: 10 February 2021

SRM 3114

Page 1 of 3



Ing. Q. William Gün

# Importancia técnica e impacto económico



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



**¡Gracias por su atención!**  
marvizu@cenam.mx



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

[ma@cenam.mx](mailto:ma@cenam.mx)  
[se@cenam.mx](mailto:se@cenam.mx)  
<http://www.cenam.mx>  
<http://www.cenam.mx>



Ing. Q. William Güin

# Importancia técnica e impacto económico

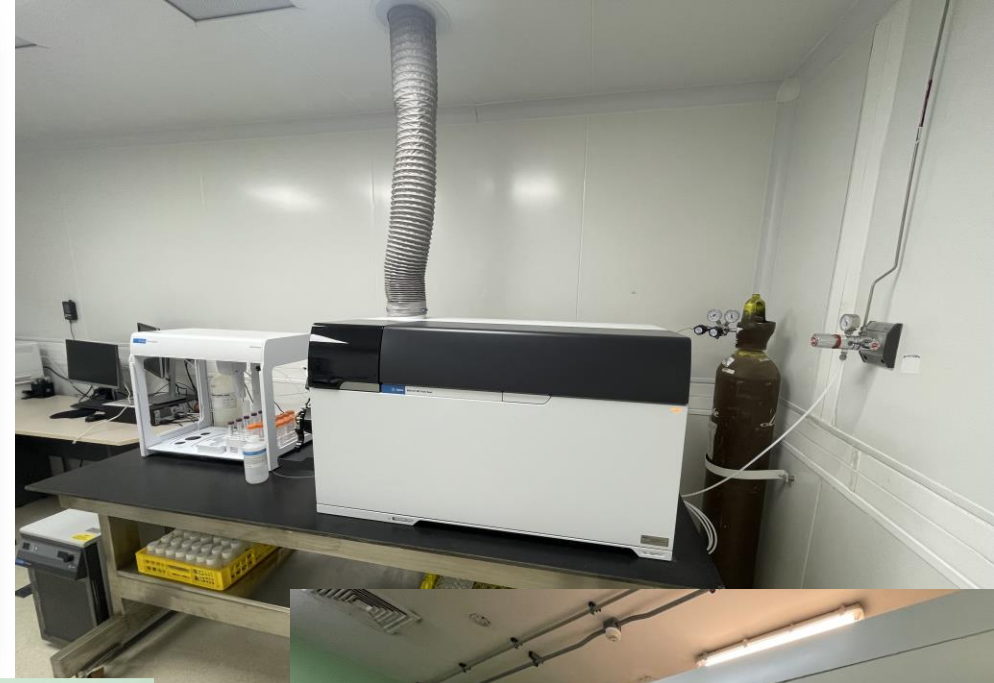


## *Beneficio para CODELCO*

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

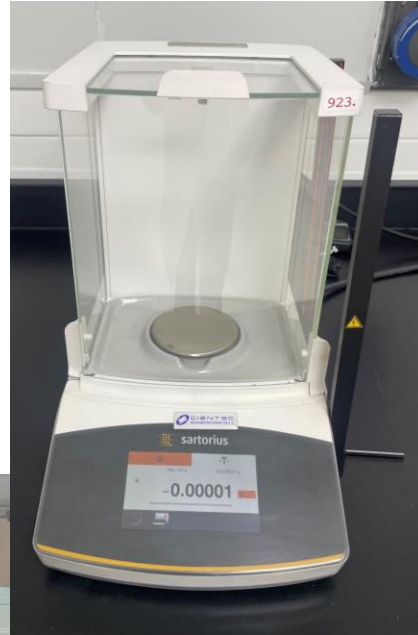
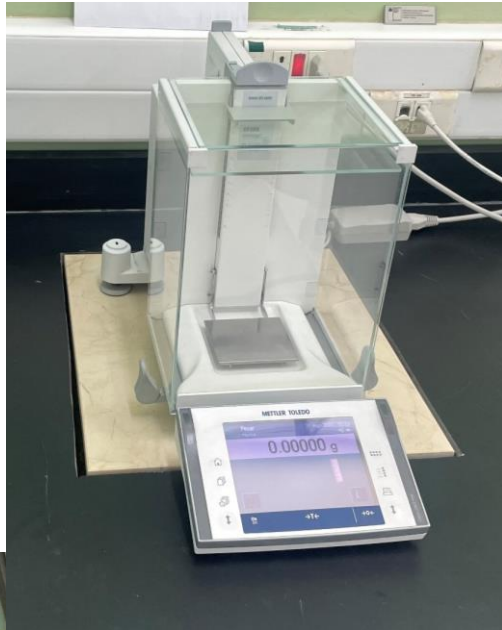


# Laboratorio Designado – CODELCO – LQC



Ing. Q. William Gün

# Laboratorio Designado – CODELCO – LQC





# Alcance Laboratorio de Referencia

## 1. Elaboración y Análisis químicos de:

- Material de Referencia (MR)
- Material de Referencia Certificado (MRC)

## 2. Competencia para proporcionar ensayos de aptitud:

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

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

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



# REQUISITOS NORMATIVOS



## NCh-ISO 17025:2017

7.7.2 El laboratorio debe hacer seguimiento de su desempeño mediante comparación con los resultados de otros laboratorios, cuando estén disponibles y sean apropiados. Este seguimiento se debe planificar y revisar y debe incluir, pero no limitarse a, una o ambas de las siguientes:

- a) participación en ensayos de aptitud;

NOTA La Norma ISO/IEC 17043 contiene información adicional sobre los ensayos de aptitud y los proveedores de ensayos de aptitud. Se consideran competentes los proveedores de ensayos de aptitud que cumplen los requisitos de la Norma ISO/IEC 17043.

- b) participación en comparaciones interlaboratorio diferentes de ensayos de aptitud.

## DA-D01

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



Ing. Q. William Güin

# SEGUIMIENTO DEL DESEMPEÑO DE UN LABORATORIOS



## Ensayos de Aptitud:

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

## Ronda comparación interlaboratorios:

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



Ing. Q. William Güin

# Programa de Desempeño para laboratorios de Ensayo

Comparación 1	Ronda Inter-laboratorio	Mineral de cobre (1) Mineral de cobre (2) Concentrado de cobre Concentrado de molibdeno	Cu, Fe, Zn, Mo, As, Ag, Pb, Sb
Comparación 2	Ronda Inter-Laboratorio	Mineral de cobre (1) Mineral de cobre (2) Concentrado de cobre Concentrado de molibdeno	Cu, Fe, Zn, Mo, As, Ag, Pb, Sb
Comparación 3	Ensayo de Aptitud	Mineral de cobre	Cu, Fe, Mo, As, Ag
Comparación 4	Ensayo de Aptitud	Concentrado de cobre	Cu, As, Ag, S
Comparación 5	Ronda Inter-Laboratorio	Ánodo de cobre Cátodo de cobre	Cu, As, Sb, Fe, Ni, Pb, Bi, Te, Sn, Cd, Ag, S



# Propuestas y Consenso 2022



**Ing. Q. William Güin**

# Propuestas

## 1.- Capacitación en Estimación de la Incertidumbre Analítica.

Taller Estimación y expresión de la Incertidumbre en el Análisis Químico, Fundamentos básicos, modalidad virtual vía Zoom (Valor: \$ 124.950.-)



Para consultas o inscripciones, favor contactarse : [capacitacion@inn.cl](mailto:capacitacion@inn.cl) | 2 24458845 - 2 24458847

Sra. Mónica Osses [capacitacion@inn.cl](mailto:capacitacion@inn.cl)

Año	2020	2021	2022	2023
Participantes	119	66	82	38

Total de Participantes 305

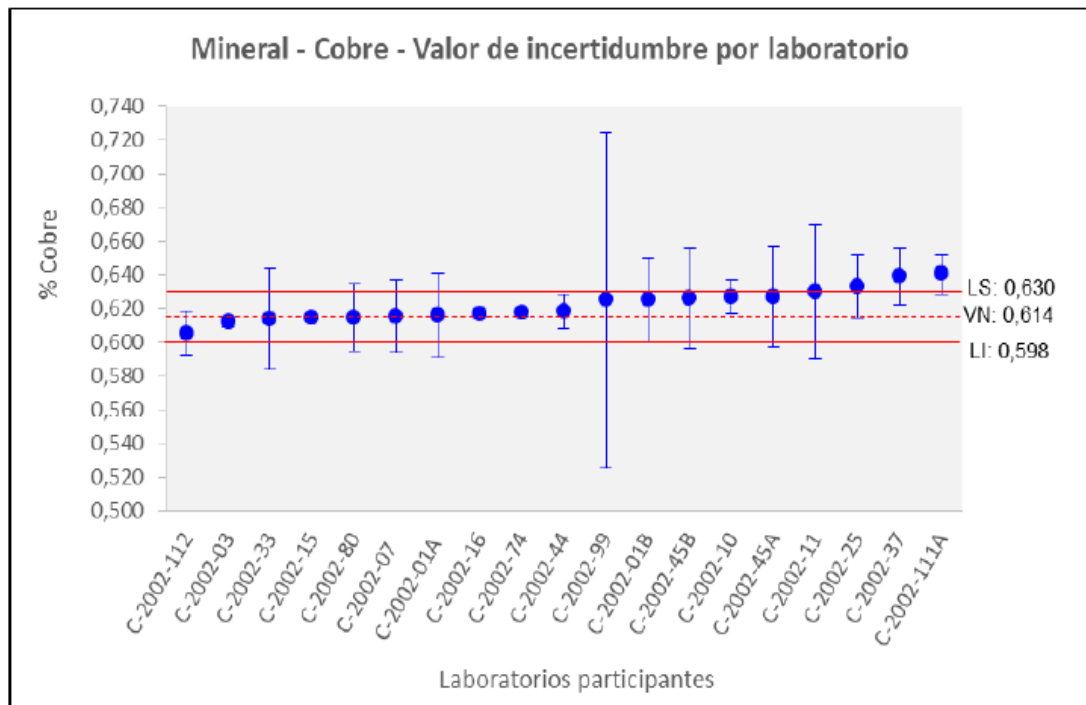


Ing. Q. William Güin

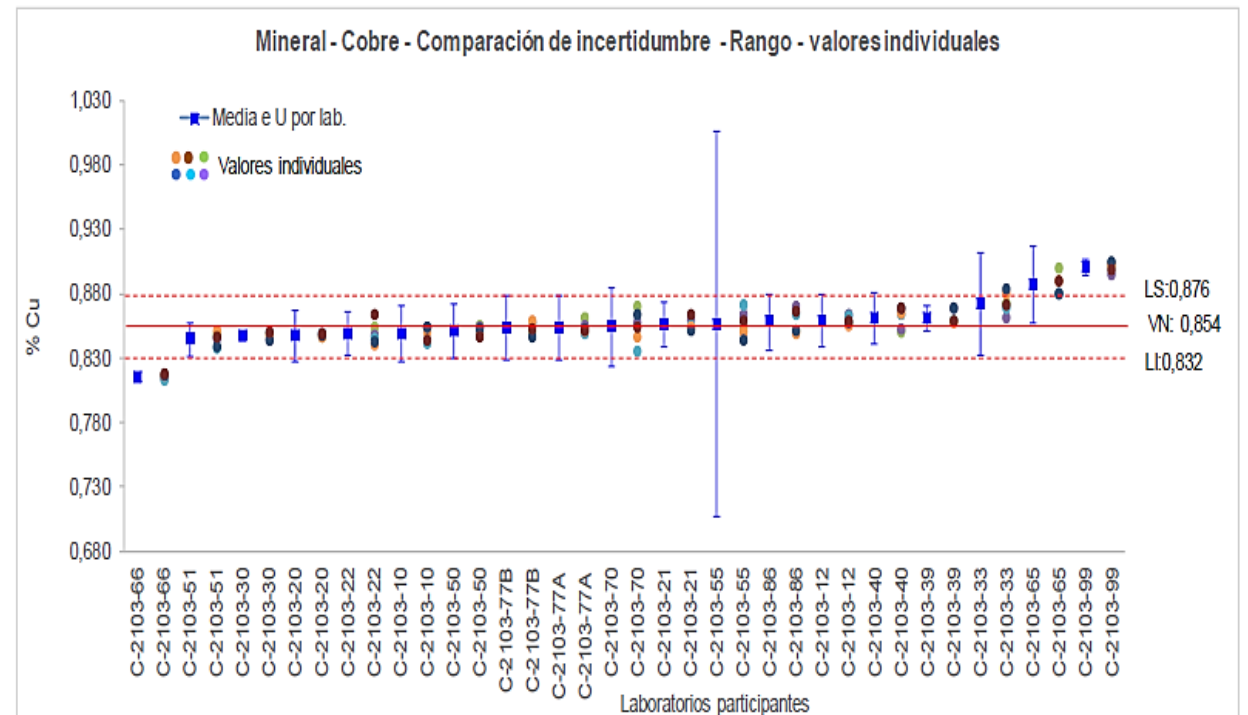
# Propuestas

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

2020

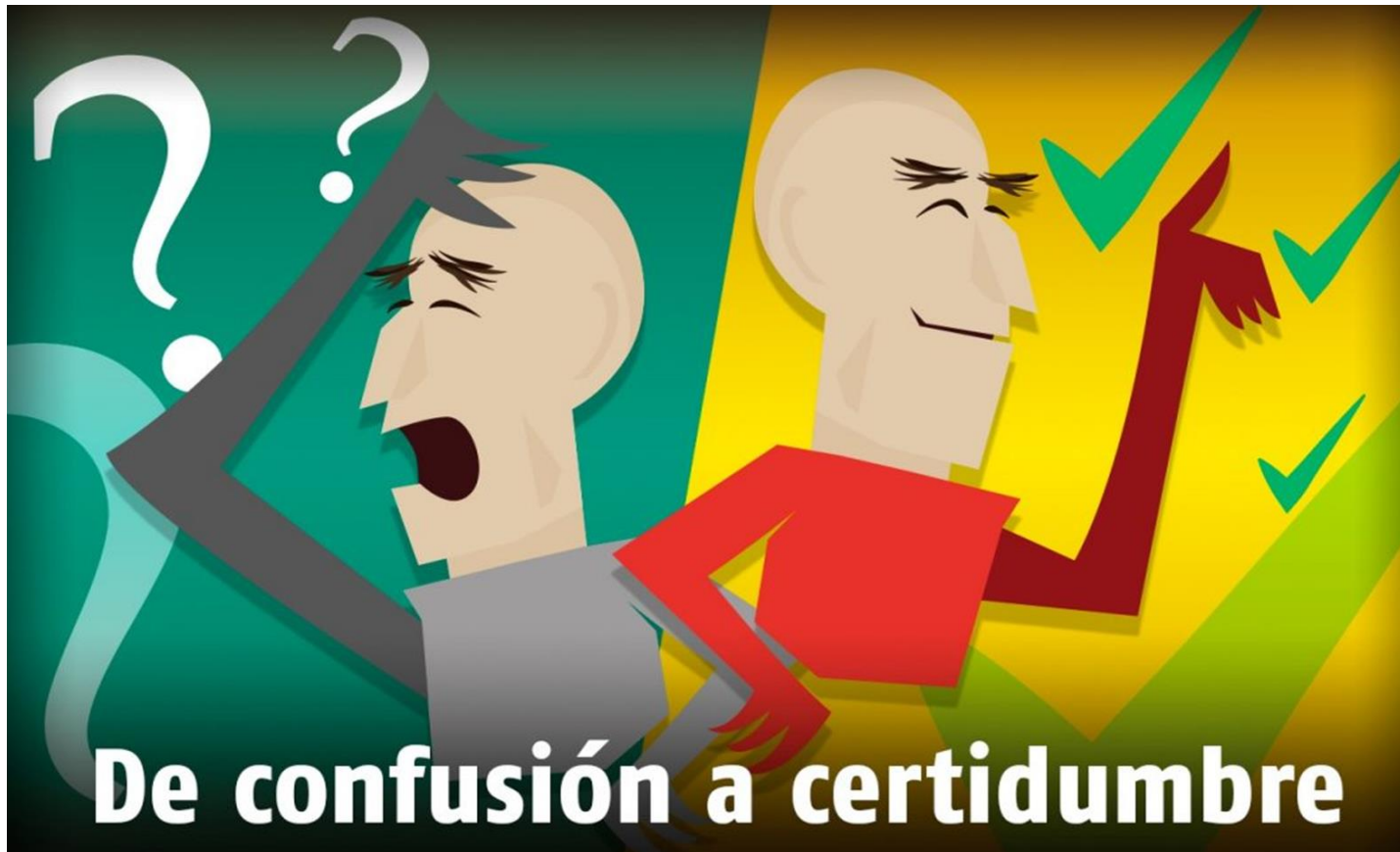


2021



# Propuestas

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





# Propuestas

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

[Sobre INN](#)[Servicios](#)[Información](#)[Contacto](#)[FAQ](#)[28 de Octubre de 2023](#)

### Ensayos de Aptitud Nacionales 2023

[Inicio](#) / [Servicios](#) / [Metrología](#)

#### Menú Metrología

[Red Nacional de Metrología](#)[Institutos Designados / Candidatos](#)[Servicios](#)[Comités Técnicos de Metrología](#)[Recursos](#)[Preguntas Frecuentes \(FAQ\)](#)[Programa de Ensayos de Aptitud Nacional](#)

#### Ensayos de Aptitud Nacionales 2023

##### Ensayos de Aptitud Físicos

[Área Masa y Magnitudes relacionadas](#)[Área Metrología Dimensional](#)[Área Termometría](#)[Área Radiaciones Ionizantes](#)[Área Magnitudes Eléctricas](#)

##### Ensayos de Aptitud Químicos

[Área Química](#)

##### Ensayos de Aptitud Biometrología

[Área Biológica](#)[AREA: Masa y Magnitudes relacionadas](#)

#### AREA: Química

Magnitud	Título	Analitos	Periodo de inscripción	Inscripción	Resultados
Cantidad de Sustancia: Cobre en minería y concentrado de cobre	Mineral C-2303	Cu	10 de julio	<a href="#">Documentación</a> <a href="#">Informe Final</a> <a href="#">Link de Inscripción</a>	<a href="#">Ingreso de resultados</a>
		Fe			
		Mo			
		As			
		Ag			
Concentrado de cobre C-2304		Cu % 20 - 38	10 de julio	<a href="#">Documentación</a> <a href="#">Informe Final</a> <a href="#">Link de Inscripción</a>	<a href="#">Ingreso de resultados</a>
		As % 1,0 - 5,0			
		Ag g/t 50 - 300			
		S % 5 - 30			



Chuquicamata



## ENSAYO DE APTITUD MINERAL SULFURADO DE COBRE

INN – DCH N° C-2203

## ENSAYO DE APTITUD CONCENTRADO DE COBRE

INN – DCH N° C-2204

# ENSAYO DE APTITUD C-2203

ITEMS DE ENSAYO

MINERAL  
Material Sulfurado  
de Cobre

METODOLOGÍA

Propia de cada Laboratorio  
Participante

PARTICIPANTES

36 Laboratorios Nacionales y 33  
informaron la incertidumbre

OBJETIVOS

Evaluar Desempeño de  
Laboratorios

EVALUACIÓN

Error Normalizado  $E_n$



## **N° Empresa**

- 1 PUCOBRE
- 2 Bureau Veritas Coquimbo
- 3 SPENCE - BHP
- 4 ECOMETALES Limited
- 5 BV - Laboratorio Minerales Santiago
- 6 BV- Laboratorio Codelco Andina.
- 7 Bureau Veritas Antofagasta
- 8 Laboratorio Químico Carrizalillo (Caserones)
- 9 Laboratorio Químico Copiapó-Paipote
- 10 Andes Analytical Assay
- 11 Bureau Veritas Calama.
- 12 CENTINELA Antofagasta Minerals
- 13 SGS – Minerals Services Puerto Madero
- 14 SGS – Minerals Proyecto Codelco-Radomiro Tomic
- 15 laboratorio METALAB
- 16 GEOLAQUIM Copiapó
- 17 Geoassay Santiago
- 18 Geoassay Antofagasta
- 19 Codelco Chile - División El Teniente
- 20 Compañía Minera Potrerillos
- 21 Minera Cruz Ltda
- 22 Laboratorio Qco. Salvador
- 23 Laboratorio Qco. Potrerillos
- 24 Alfred H. Knight proyecto Sierra Gorda
- 25 Laboratorio de Minerales Bureau Veritas Iquique
- 26 Alfred H. Knight Minera Los Pelambres
- 27 BV- Laboratorio Químico Faena CMCC
- 28 Planta Vallenar ENAMI
- 29 Alfred H. Knight Laboratorio Antofagasta
- 30 Planta Taltal ENAMI
- 31 SGS La Negra
- 32 Minera Candelaria
- 33 ENAMI Fundación Hernán Videla Lira
- 34 Laboratorio Metalúrgico SCM Atacama Kozan
- 35 Laboratorio Planta Delta -ENAMI
- 36 Laboratorio Químico Central Gerencia Servicios Distrito Norte

