

**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**  
**ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**“VALIDACIÓN DEL METODO POR FIRE ASSAY PARA  
DETERMINACIÓN DE Au y Ag EN MUESTRAS  
PROCEDENTES DE MINA”**

**INFORME**

**PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE  
INGENIERO QUÍMICO**

**PRESENTADO POR**

**VENTE ORTEGA ALBERTO GUILLERMO**

**ASESOR**

**ING° JULIO CÉSAR CALDERÓN CRUZ**

**CALLAO – DICIEMBRE – 2016**

**PERÚ**

## **PROLOGO DEL JURADO**

El presente informe fue expuesto por el Bachiller **ALBERTO GUILLERMO VENTE ORTEGA**, ante el jurado conformado por los siguientes Docentes Ordinarios:

<b>Ing. RODRIGUEZ TARANCO OSCAR JUAN</b>	<b>Presidente</b>
<b>Ing. MEDINA COLLANA JUAN TAUMATURGO</b>	<b>Secretario</b>
<b>Ing. AVELINO CARHUARICRA CARMEN GILDA</b>	<b>Vocal</b>
<b>Ing. SANCHEZ HERRERA SONIA ELZIABETH</b>	<b>Suplente</b>
<b>Ing. CARLDERON CRUZ JULIO CESAR</b>	<b>Asesor</b>

Tal como está asentado en el libro de actas de exposición de informe libro 2 folio 14 acta N° 209 para la obtención del título profesional de ingeniero químico por exposición de informe por experiencia laboral. De acuerdo a lo normado por el Reglamento de Grados y Títulos aprobado por Resolución n° 082-2011-CU de fecha de 29 abril de 2011, modificado con Resolución N°221-2012-CU DE fecha 19 de setiembre de 2012.

## **DEDICATORIA**

A mis queridos padres por sus consejos  
Cariño, comprensión y esfuerzo por cumplir  
mis metas profesionalmente, inculcándome  
buenos valores.

Alberto y Elena

A mi amada esposa e hijos que me  
dieron su amor conyugal y familiar  
siendo ellos mi motor y motivo para  
salir adelante y llegar a Dios con la  
sencillez y honestidad.

Mary, Brayan y Gianmarco

## **AGRADECIMIENTOS**

Mediante la presente expresar mi agradecimiento a la unidad minera Arcata asociado a la compañía minera Hochschild y a la gerencia corporativa por motivar, apoyar, confiar e implementar el sistema de Gestión de calidad bajo la Norma ISO/IEC 17025 en el Laboratorio Químico con la adquisición de la acreditación del Stándar Council of Canada en los siguientes métodos:

- Determinación de Au y Ag por Fire Assay y Finalización por AAS o Gravimétrico
- Determinación de Ag por Absorción Atómica (AAS).

Sin ello no hubiera sido posible el desarrollo del presente trabajo de tesis que contó con el apoyo de todo el personal de laboratorio quienes con trabajo, esfuerzo y dedicación día y noche logramos poner bien en alto el nombre de la compañía siendo los pioneros a nivel de laboratorios de mina en acreditarnos con dicha norma.

La validación se desarrolló con previa capacitación, lectura bibliográfica y desarrollo de pruebas en diferentes turnos y con diferentes guardias, determinándose la Veracidad y precisión de los métodos.

# ÍNDICE

	Pag
I. INTRODUCCIÓN	01
II RESEÑA DE LA EMPRESA	04
2.1 UBICACIÓN	05
2.2 MINERALOGÍA	07
III OBJETIVOS	12
3.1 OBJETIVO GENERAL	12
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	12
IV RESUMEN	13
V FUNDAMENTOS TEÓRICOS	17
6.1 TECNICAS ESTADISTICAS APLICADOS EN LOS LABORATORIOS DE ENSAYO	17
6.1.1 QUIMIOMETRIA	18
6.1.2 ESTADISTICA	19
6.1.3 DEFINICIONES ESTADÍSTICAS	19
6.1.4 PRUEBA DE MANDEL (h y k)	23
6.1.5 PRUEBA DE COCHRAN Y GRUBBS	26
6.1.6 PRUEBA DE NORMALIDAD DE ANDERSON – DARLING	29
6.1.7 PRUEBA DE T – STUDENT DE UNA MUESTRA	30
6.1.8 PRUEBA DE WILCOXON	31
6.1.9 PRUEBA DE MANN WHITNEY	32
6.1.10 PRUEBA DE MANN WHITNEY	33
6.1.11 MÉTODO DE PRUEBA RDS HORWITZ	34
6.1.12 MÉTODO DE PRUEBA F	35
6.1.13 MÉTODO DE PRUEBA F	36
6.1.14 PRUEBA DE VEROSIMILITUD (G TEST)	37
6.1.15 PRUEBA DE MC – NEMAR	38
6.1.16 ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA)	40
6.1.17 REGRESION LINEAL SIMPLE	42
6.2 VALIDACION DE METODOS DE ENSAYO	44
6.2.1 VERACIDAD	44
6.2.2 PRECISIÓN	45
6.2.3 EXACTITUD	47
6.2.4 REPETIBILIDAD	48
6.2.5 REPRODUCIBILIDAD	48
6.2.6 SELECTIVIDAD	49

	Pag	
6.2.7	RANGO Y LINEALIDAD	49
6.2.8	LIMITE DE DETECCION Y LIMITE DE CUANTIFICACION	50
6.2.9	SENSIBILIDAD	52
6.2.10	ROBUSTEZ	52
6.2.11	INCERTIDUMBRE	53
6.3	METODOLOGIA DEL METODO DE ENSAYO	54
6.3.1	CONSIDERACIONES GENERALES DEL METODO	55
6.3.1.1	PRINCIPIOS DEL MÉTODO	55
6.3.2	RESPONSABILIDADES	56
6.3.3	EQUIPO DE TRABAJO	56
6.4	CONTROL DE CALIDAD	56
6.5	CRITERIOS DE REVALIDACIÓN	59
VII	MÉTODO DE ENSAYO	60
7.1	MATERIAL DE REFERENCIA (MRC) USADOS PARA LA VALIDACIÓN	60
7.1.1	RECOLECCIÓN DE DATOS	60