# **PARTICIPANTES EA C-2203**

# FORMATO DE RESULTADOS

## 9.4 FORMATO DE INFORME DE RESULTADOS

Código del Laboratorio: \_\_\_\_\_

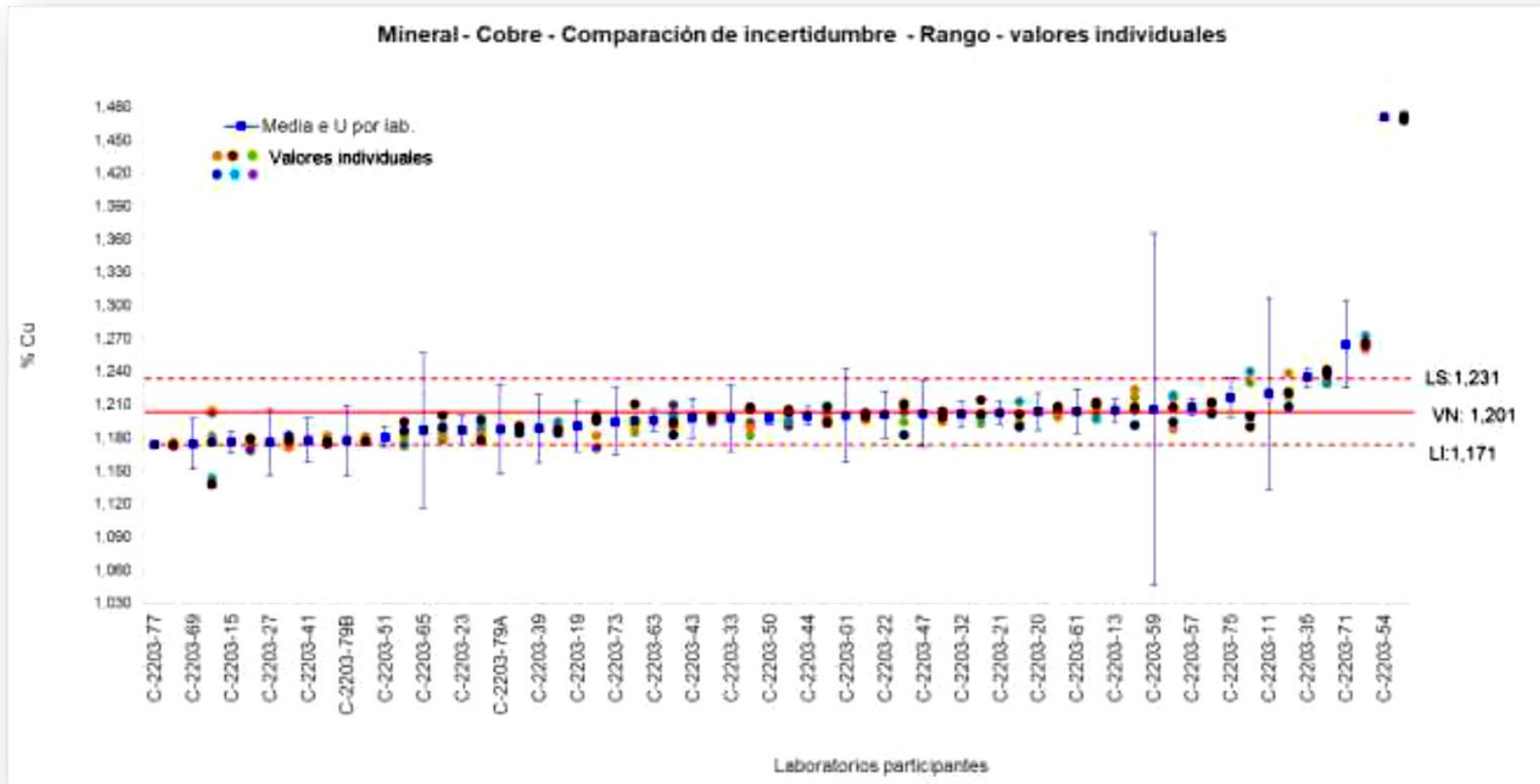
Mineral de cobre

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

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

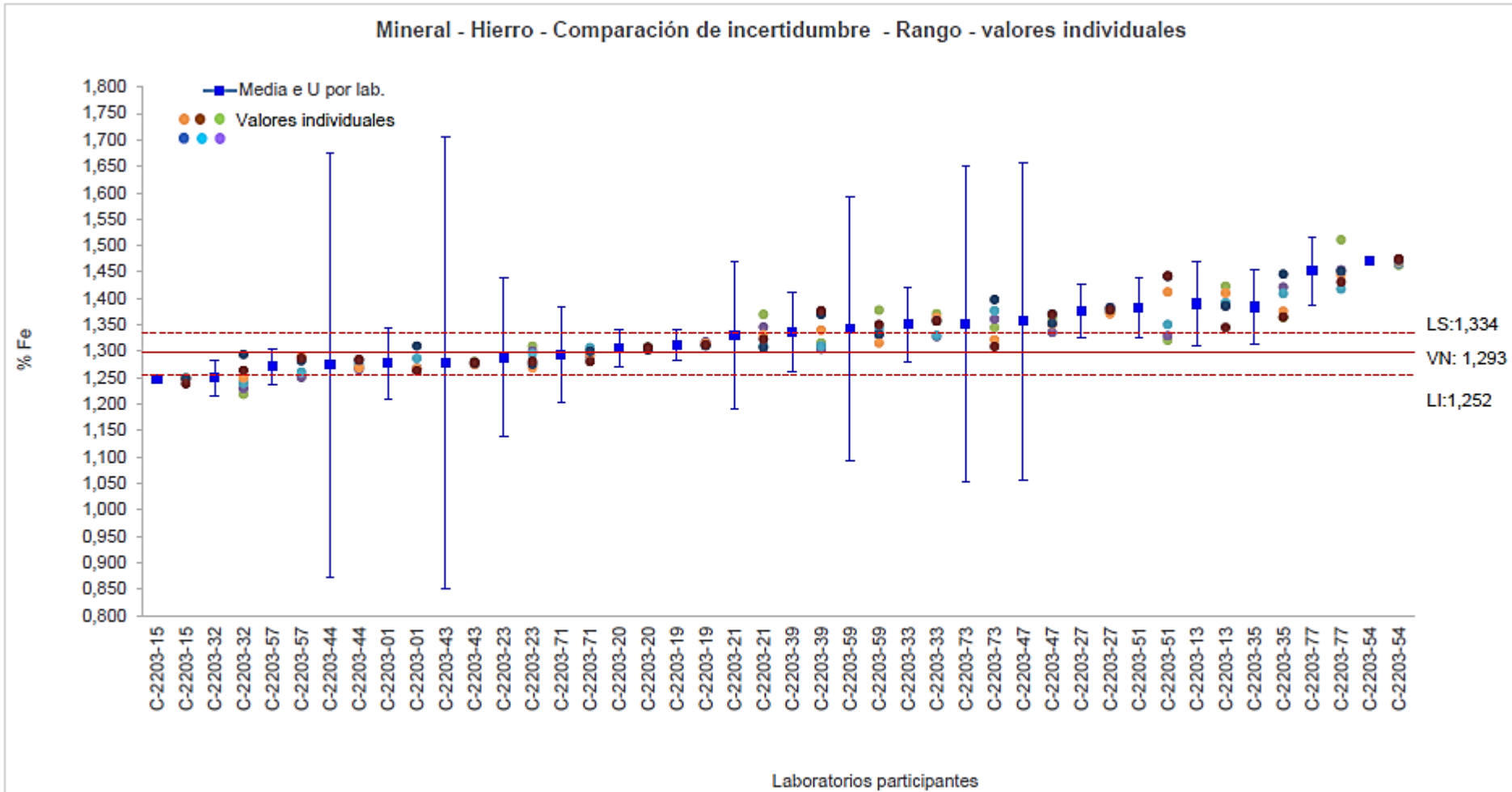
# ENSAYO DE APTITUD C-2203

## RESULTADOS PARA COBRE



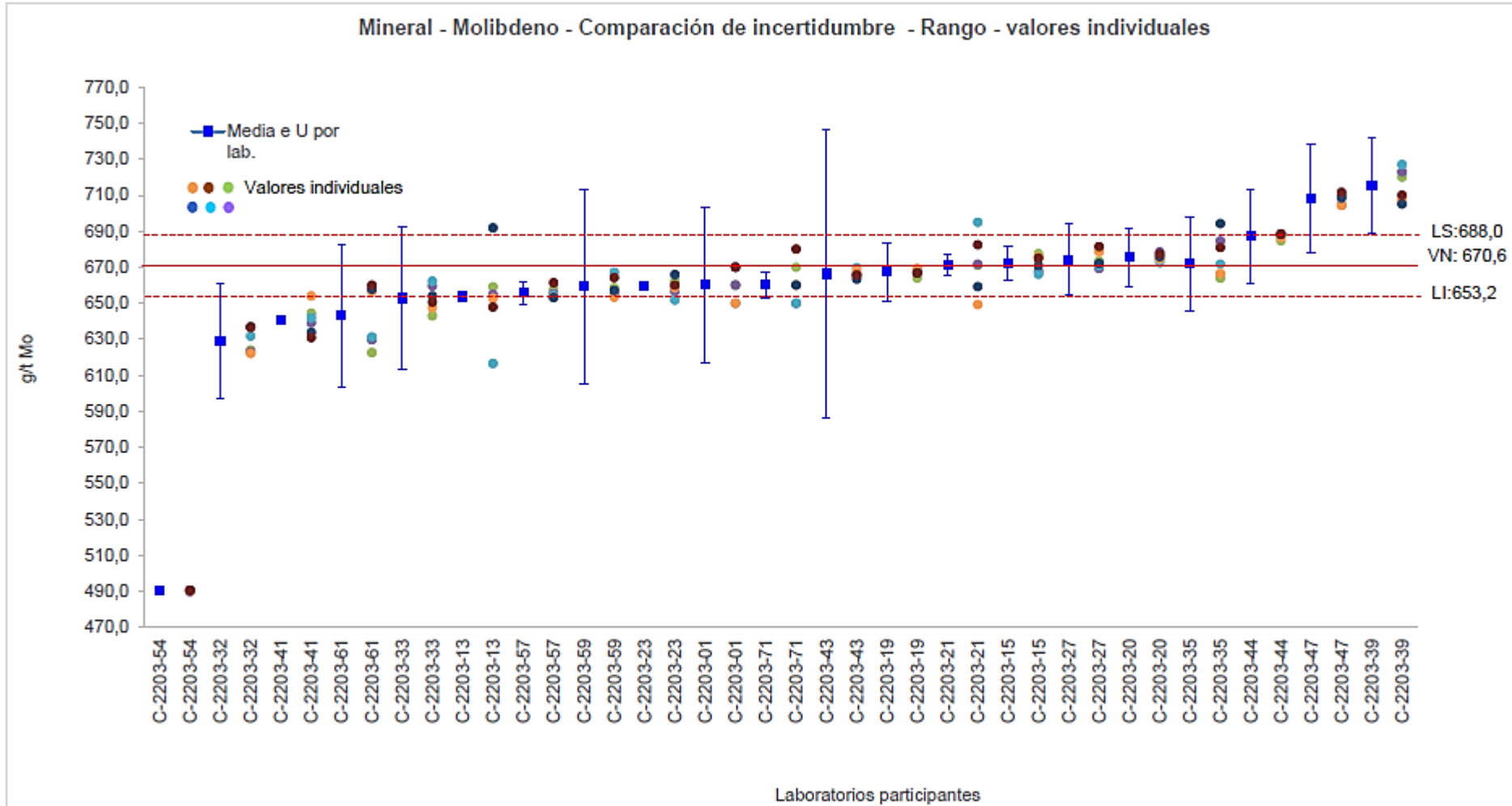
# ENSAYO DE APTITUD C-2203

## RESULTADOS PARA HIERRO



# ENSAYO DE APTITUD C-2203

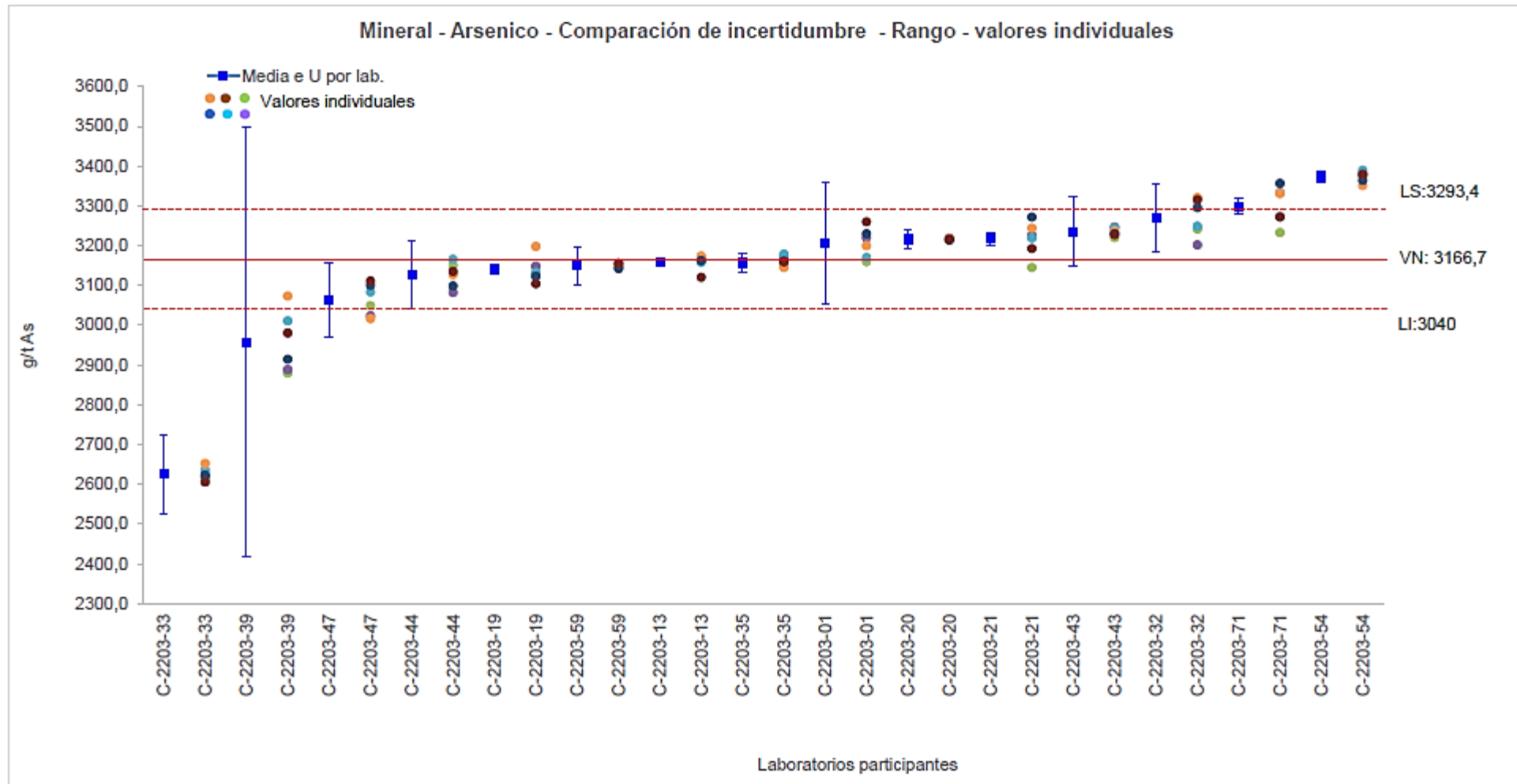
## RESULTADOS PARA MOLIBDENO





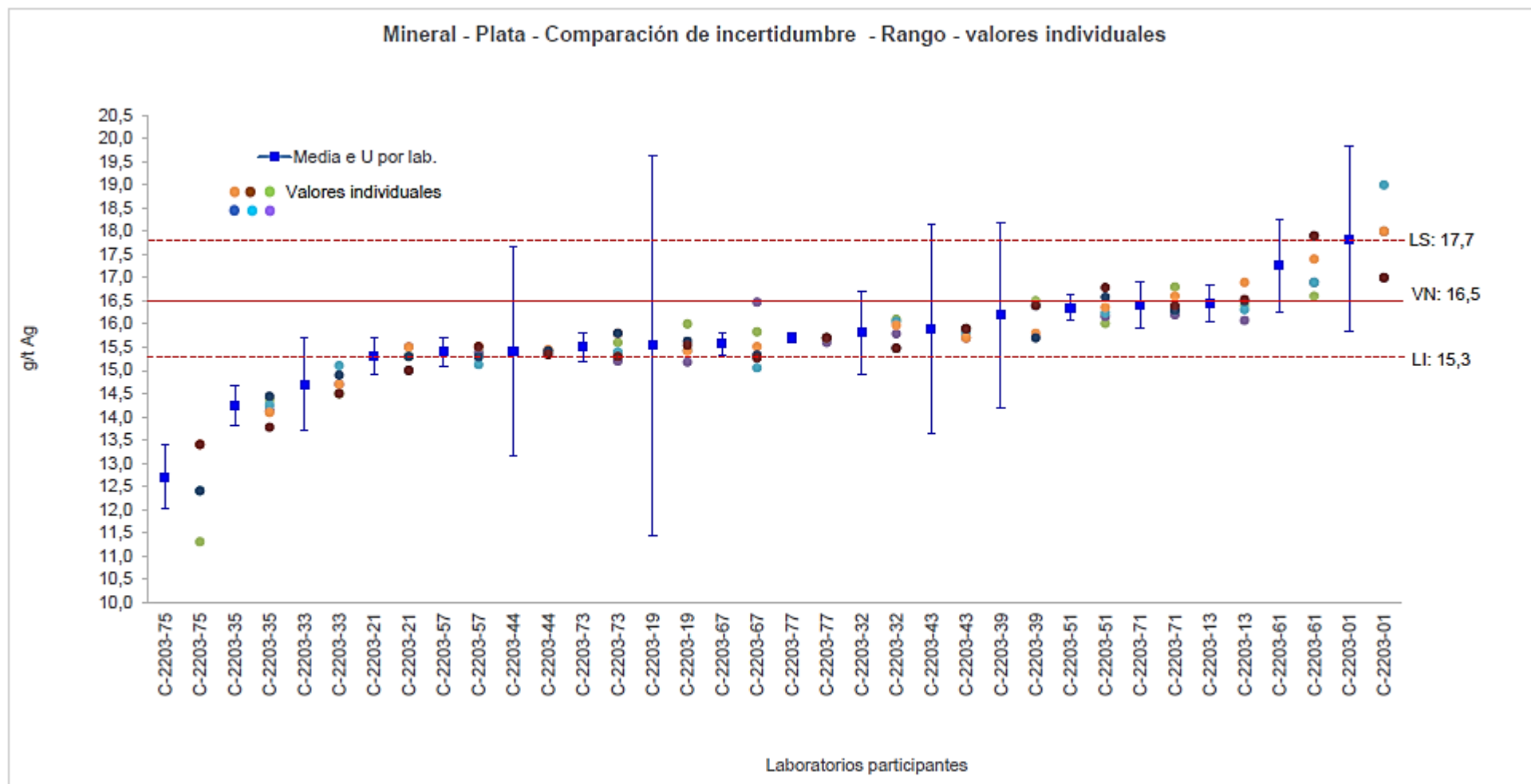
# ENSAYO DE APTITUD C-2203

## RESULTADOS PARA ARSÉNICO



# ENSAYO DE APTITUD C-2203

## RESULTADOS PARA PLATA



# ENSAYO DE APTITUD C-2203

## ERROR NORMALIZADO

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

Donde:

$x$ : Resultado del laboratorio participante

$X$ : Valor asignado.

$U_{lab}$ : Incertidumbre expandida del resultado del participante

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

### Interpretación de los resultados según ISO 13528:2015:

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

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

### Adicionalmente se puede mostrar el siguiente criterio de $E_n$

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

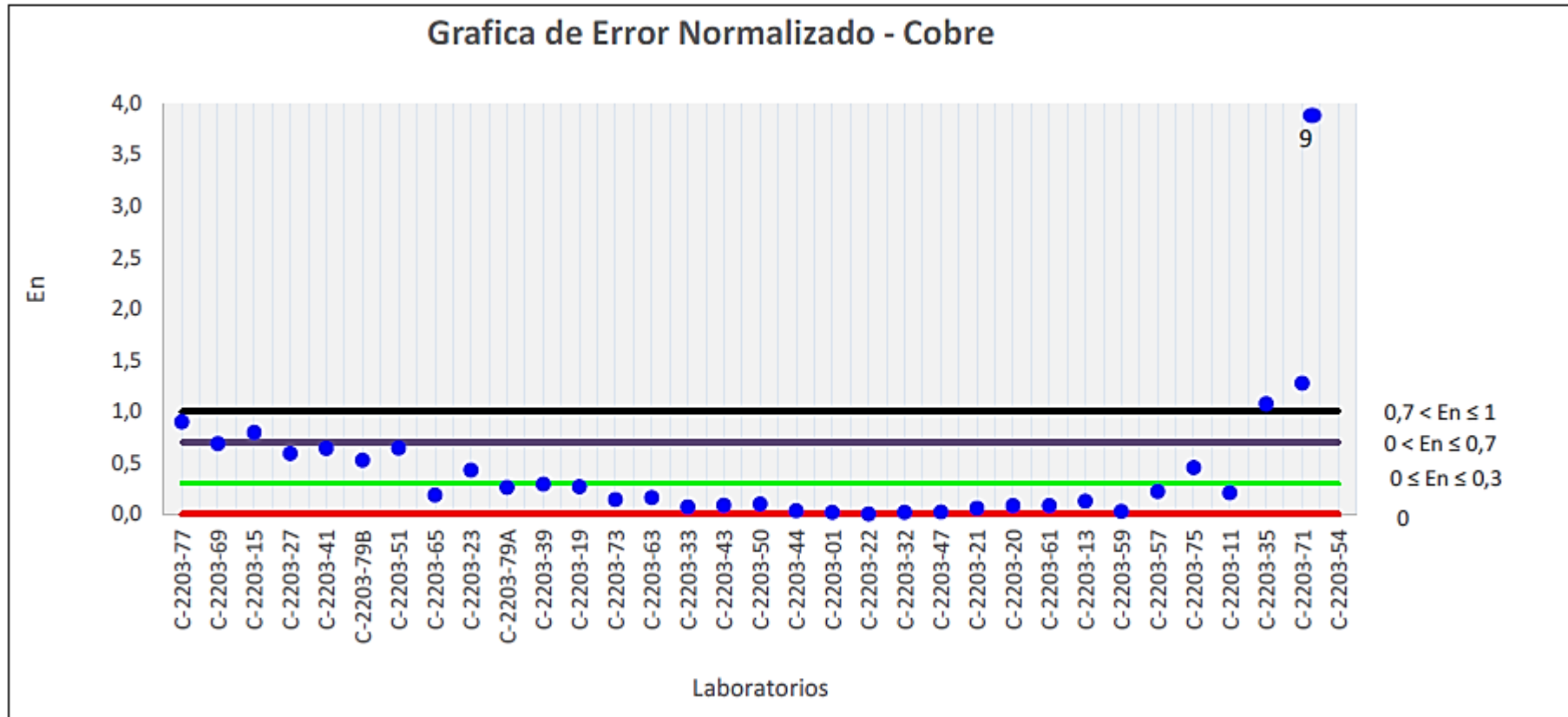
$0,3 < E_n \leq 0,7$ , bueno, con posibilidad de mejorar

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

$E_n > 1$ , Requiere acción correctiva

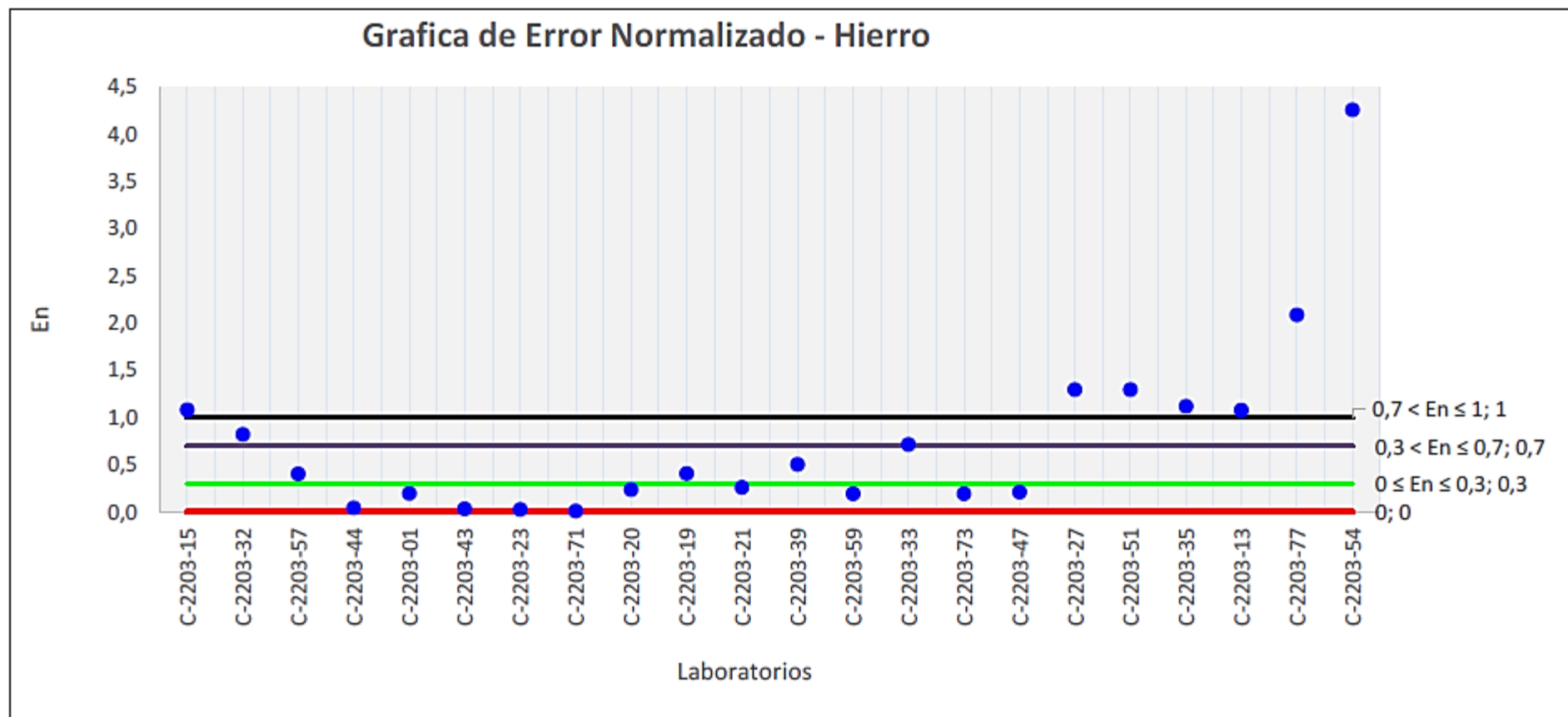
# ENSAYO DE APTITUD C-2203

Gráfico de desempeño por error normalizado  $En$



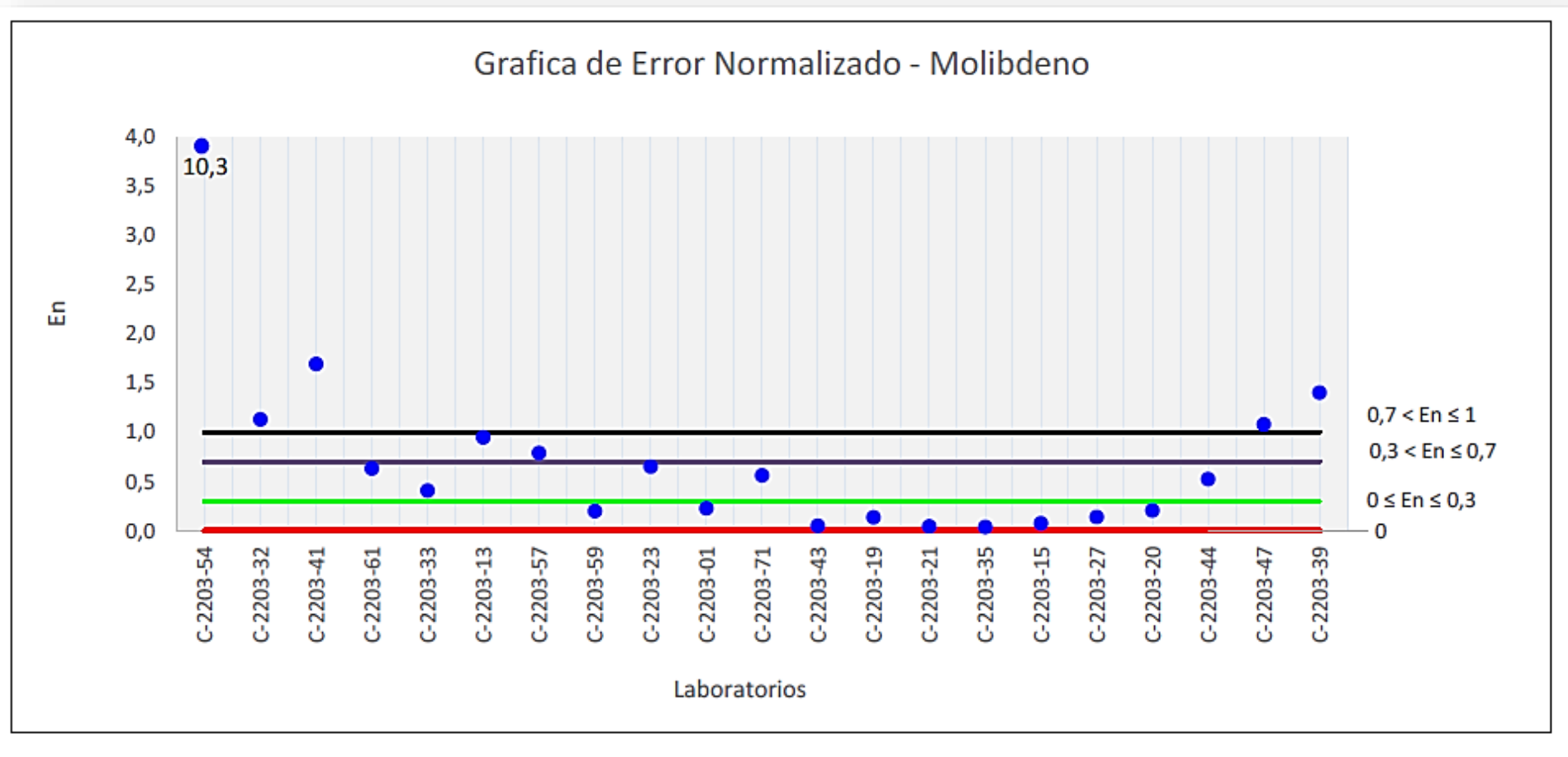
# ENSAYO DE APTITUD C-2203

Gráfico de desempeño por error normalizado  $E_n$



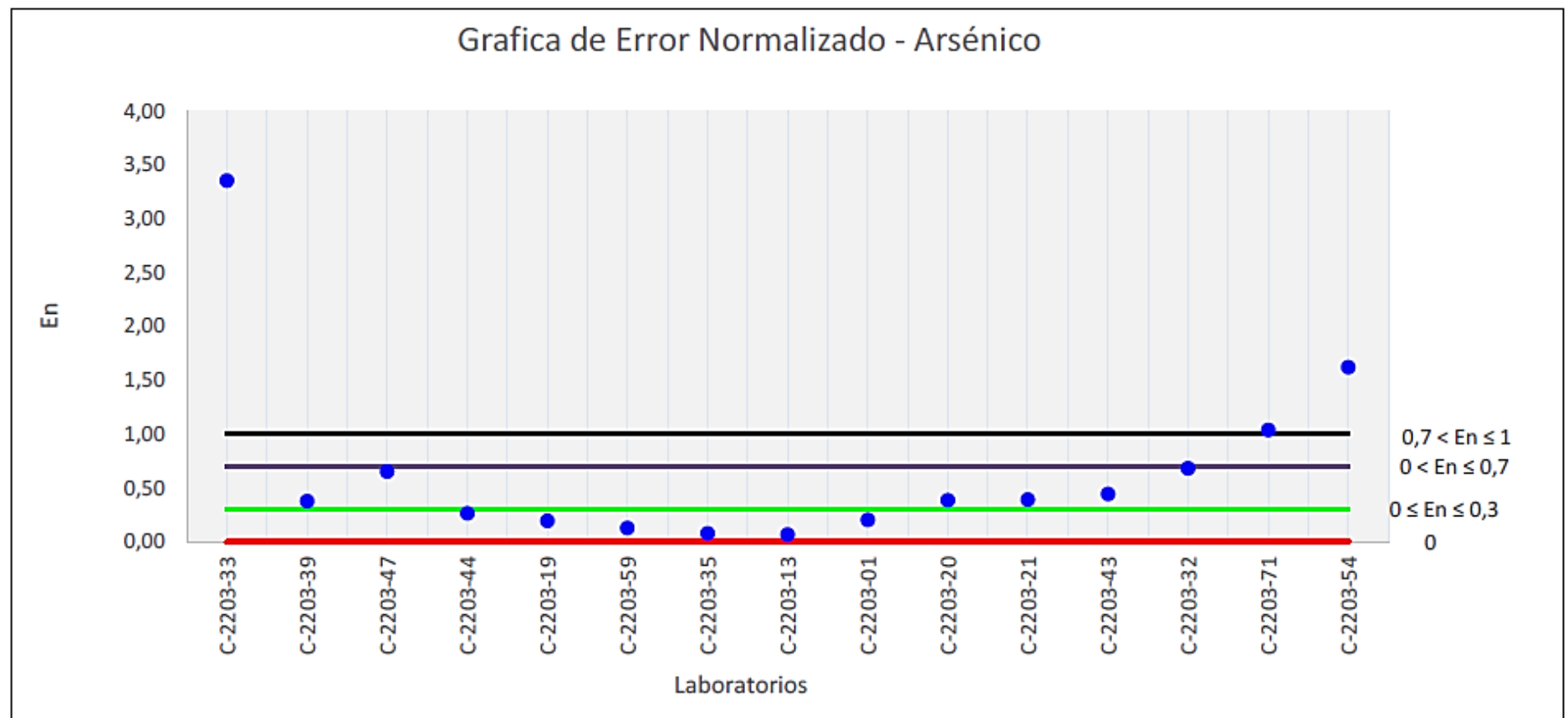
# ENSAYO DE APTITUD C-2203

Gráfico de desempeño por error normalizado  $En$



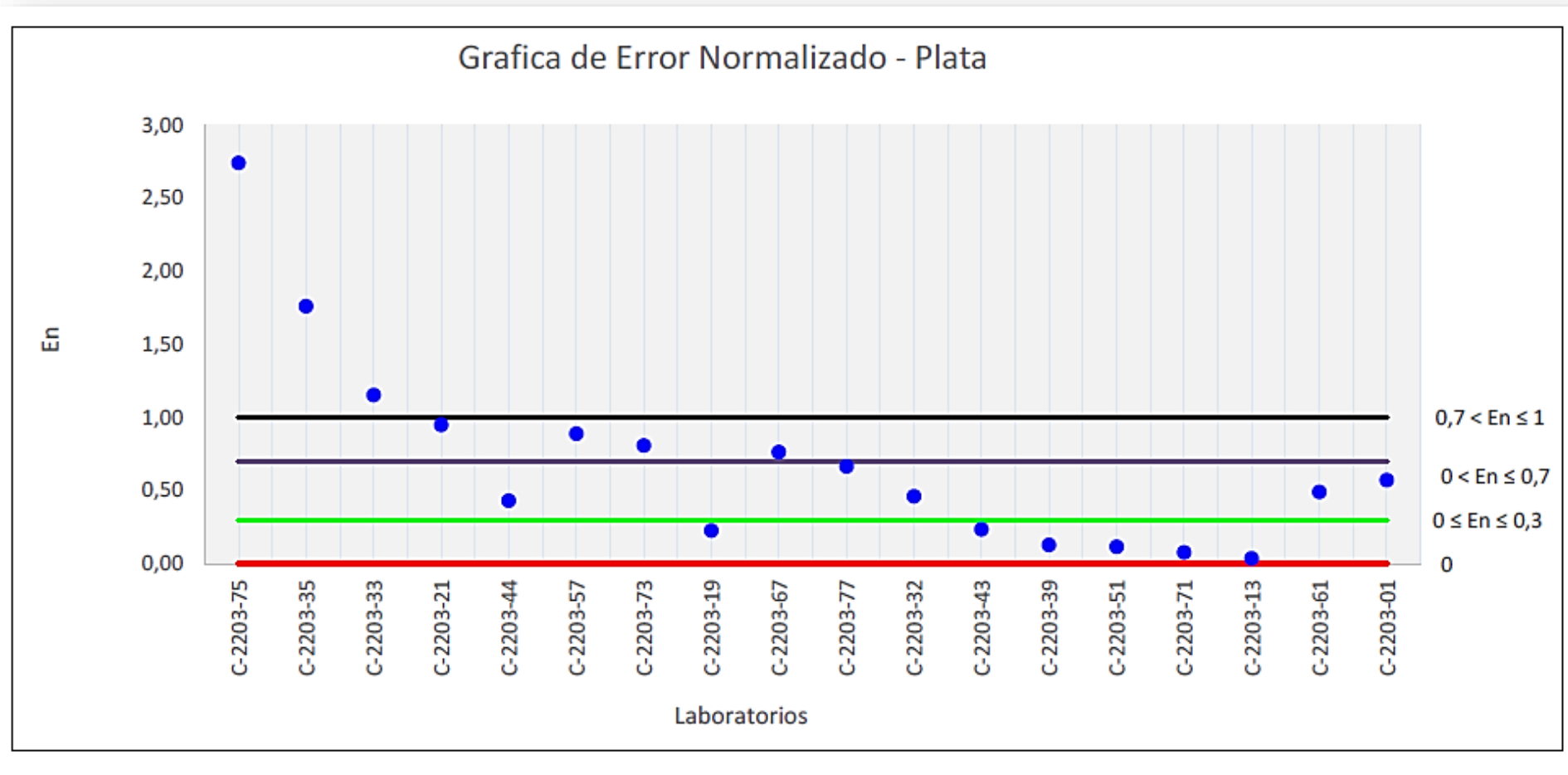
# ENSAYO DE APTITUD C-2203

Gráfico de desempeño por error normalizado  $E_n$



# ENSAYO DE APTITUD C-2203

Gráfico de desempeño por error normalizado  $E_n$





# ENSAYO DE APTITUD C-2203

## Evaluación de Desempeño de participantes

Elemento	% Desempeño Satisfactorio	% Desempeño Insatisfactorio
Cu	91 %	9 %
Fe	68 %	32 %
Mo	70 %	30 %
As	75 %	25 %
Ag	78 %	22 %

# ENSAYO DE APTITUD C-2204

ITEMS DE ENSAYO

MINERAL  
Concentrado de  
Cobre

METODOLOGÍA

Propia de cada Laboratorio  
Participante

PARTICIPANTES

29 Laboratorios Nacionales

OBJETIVOS

Evaluar Desempeño de  
Laboratorios

EVALUACIÓN

Error Normalizado  $E_n$

N°	Empresa
1	BUREAU VERITAS Coquimbo
2	BV - Laboratorio Minerales Santiago
3	BV- Laboratorio Codelco Andina.
4	Bureau Veritas Antofagasta - Sede La Negra
5	Laboratorio Químico Carrizalillo (Caserones)
6	Bureau Veritas Calama.
7	SGS – Minerals Services Puerto Madero
8	Geoassay Santiago
9	Geoassay Antofagasta
10	Codelco Chile - División El Teniente
11	Compañía Minera Potrerillos
12	Minera Cruz Ltda
13	Laboratorio Qco. Salvador
14	Laboratorio Qco. Potrerillos
15	Alfred Knight proyecto Sierra Gorda
16	Laboratorio de Minerales Bureau Veritas Iquique
17	ALFRED H. KNIGHT Minera Los Pelambres
18	Alfred Knight Laboratorio Antofagasta
19	Planta Taltal Enami
20	SGS La Negra
21	Minera Candelaria
22	Empresa Nacional de Minería Fundación Hernán Videla Lira
23	Laboratorio Metalúrgico SCM Atacama Kozan
24	Laboratorio Químico Central Gerencia Servicios Distrito Norte
25	laboratorio Complejo Metalúrgico Altonorte
26	Minera Centinela
27	Compañía Minera Lomas Bayas
28	Laboratorio Codelco División Ventanas
29	Planta Manuel Antonio Matta-ENAMI

## PARTICIPANTES EA C-2204

# FORMATO DE RESULTADOS

## 9.4 FORMATO DE INFORME DE RESULTADOS

Código del Laboratorio: \_\_\_\_\_

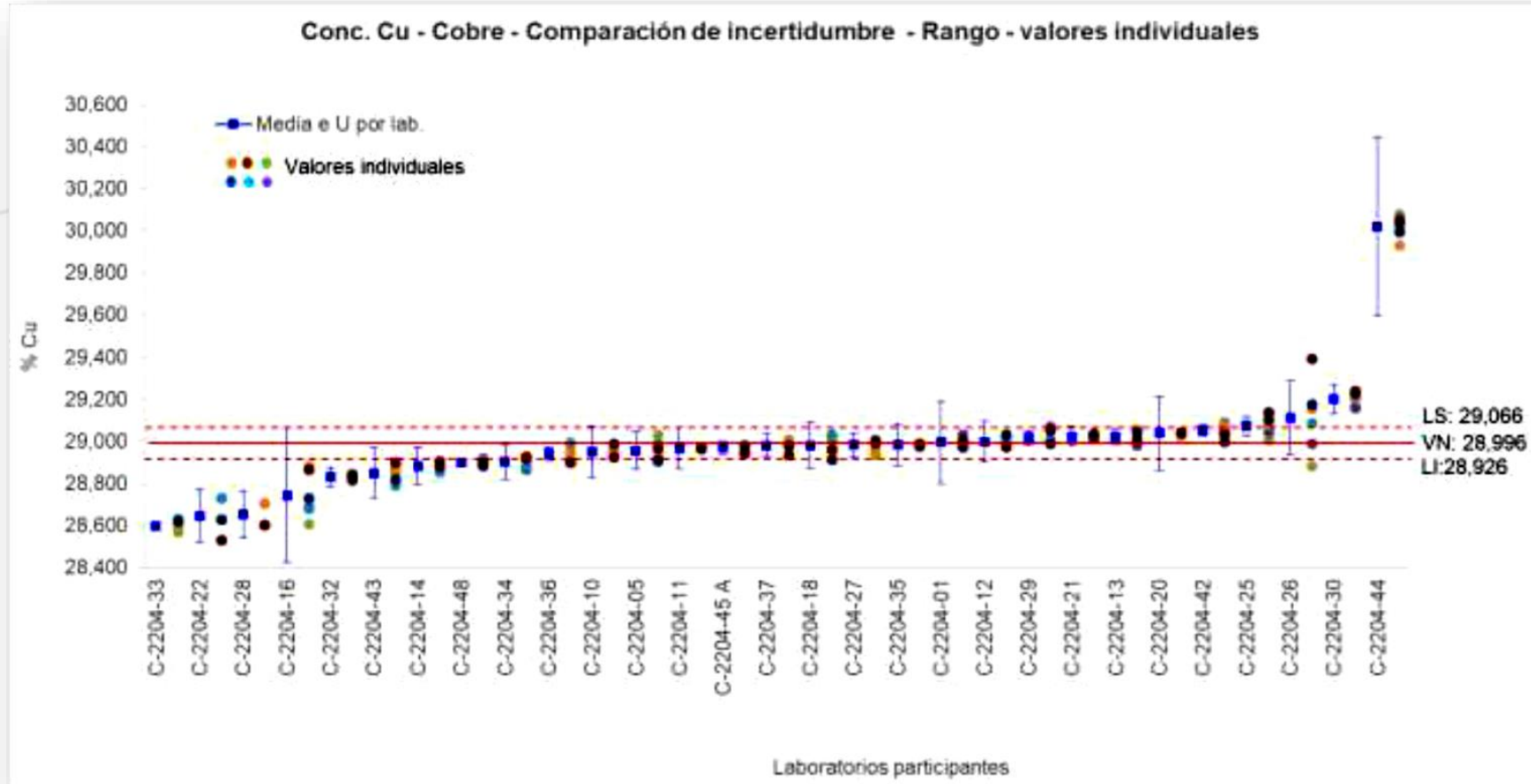
Mineral de cobre

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

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

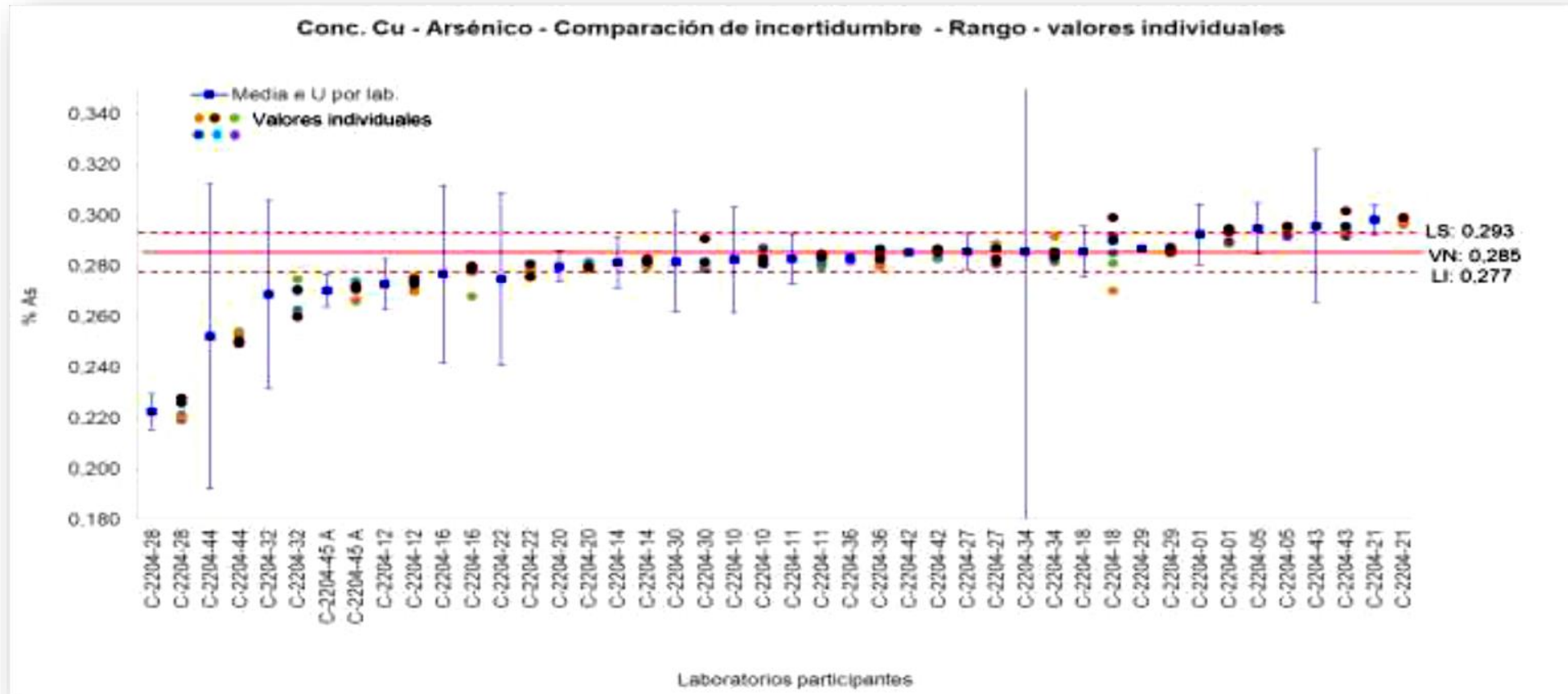
# ENSAYO DE APTITUD C-2204

## RESULTADOS CONCENTRADO DE COBRE - Cobre



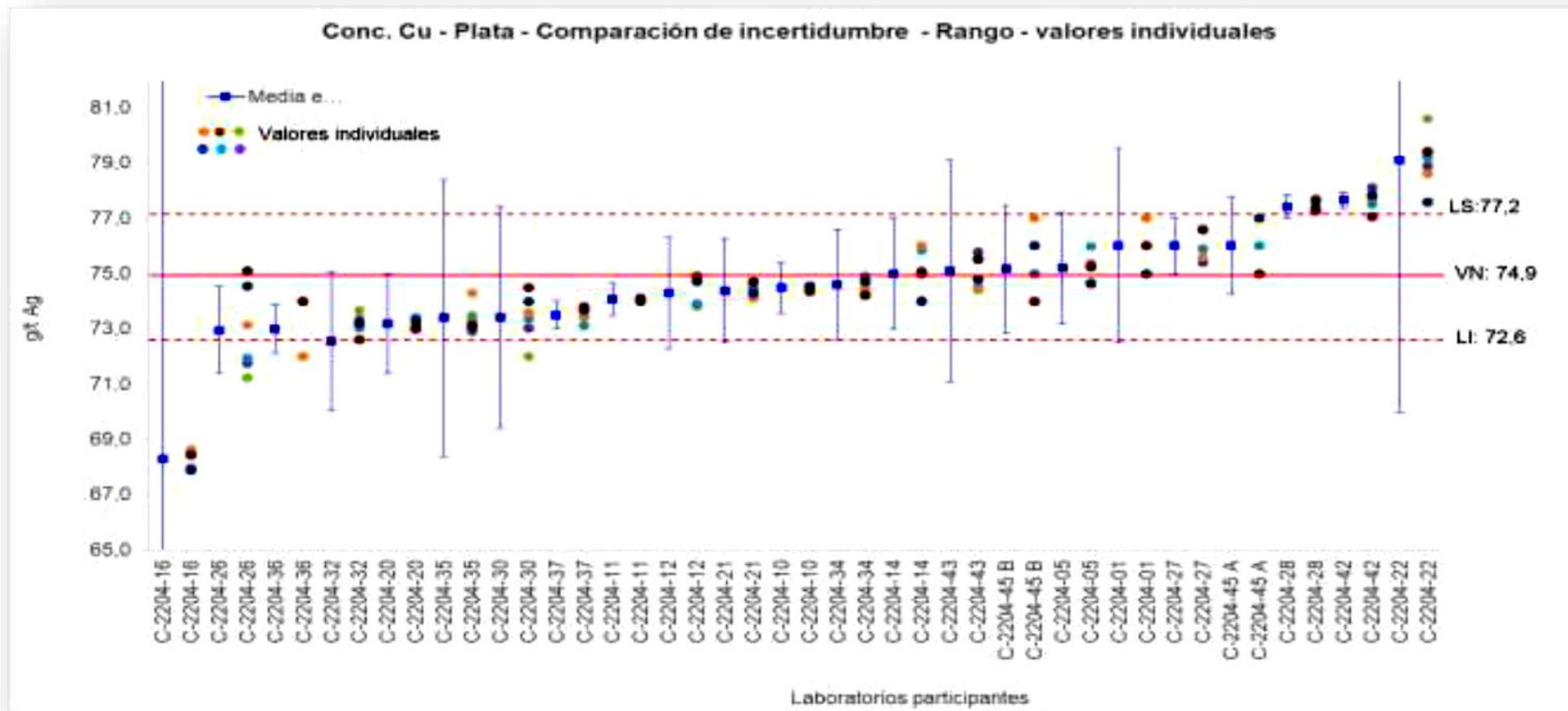
# ENSAYO DE APTITUD C-2204

## RESULTADOS CONCENTRADO DE COBRE - Arsénico



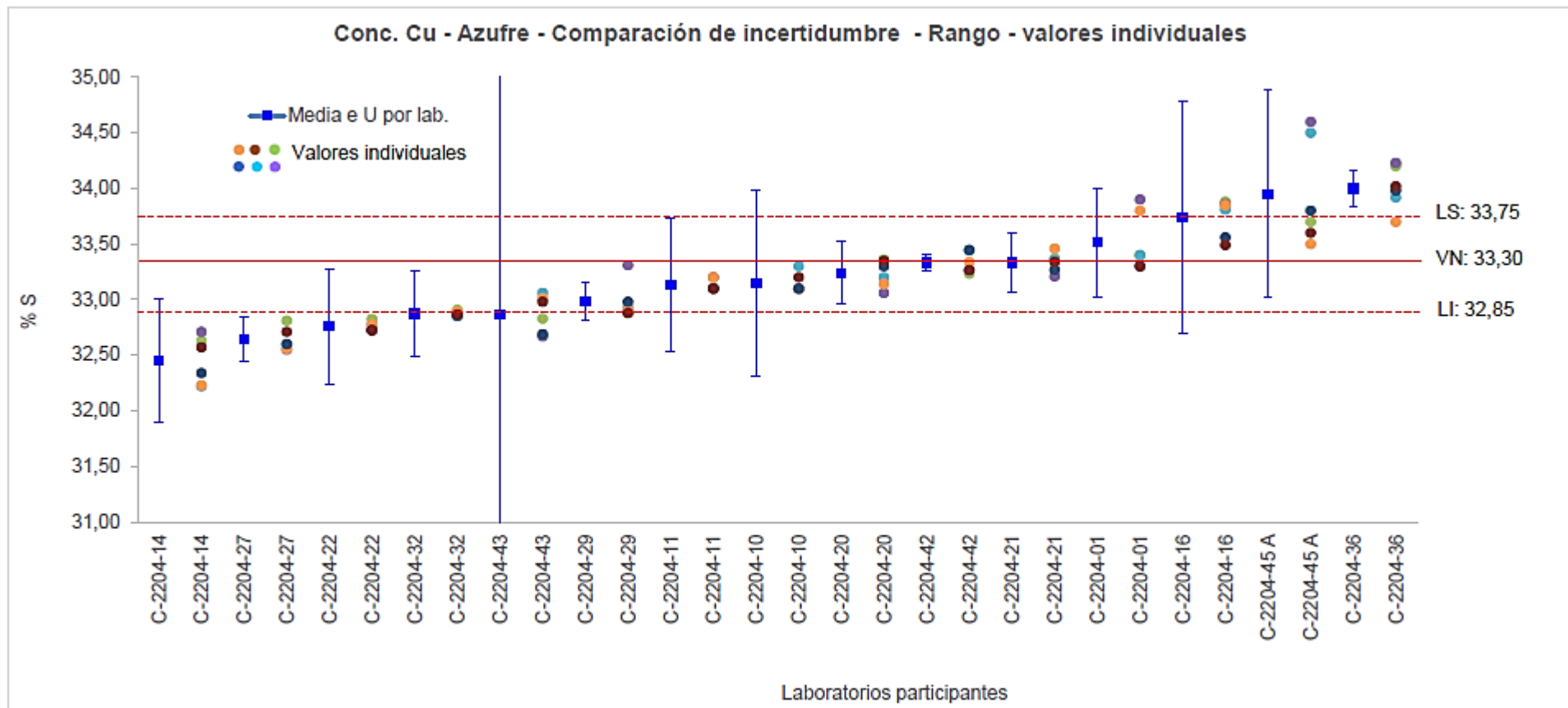
# ENSAYO DE APTITUD C-2204

## RESULTADOS CONCENTRADO DE COBRE - Plata



# ENSAYO DE APTITUD C-2204

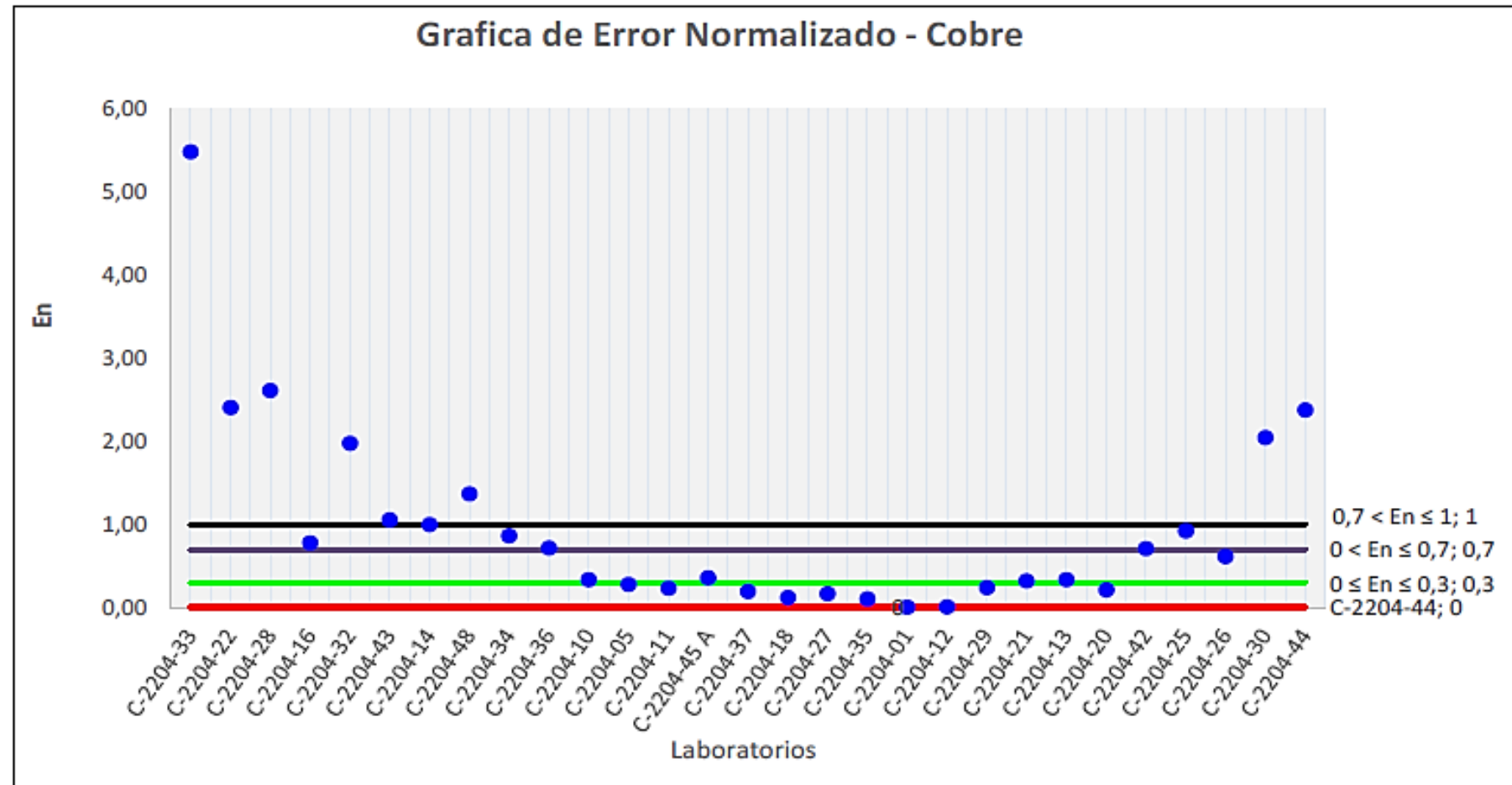
## RESULTADOS CONCENTRADO DE COBRE - Azufre





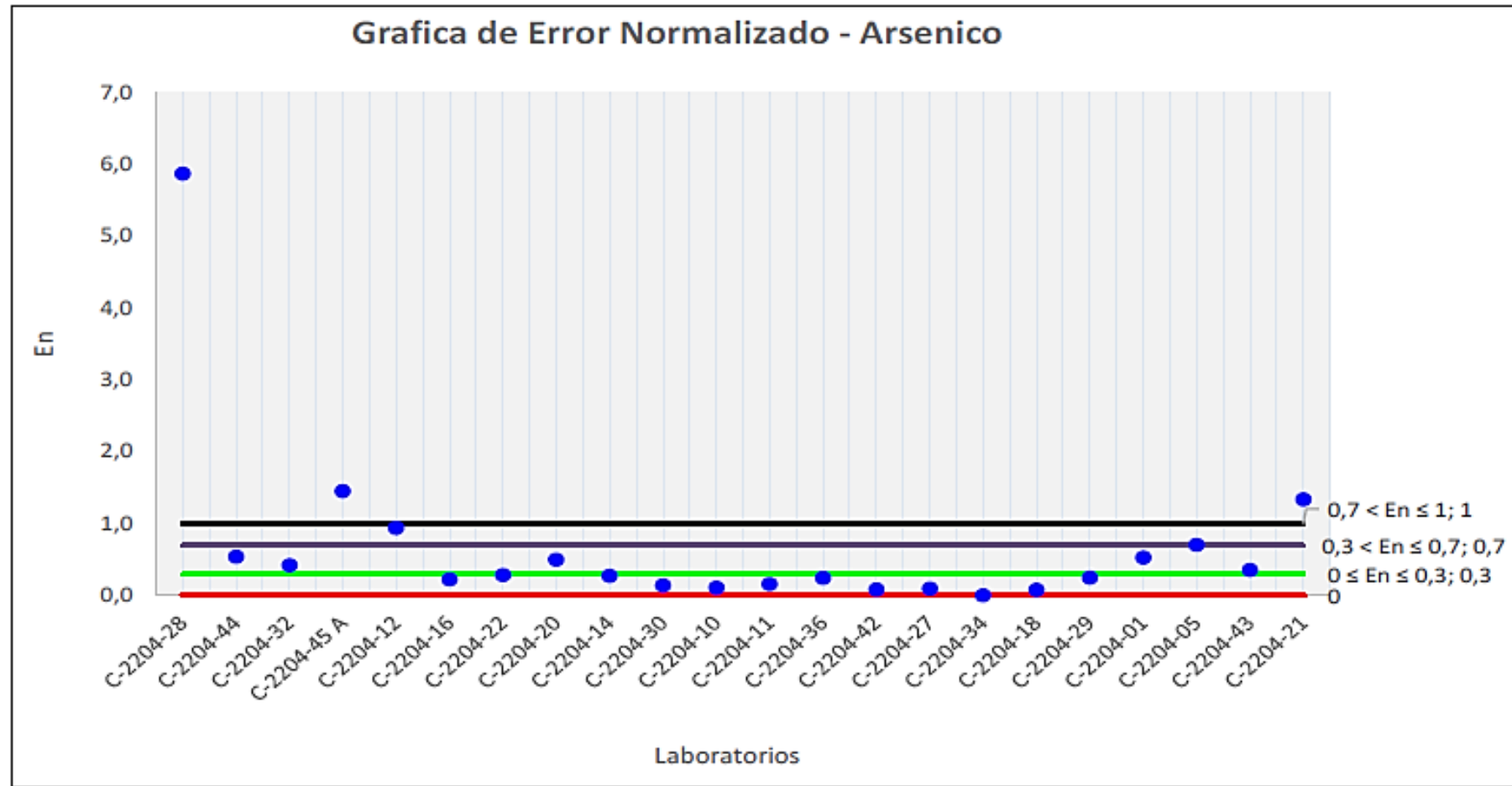
# ENSAYO DE APTITUD C-2204

## Gráfico Desempeño $E_n$



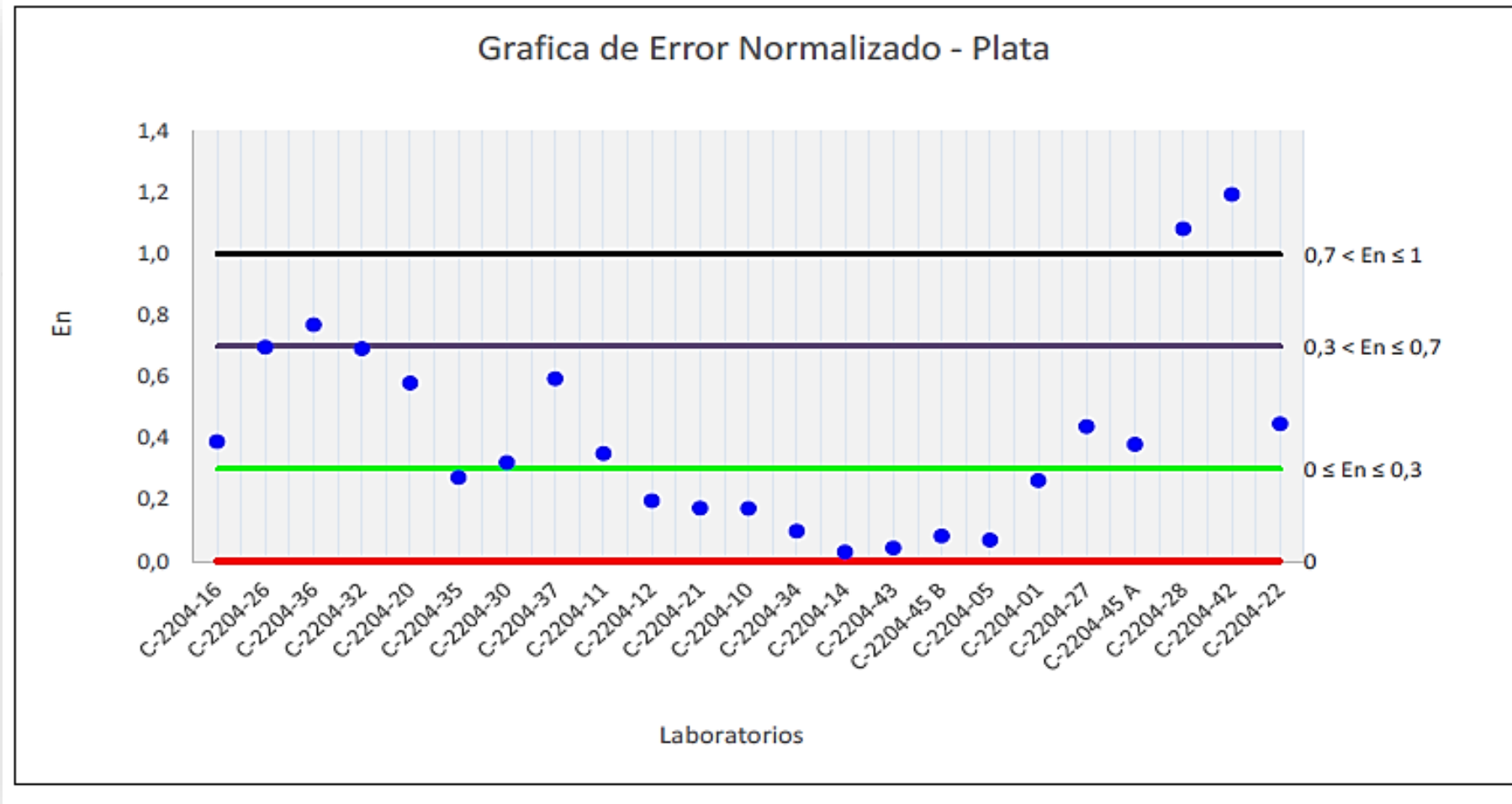
# ENSAYO DE APTITUD C-2204

## Gráfico Desempeño $E_n$



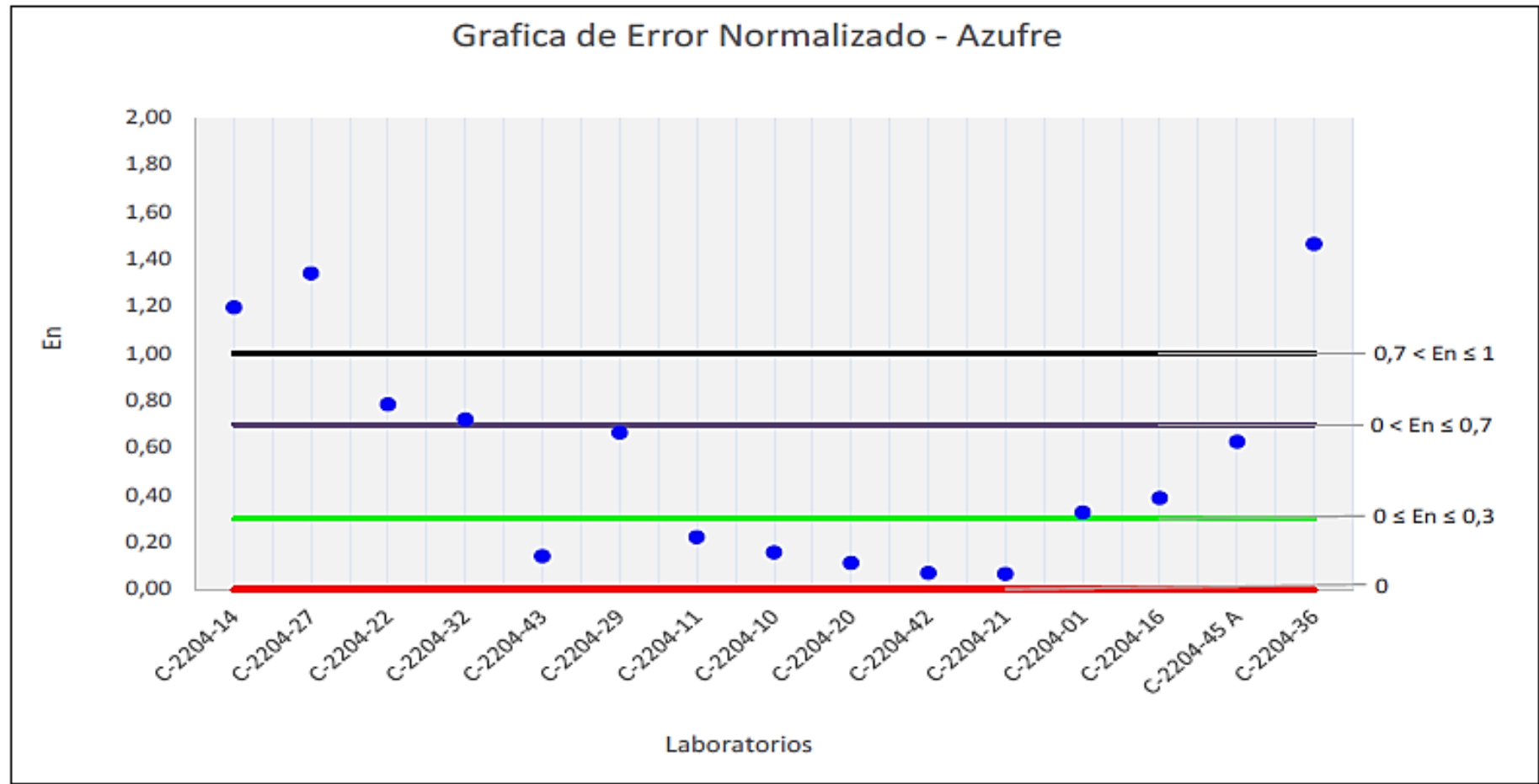
# ENSAYO DE APTITUD C-2204

## Gráfico Desempeño $E_n$



# ENSAYO DE APTITUD C-2204

## Gráfico Desempeño $E_n$



# ENSAYO DE APTITUD C-2204

## Evaluación de Desempeño de participantes

Elemento	% Desempeño Satisfactorio	% Desempeño Insatisfactorio
Cu	72	28
As	86	14
Ag	91	9
S	80	20

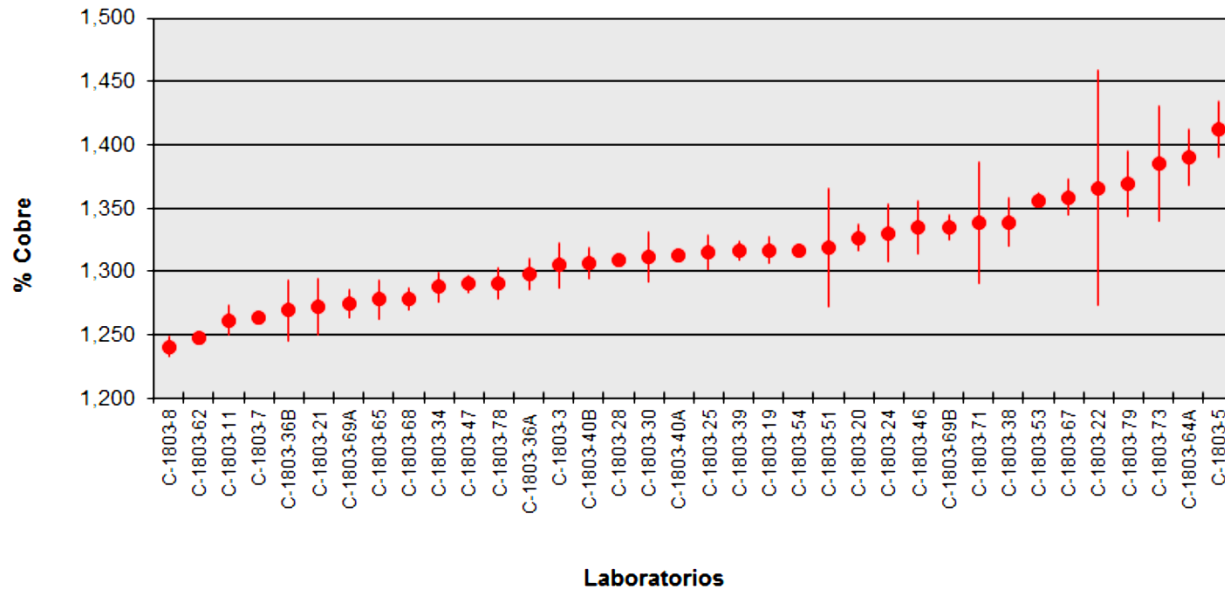


# Propuestas

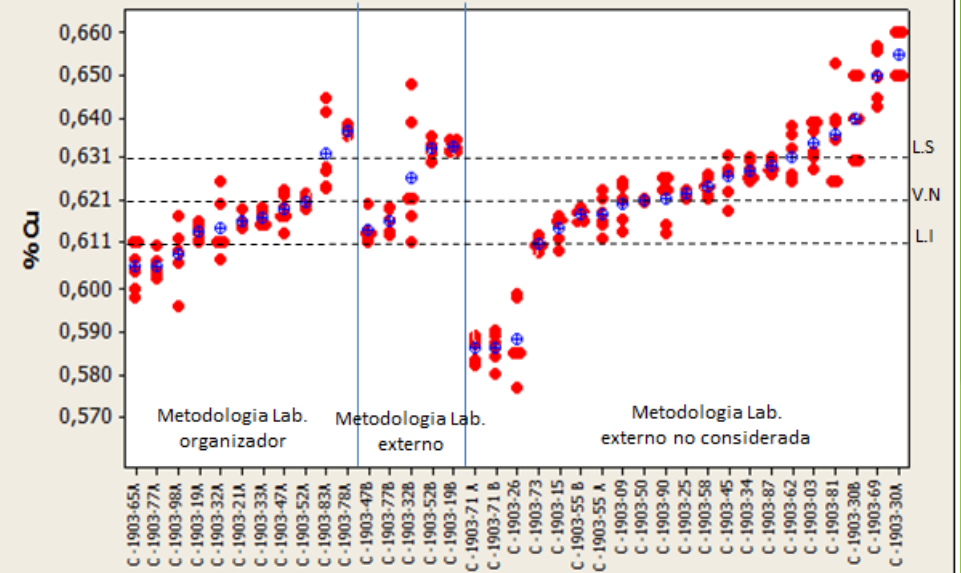
**2.- Estudio de estimación de la Incertidumbre de cada laboratorio participante en los EA en Mineral y Concentrado de cobre, años 2018, 2019, 2020, 2021 y 2022.**

**Año 2018**

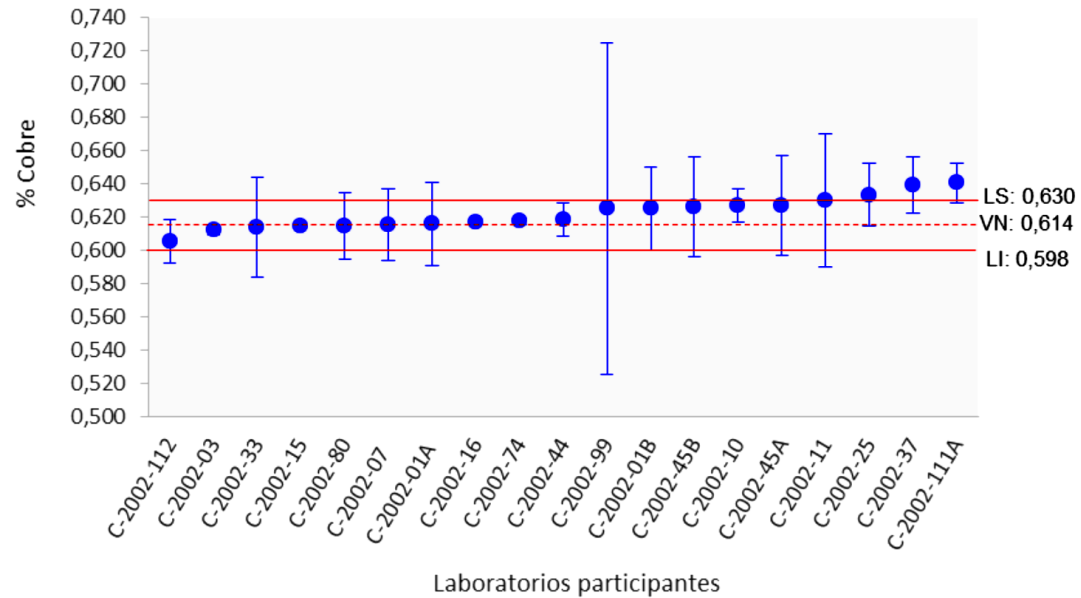
Mineral - Cobre - Medias y dispersión basados en Desv. Estándar



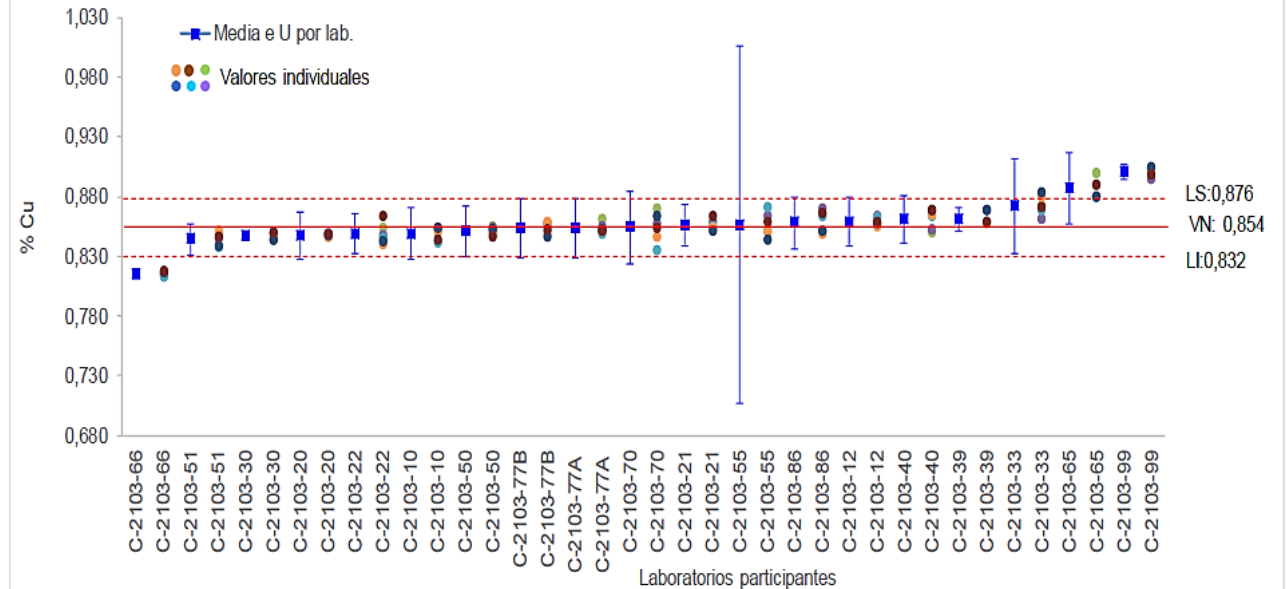
**Año 2019** Gráfica de valores individuales por laboratorio



**Año 2020** Mineral - Cobre - Valor de incertidumbre por laboratorio

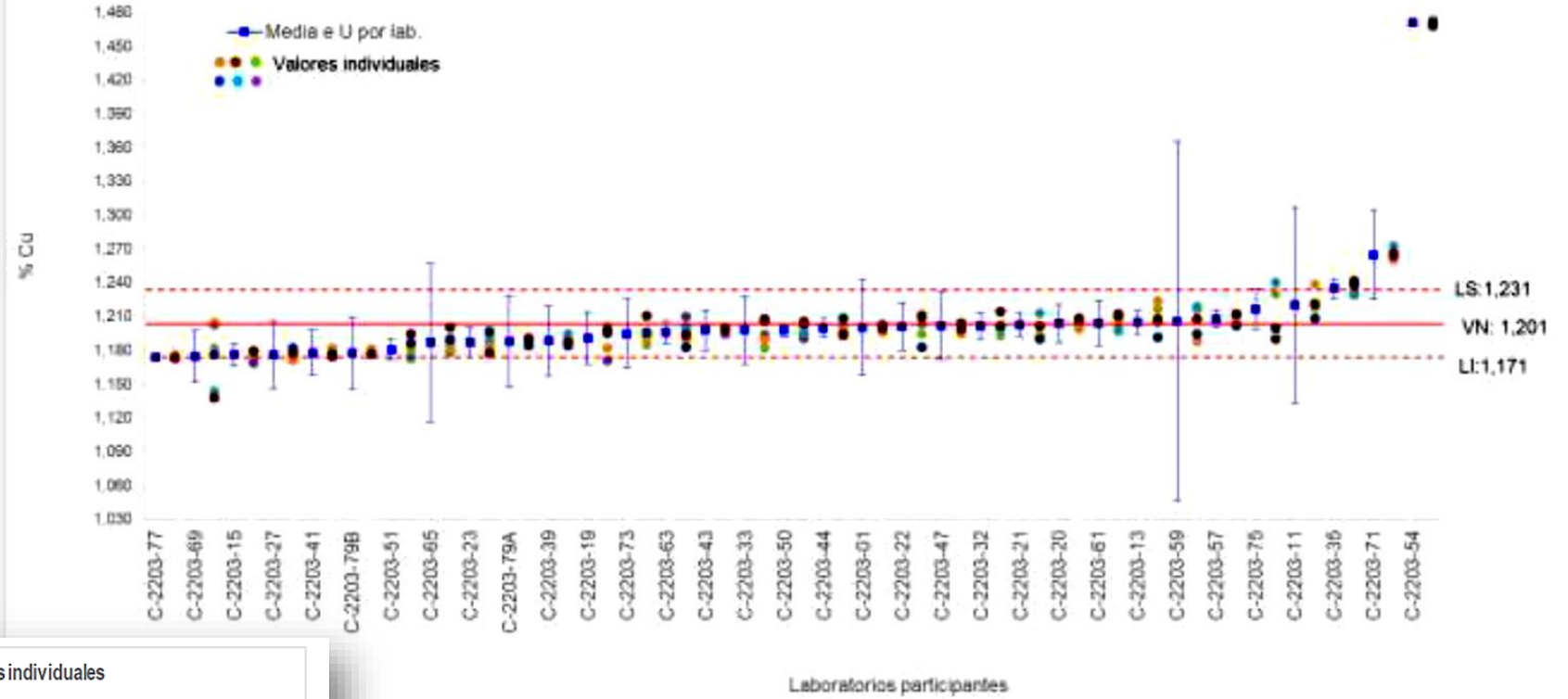


**Año 2021** Mineral - Cobre - Comparación de incertidumbre - Rango - valores individuales



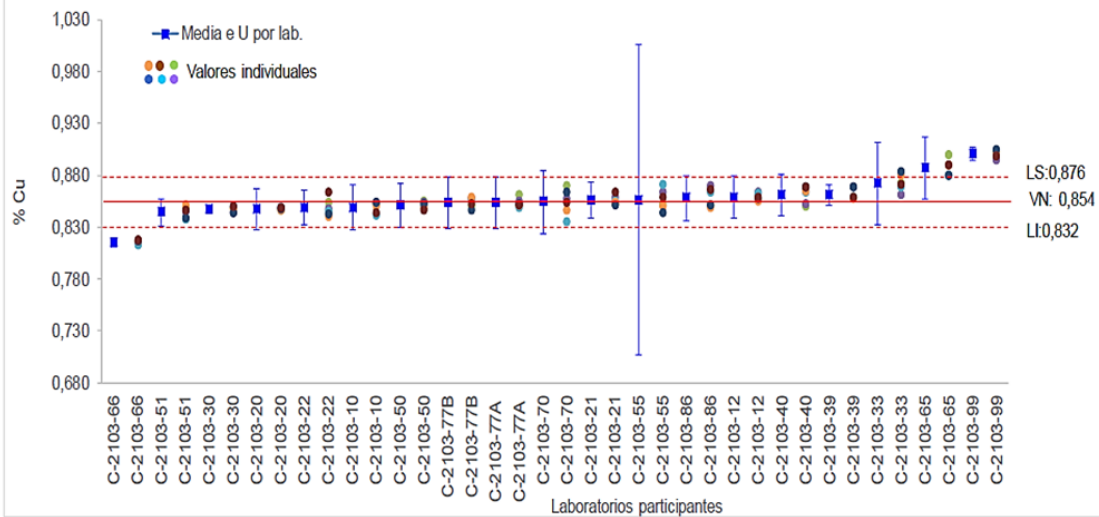
Año 2022

Mineral - Cobre - Comparación de incertidumbre - Rango - valores individuales



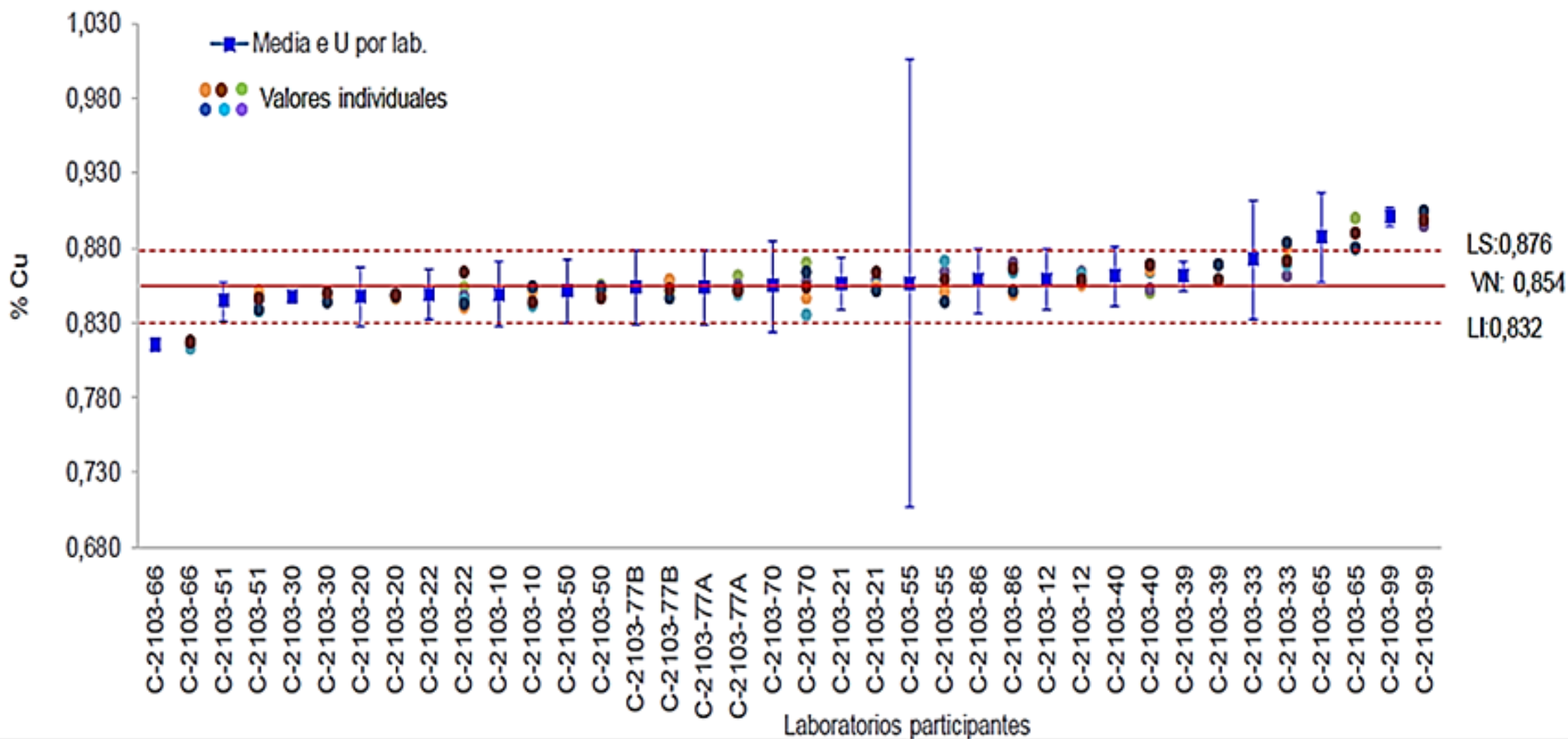
Año 2021

Mineral - Cobre - Comparación de incertidumbre - Rango - valores individuales

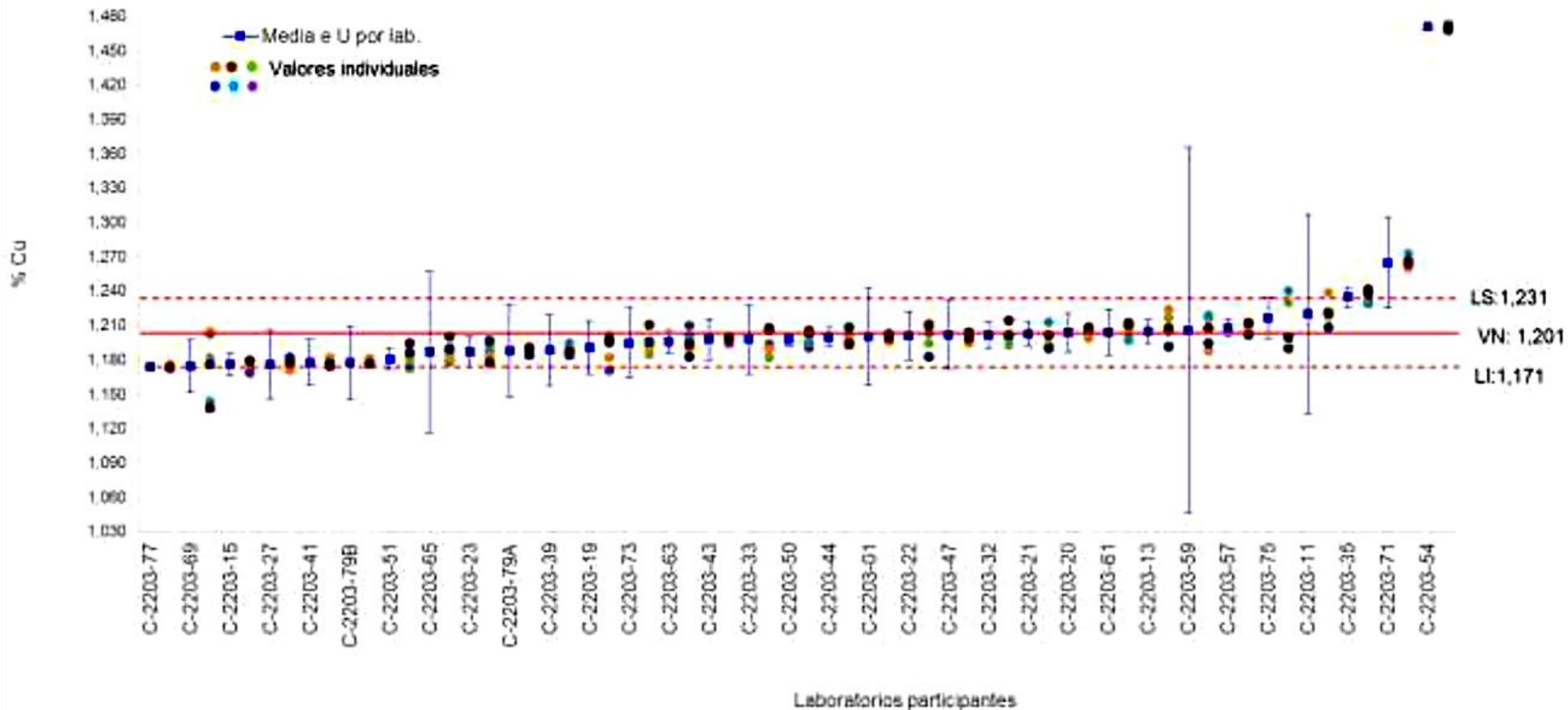




## Mineral - Cobre - Comparación de incertidumbre - Rango - valores individuales

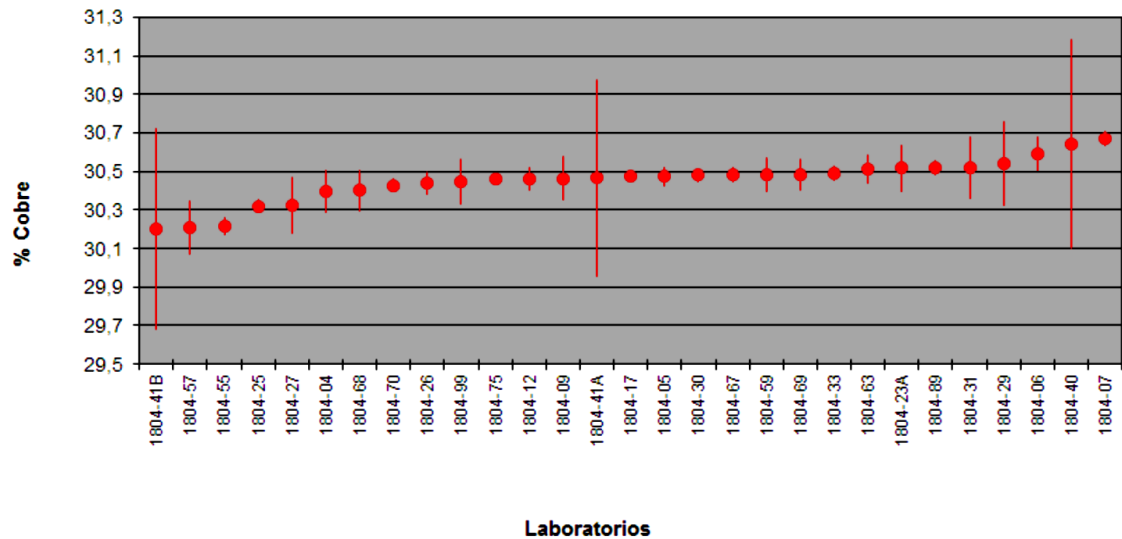


## Mineral - Cobre - Comparación de incertidumbre - Rango - valores individuales



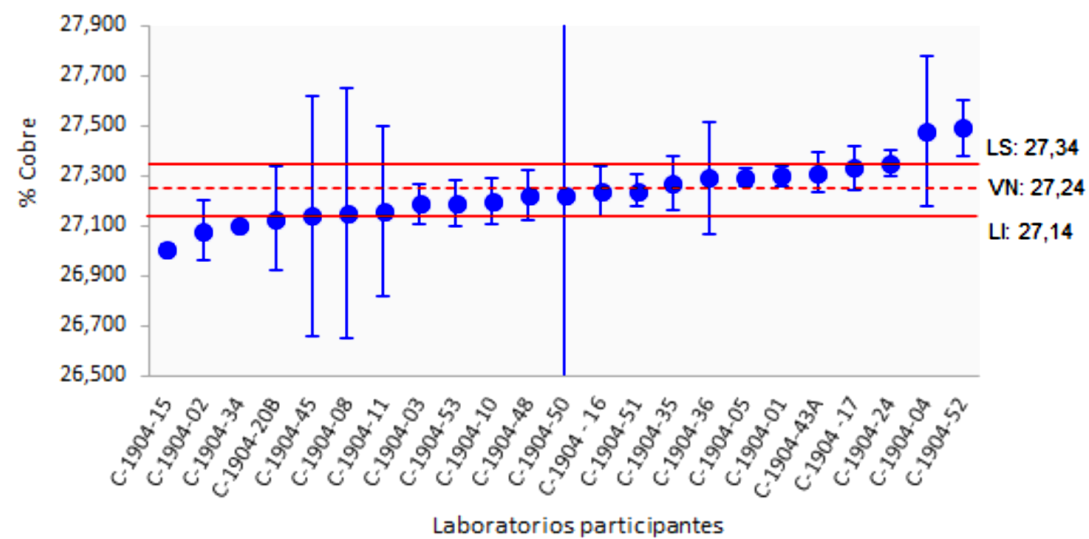
## Año 2018

Concentrado - Cobre - Medias y dispersión basados en Desv. Estándar

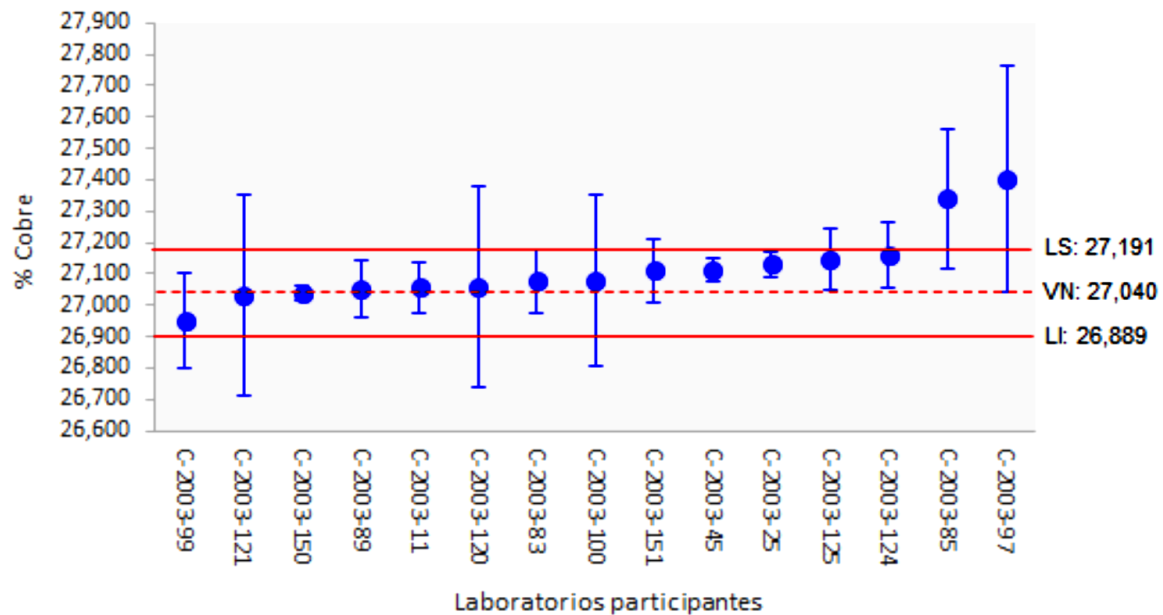


## Año 2019

Concentrado - Cobre - Valor e incertidumbre por laboratorio

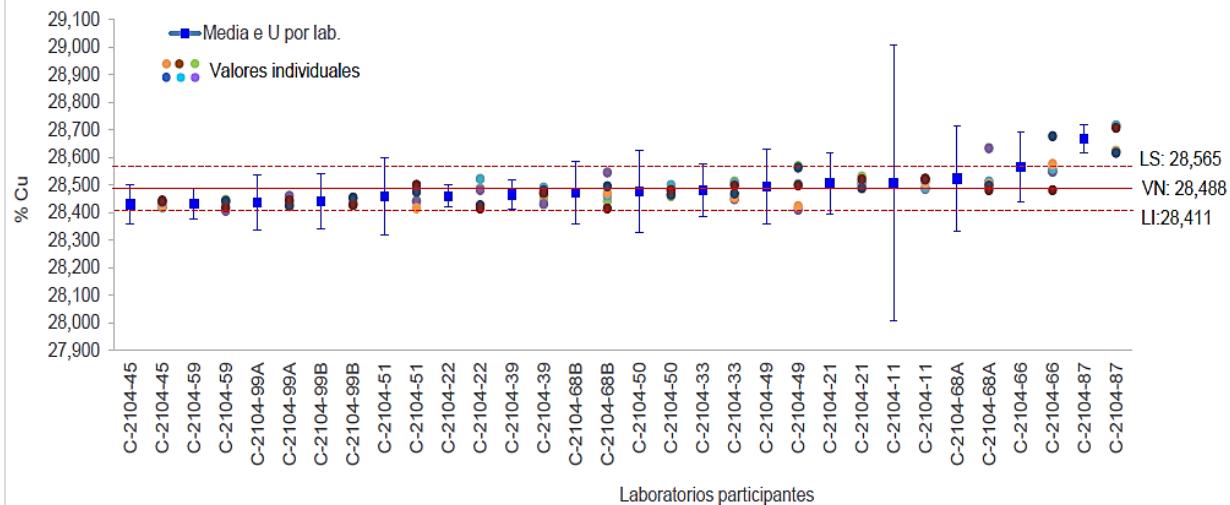


## Año 2020 Concentrado Cu - Cobre - Valor de incertidumbre por laboratorio



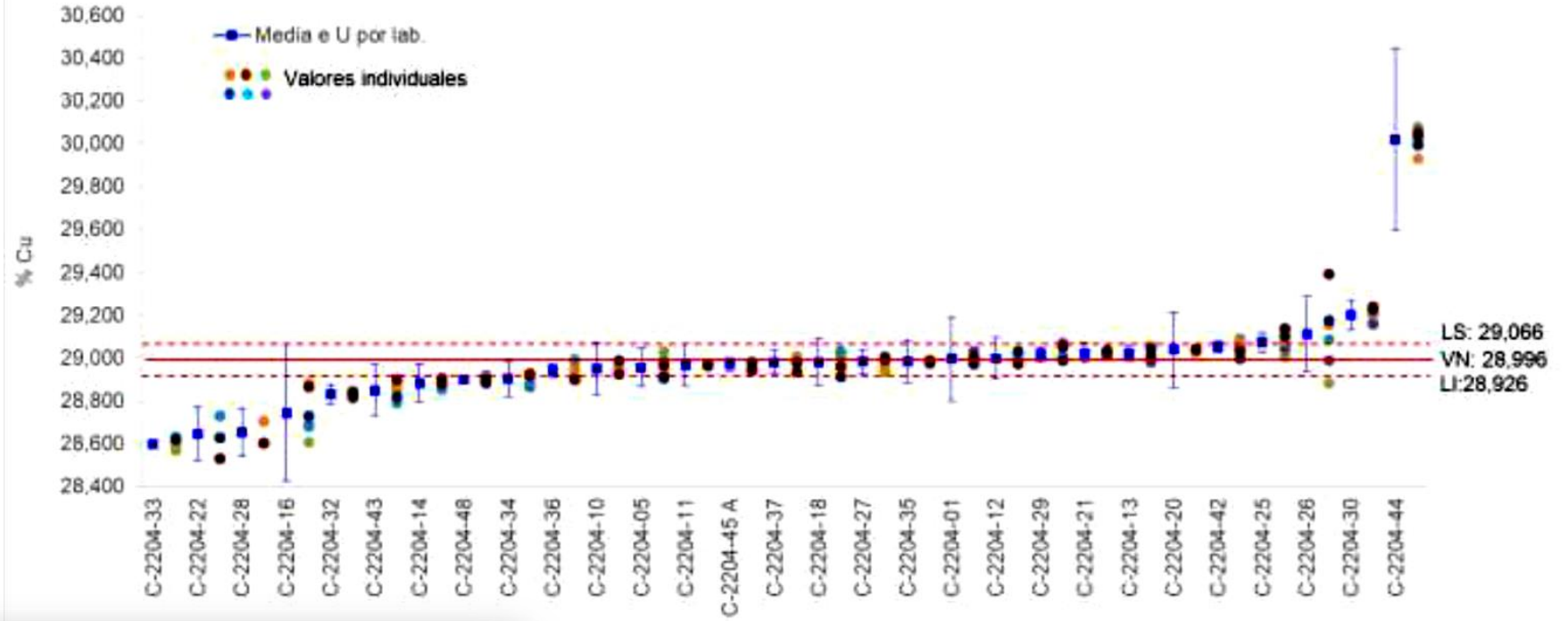
## Año 2021

Conc. Cu - Cobre - Comparación de incertidumbre - Rango - valores individuales



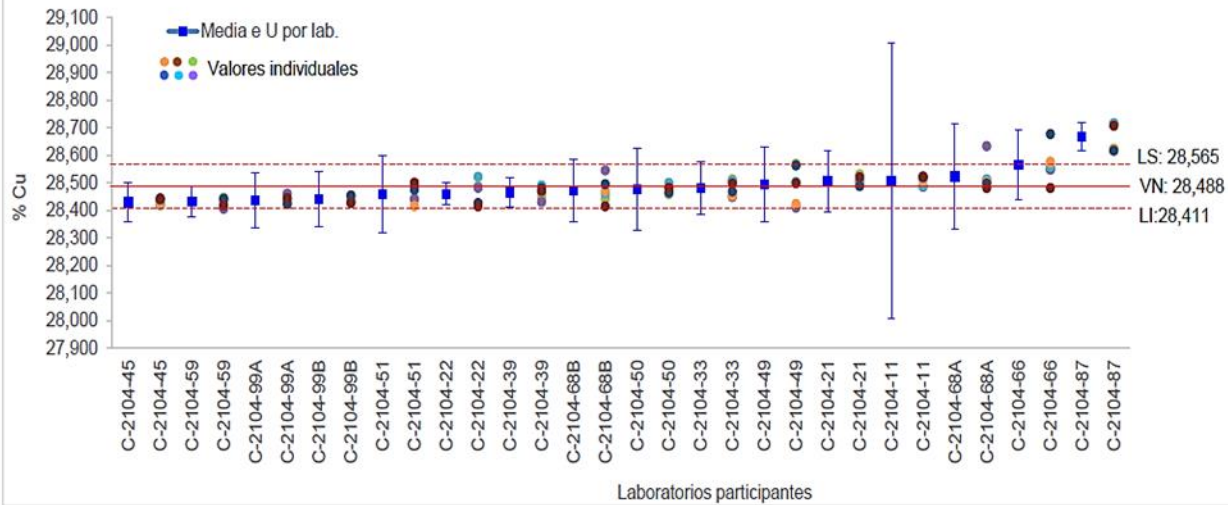
**Año 2022**

**Conc. Cu - Cobre - Comparación de incertidumbre - Rango - valores individuales**



**Año 2021**

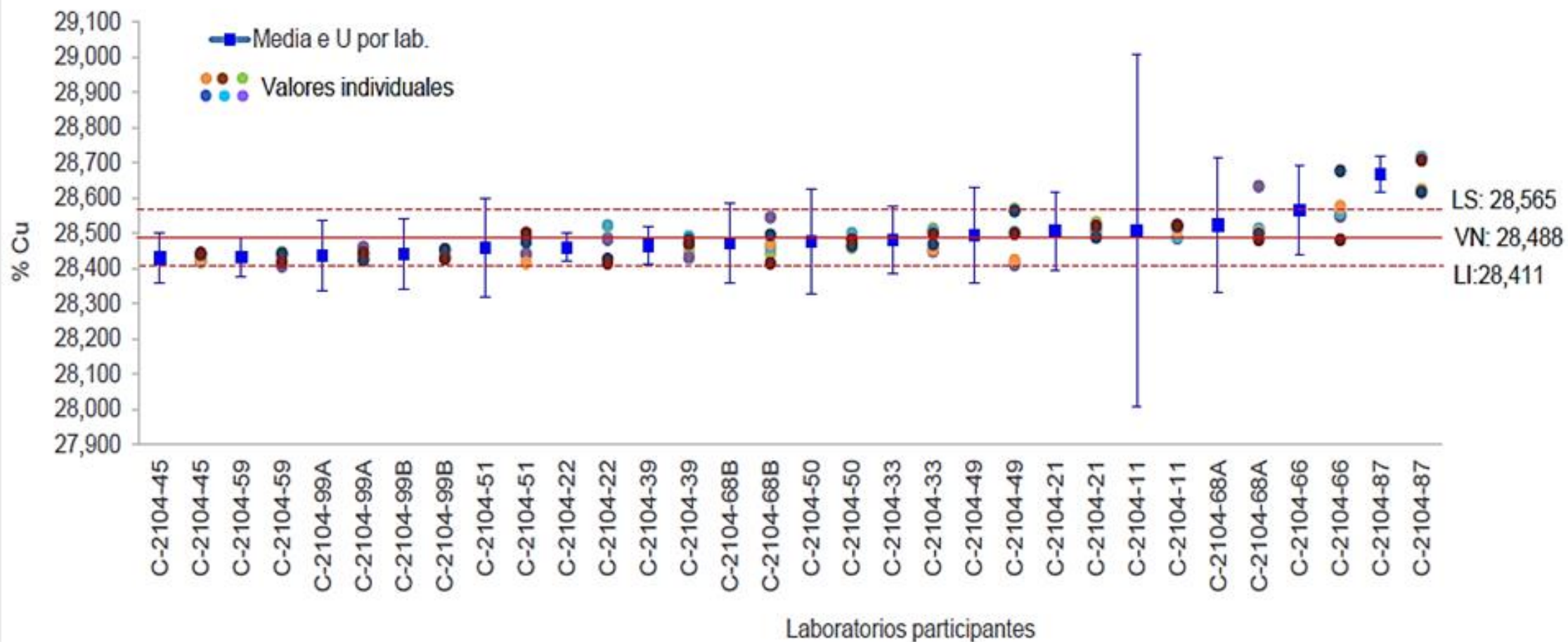
**Conc. Cu - Cobre - Comparación de incertidumbre - Rango - valores individuales**



Laboratorios participantes

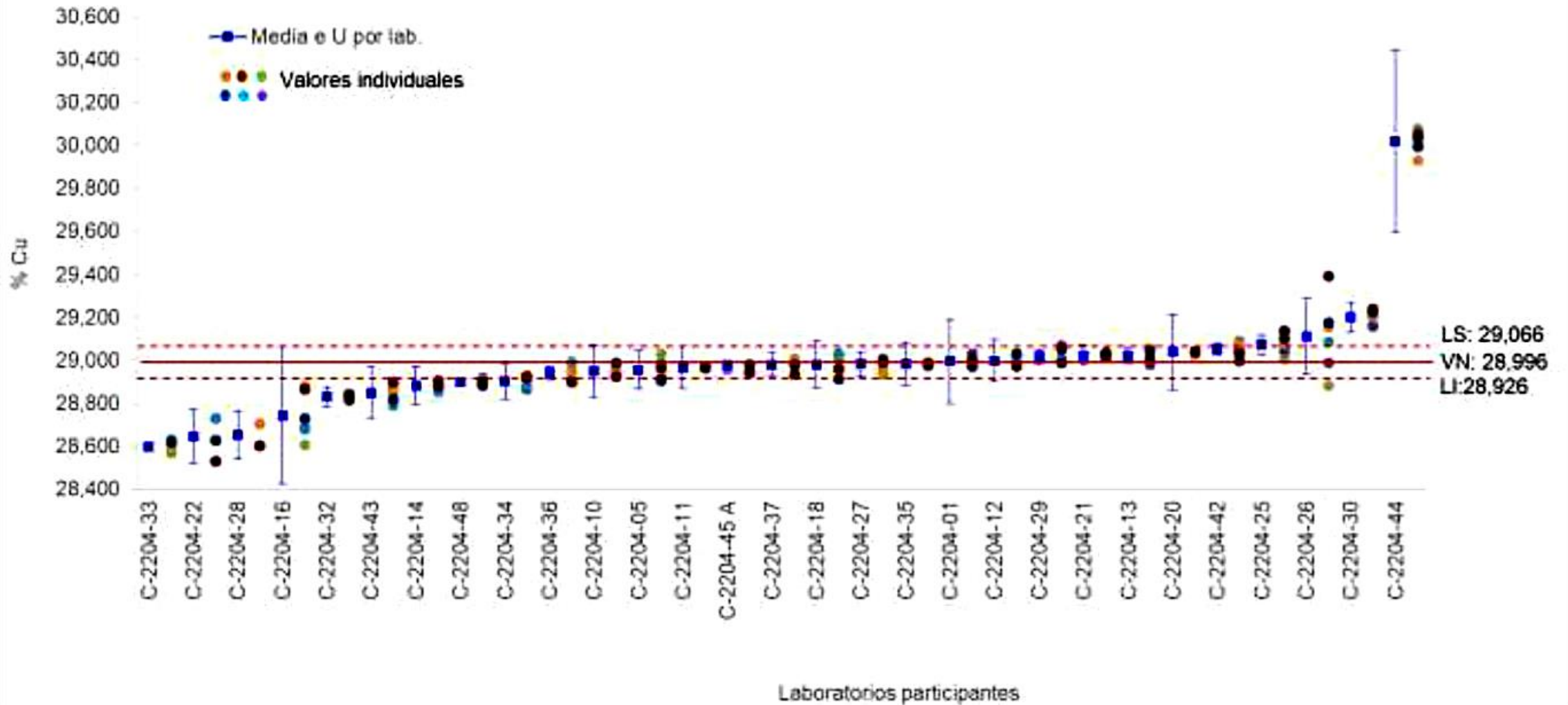
# Año 2021

## Conc. Cu - Cobre - Comparación de incertidumbre - Rango - valores individuales



# Año 2022

## Conc. Cu - Cobre - Comparación de incertidumbre - Rango - valores individuales



# APTITUD INN-DCH N°2303

## MINERAL DE COBRE

Código N°55

Fe %	U exp	As g/ton	U exp	Mo g/ton	U exp
2,634	0,051	471,6	26,4	106,1	13,8

REPLICA	Fe %	As g/ton	Mo g/ton
1	2,680	467,8	100,7
2	2,694	471,7	108,1
3	2,740	469,6	108,3
4	2,620	471,6	104,1
5	2,478	472,5	108,7
6	2,594	476,5	106,9
<b>u(a)</b>	<b>0,038</b>	<b>1,199</b>	<b>1,279</b>
<b>U</b>	<b>0,076</b>	<b>2,4</b>	<b>2,6</b>

Cu %	U exp	Fe %	U exp	Mo g/ton	U exp	As g/ton	U exp
0,684	0,014	2,613	0,083	49,9	2,5	437,2	10,2

REPLICA	Cu %	Fe %	Mo g/ton	As g/ton
1	0,669	2,618	51,4	435,2
2	0,681	2,518	47,0	428,7
3	0,686	2,705	49,0	448,7
4	0,669	2,519	48,5	422,7
5	0,689	2,614	54,2	442,2
6	0,708	2,701	49,3	445,9
<b>u(a)</b>	<b>0,00595</b>	<b>0,03371</b>	<b>1,03742</b>	<b>4,16106</b>
<b>U</b>	<b>0,012</b>	<b>0,067</b>	<b>2,1</b>	<b>8,3</b>

Cu %	U exp	Fe %	U exp	Mo g/ton	U exp	Ag g/ton	U exp
0,702	0,007	2,606	0,051	74,4	5,2	11,1	0,5

REPLICA	Cu %	Fe %	Mo g/ton	Ag g/ton
1	0,702	2,537	76,2	11,5
2	0,691	2,637	78,0	11,2
3	0,708	2,555	68,3	11,3
4	0,712	2,602	73,4	11,6
5	0,700	2,636	80,3	11,0
6	0,700	2,668	70,2	10,2
<b>u(a)</b>	<b>0,0029</b>	<b>0,0209</b>	<b>1,8746</b>	<b>0,2028</b>
<b>U</b>	<b>0,0059</b>	<b>0,042</b>	<b>3,7</b>	<b>0,41</b>

**APTITUD INN-DCH N°2303**  
**MINERAL DE COBRE**

**Código N°35**

<i>Cu %</i>	<i>U exp.</i>	<i>Fe %</i>	<i>U exp.</i>	<i>Mo g/T</i>	<i>U exp.</i>	<i>As g/T</i>	<i>U exp.</i>	<i>Ag g/T</i>	<i>U exp.</i>
0,736	0,041	2,650	0,431	54,3	0,5	447	60	10,5	1,1

	<i>Cu %</i>	<i>Fe %</i>	<i>Mo g/T</i>	<i>As g/T</i>	<i>Ag g/T</i>
<b><i>Mineral de Cobre</i></b>	0,737	2,65	54,1	447	10,3
	0,734	2,63	54,9	452	10,3
	0,735	2,65	54,0	447	10,6
	0,734	2,66	54,3	443	10,4
	0,739	2,65	53,6	442	10,4
	0,737	2,66	54,7	448	10,7
<b><i>u(a)</i></b>	<b>0,000816</b>	<b>0,004472</b>	<b>0,194365</b>	<b>1,477611</b>	<b>0,067082</b>
<b><i>U</i></b>	<b>0,0016</b>	<b>0,0089</b>	<b>0,39</b>	<b>3,0</b>	<b>0,13</b>



**APTITUD INN-DCH N°2303**  
**MINERAL DE COBRE**

**Código N°21**

Muestra	CuAA	U exp	FeAA	U exp	MoAA	U exp	AsAA	U exp	AgAA	U exp
	%		%		g/ton		g/ton		g/ton	
MINERAL Fco N° 12	0,704	0,064	2,684	0,047	56,5	12,4	360,2	18,5	11,4	0,8

Muestra	CuAA	FeAA	MoAA	AsAA	AgAA
	%	%	g/ton	g/ton	g/ton
Mineral Fco N°12	0,703	2,715	57,6	359,3	11,3
	0,701	2,638	55,7	362,8	11,2
	0,702	2,704	56,0	363,4	11,3
	0,702	2,705	59,1	363,9	11,5
	0,702	2,662	56,1	356,4	11,6
	0,711	2,681	54,7	355,6	11,6
<b>u(a)</b>	<b>0,001522</b>	<b>0,012056</b>	<b>0,646934</b>	<b>1,500395</b>	<b>0,065155</b>
<b>U</b>	<b>0,0030</b>	<b>0,024</b>	<b>1,3</b>	<b>3,0</b>	<b>0,13</b>

**APTITUD INN-DCH N°2303**  
**MINERAL DE COBRE**

**Código N°48**

<b>Cu %</b>	<b>U exp</b>	<b>Fe %</b>	<b>U exp</b>	<b>Mo g/t</b>	<b>U exp</b>	<b>As g/t</b>	<b>U exp</b>	<b>Ag g/t</b>	<b>U exp</b>
0,715	0,030	2,629	0,300	56,3	30,0	411,3	50,0	13,0	4,0

<b>Replica</b>	<b>% Cu</b>	<b>%Fe</b>	<b>As ppm</b>	<b>Ag ppm</b>	<b>Mo ppm</b>
<b>1</b>	0,727	2,664	403,3	14,5	63,8
<b>2</b>	0,721	2,629	412,1	13,2	64,0
<b>3</b>	0,707	2,642	413,6	12,9	59,0
<b>4</b>	0,710	2,571	412,8	12,5	62,6
<b>5</b>	0,709	2,667	415,5	12,0	60,3
<b>6</b>	0,714	2,598	410,6	12,7	58,1
<b>u(a)</b>	<b>0,003190</b>	<b>0,015450</b>	<b>1,735015</b>	<b>0,348010</b>	<b>1,028915</b>
<b>U</b>	<b>0,0064</b>	<b>0,031</b>	<b>3,5</b>	<b>0,70</b>	<b>2,1</b>

# Propuestas

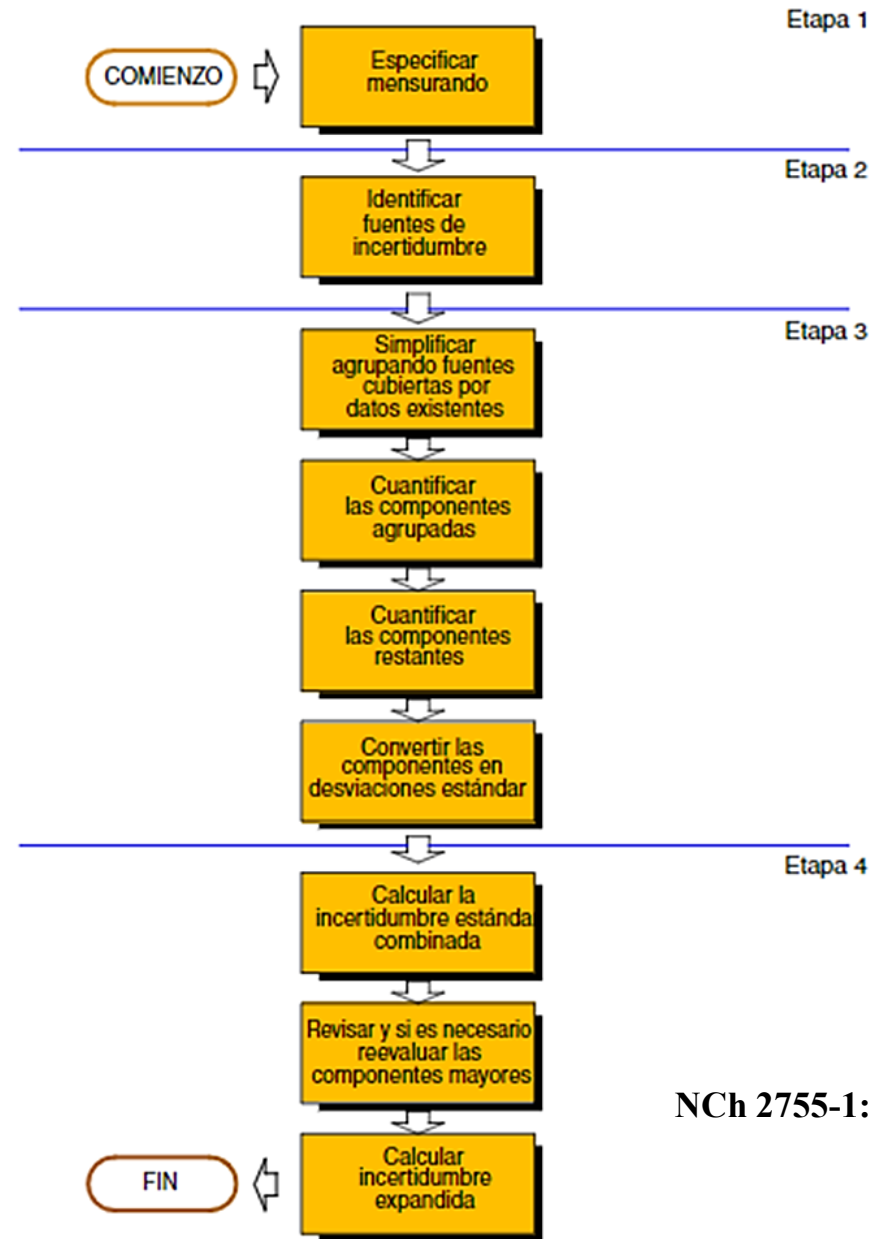
**3.- Taller final práctico de estimación de la Incertidumbre analítica, específico para los participantes de los EA en Mineral y Concentrado de cobre.**



**De confusión a certidumbre**

# Estimación de la Incertidumbre

Proceso de estimación de la incertidumbre de la medición



# Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y Convertir

## Evaluación Incertidumbre estándar $u(x_i)$ Tipo A

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

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

### Repetibilidad

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

# Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y Convertir

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

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

# Estimación de la Incertidumbre

## ¿ Cuantas veces debemos repetir la medición ?

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

**El grado de conocimiento es 24%**

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

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

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

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

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

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

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

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

ISO/IEC Guide 98-3:2008



# Estimación de la Incertidumbre

**Consultar las siguientes normas:**

## **ISO 21748: 2017**

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

## **ISO 5725-2: 2019**

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

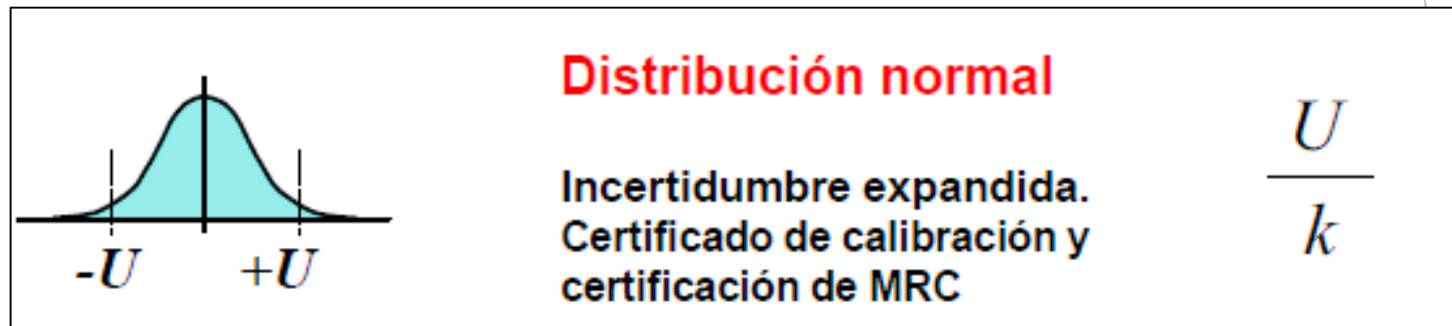
## **ISO / TS 21749: 2005**

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

# Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y Convertir

*Evaluación Incertidumbre estándar  $u(x_i)$  Tipo B*

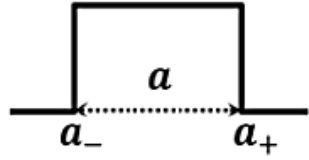
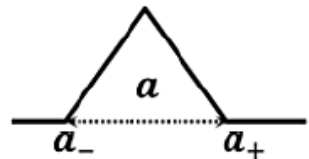


**Materiales de referencia certificados de matrices muy similares**

# Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y Convertir

## Evaluación Incertidumbre estándar $u(x_i)$ Tipo B

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

# Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y  
Convertir

***Incertidumbre estándar combinada  $u_c(y)$***

**Variables independientes**

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

**Variables NO independientes**

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

Ing. Q. William Gün

# Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y  
Convertir

## *Incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$*

### Regla 1

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

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

### Regla 2

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

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

NCh 2755-1:2019

# Estimación de la Incertidumbre

**Variables independientes**

*Incertidumbre estándar combinada  $u_c(y)$*

**Calcular o estimar el coeficiente de sensibilidad  $c_i$  de cada fuente**

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

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

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

**NCh 2755-1:2019**

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

# Estimación de la Incertidumbre

Variables independientes

Calcular o estimar el coeficiente de sensibilidad  $c_i$  de cada fuente

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

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

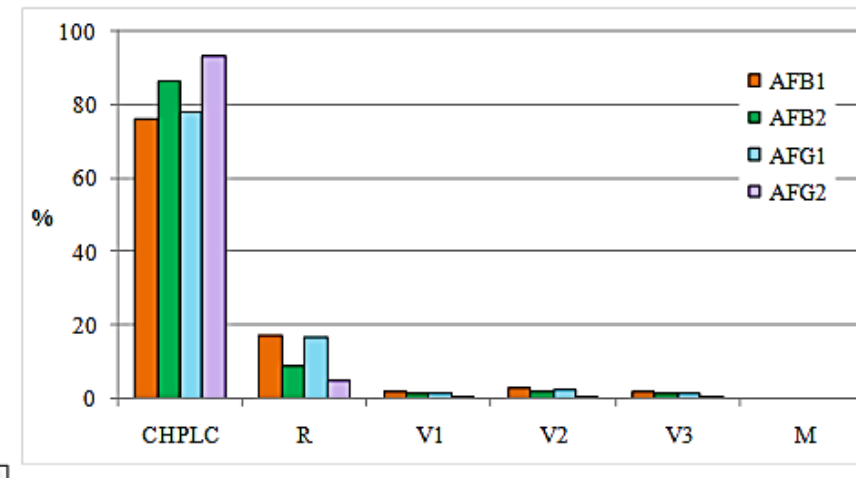
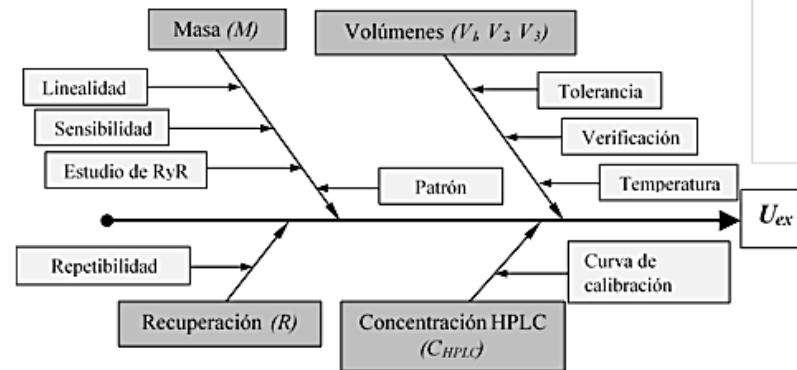
Variable	Ecuación correspondiente
M	$c_M = \frac{\partial C_x}{\partial M} = \frac{C_{\text{HPLC}} \cdot V_1 \cdot V_2}{V_3 \cdot M^2} \cdot \frac{1}{R}$
$V_1$	$c_{V1} = \frac{\partial C_x}{\partial V_1} = \frac{C_{\text{HPLC}} \cdot V_2}{V_3 \cdot M} \cdot \frac{1}{R}$
$V_2$	$c_{V2} = \frac{\partial C_x}{\partial V_2} = \frac{C_{\text{HPLC}} \cdot V_1}{V_3 \cdot M} \cdot \frac{1}{R}$
$V_3$	$c_{V3} = \frac{\partial C_x}{\partial V_3} = \frac{C_{\text{HPLC}} \cdot V_1 \cdot V_2}{V_3^2 \cdot M} \cdot \frac{1}{R}$
R	$c_R = \frac{\partial C_x}{\partial R} = \frac{C_{\text{HPLC}} \cdot V_1 \cdot V_2}{V_3 \cdot M} \cdot \frac{1}{R^2}$
$C_{\text{HPLC}}$	$c_{C_{\text{HPLC}}} = \frac{\partial C_x}{\partial C_{\text{HPLC}}} = \frac{V_1 \cdot V_2}{V_3 \cdot M} \cdot \frac{1}{R}$

# Estimación de la Incertidumbre

Variables independientes

Calcular o estimar el coeficiente de sensibilidad  $c_i$  de cada fuente

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



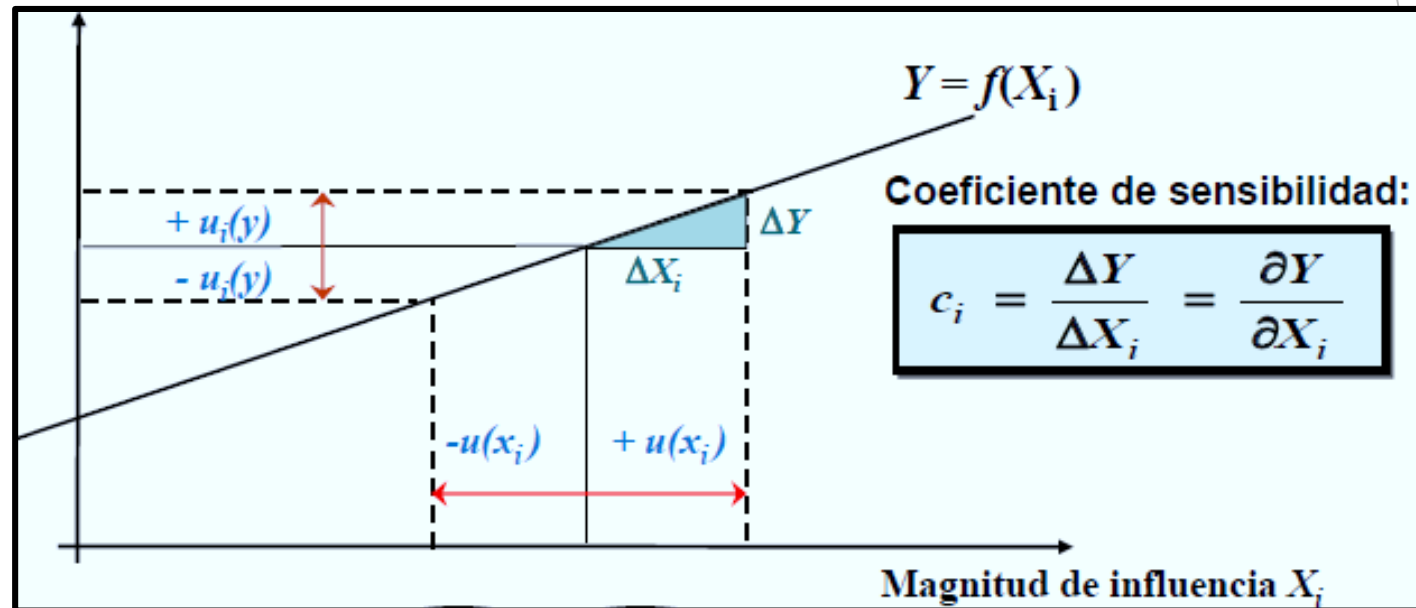
<http://dx.doi.org/10.14483/22487638.12896>



# Estimación de la Incertidumbre

Variables independientes

Calcular o estimar el coeficiente de sensibilidad  $c_i$  de cada fuente



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

# Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y  
Convertir

*Incertidumbre Expandida  $U(y)$*

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

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

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

NCh 2755-1:2019

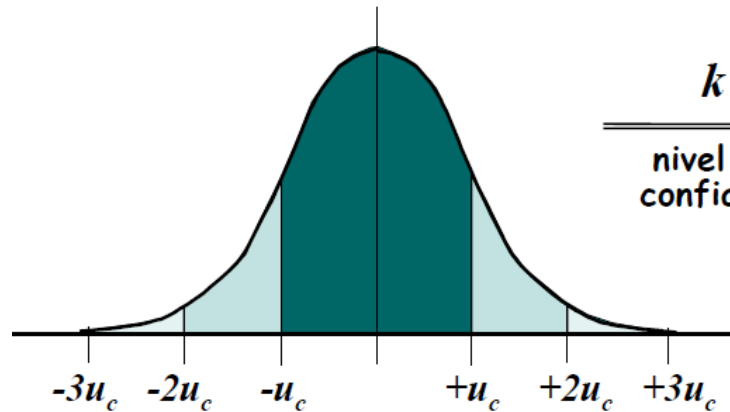
# Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y  
Convertir

## Incertidumbre Expandida $U(y)$

Incertidumbre Expandida:

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



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

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

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

# Estimación de la Incertidumbre

## Incertidumbre Expandida $U(y)$

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

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

$$v = n - 1$$

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

# Estimación de la Incertidumbre

*Informando la incertidumbre expandida  $U(y)$*

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

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

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

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

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

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

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

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

# Estimación de la Incertidumbre

## *Informe de la incertidumbre*

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

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

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

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

Una nota relativa a la distribución de probabilidad del mensurando.

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

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

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

# Estimación de la Incertidumbre

## Informe de la incertidumbre

### Descripción del Mensurando

Modelo matemático de la medición

### Descripción de la parte experimental / de Fuentes de incertidumbres significativas

Tabla con los componentes de incertidumbre

### Nota relativa a la distribución de probabilidad del mensurando

Reporte del mensurando y la incertidumbre asociada

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

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

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

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

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



magnitud	v	unidades	u	u/v	
$\gamma(x-B)$	1.67	mg/L	0.017500	0.0105	
m	0.0005	kg	0.000000	0.0001	
Volumen	0.100	L	0.000025	0.0002	
concentración de masa	333.98	mg/Kg	3.5	0.0105	k = 2

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

U =	333.98 ± 7	mg/Kg.
Urel =	2	%

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

# Estimación de la Incertidumbre



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

*(Fundamentos básicos a considerar)*



# **FACTORES IMPORTANTES A CONSIDERAR**



# Estimación de la Incertidumbre

Simplificar, Cuantificar y Convertir

## *Incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$*

Regla 1

Modelo Matemático:  $y = p + q - r - s + t$

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

Valores:

$$p = 6.30 ; u(p) = 0.21$$

$$q = 5.251 ; u(q) = 0.022$$

$$r = 8.130\ 0 ; u(r) = 0.002\ 3$$

$$s = 7.1 ; u(s) = 1.3$$

$$t = 101 ; u(t) = 11$$

$$u_c(y(p, q, r, s, t)) = 11$$

$$= 11.078\ 5$$

Simplificar, Cuantificar y  
Convertir

## *Incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$*

Regla 2

Modelo Matemático:  $y = p \times q \times r \times s \times t$

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

Valores:

$$p = 6.30 ; u(p) = 0.21$$

$$q = 5.251 ; u(q) = 0.022$$

$$r = 8.130 0 ; u(r) = 0.002 3$$

$$s = 7.1 ; u(s) = 1.3$$

$$t = 101 ; u(t) = 11$$

$$u_c(y) = 41 596$$

$$= 41 595.975 5$$

Simplificar, Cuantificar y Convertir

## *Incertidumbre Expandida $U(y)$*

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

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

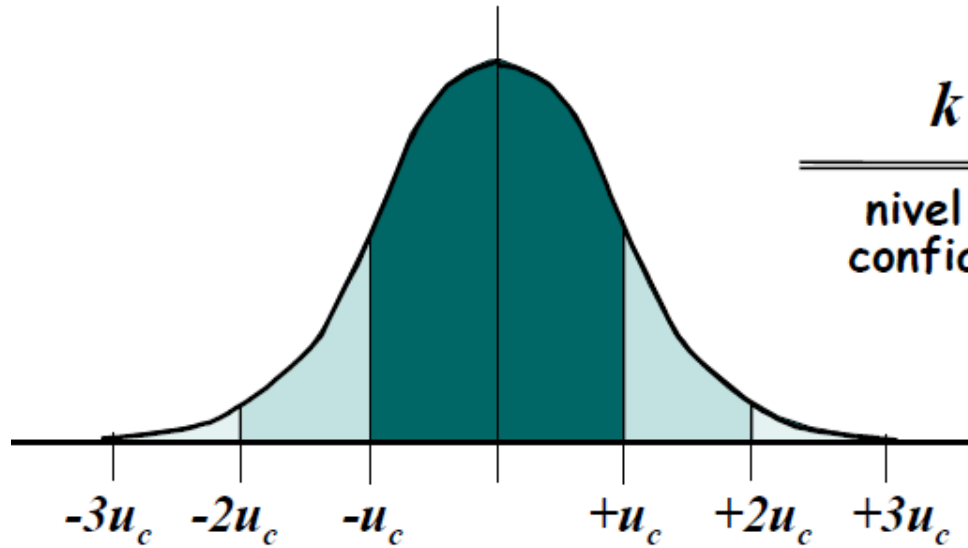
*en que la incertidumbre informada es [una incertidumbre expandida como se define en NCh2450] calculada usando un factor de cobertura de 2, [el cual proporciona un nivel de confianza del 95% aproximadamente].*

Simplificar, Cuantificar y  
Convertir

### *Incertidumbre Expandida $U(y)$*

Incertidumbre Expandida:

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



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

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

*Incertidumbre Expandida  $U(y)$*

$U(y) = u_c(y) \cdot k$  ← ¿Cómo elegir a  $K$  ?

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

$$v = n - 1$$

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

*Incertidumbre Expandida  $U(y)$*

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

$\nu$	0,6	0,75	0,9	0,95	0,975	0,99	0,995	0,9975	0,999	0,9995
1	0,325	1,000	3,078	6,314	12,706	31,821	63,656	127,321	318,289	636,578
2	0,289	0,816	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925	14,089	22,328	31,600
3	0,277	0,765	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841	7,453	10,214	12,924
4	0,271	0,741	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604	5,598	7,173	8,610
5	0,267	0,727	1,476	2,015	2,571	3,365	4,045	4,755	5,893	7,007
6	0,265	0,718	1,440	1,943	2,447	3,143	3,745	4,352	5,208	6,163
7	0,263	0,711	1,415	1,895	2,365	2,998	3,540	4,089	4,808	5,594
30	0,256	0,683	1,310	1,697	2,042	2,457	2,798	3,099	3,363	3,593
40	0,255	0,681	1,303	1,684	2,021	2,423	2,753	3,044	3,297	3,527
60	0,254	0,679	1,296	1,671	2,000	2,389	2,710	2,991	3,233	3,473
120	0,254	0,677	1,289	1,658	1,980	2,358	2,617	2,860	3,160	3,373
$\infty$	0,253	0,674	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576	2,807	3,090	3,290

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



***Informando la incertidumbre expandida  $U(y)$*** 

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

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

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

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

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

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

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

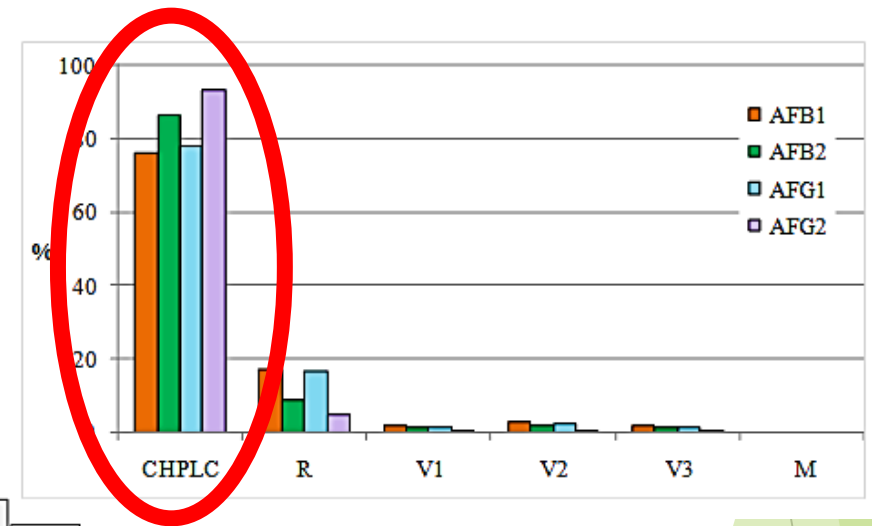
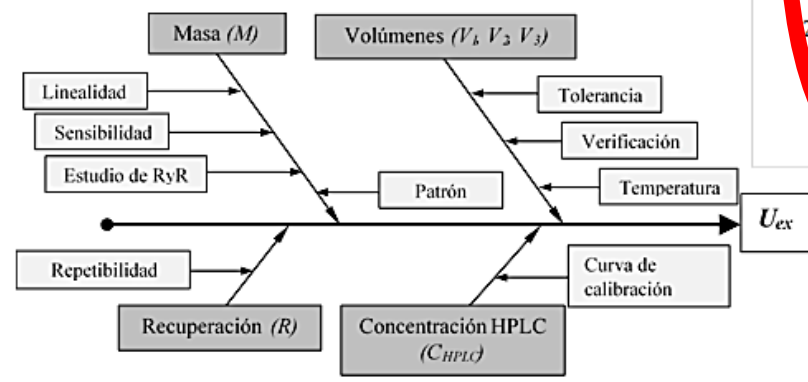


# Estimación de la Incertidumbre

Variables independientes

Calcular o estimar el coeficiente de sensibilidad  $c_i$  de cada fuente

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



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

# Propuestas y Consenso 2023



# Propuestas

Enero - Diciembre, Año 2024

- 1.- Disminuir los tiempos de entrega de los informes RI y EA**
- 2.- Aumentar la cantidad de muestra, revisar cuando esté involucrado el elemento Ag**
- 3.- Ampliar los EA para Concentrado y mineral de Molibdeno**
- 4- Incorporar la técnica ICP-OES en la evaluación de los EA**

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

# Consenso

**Gracias por  
su Atención !**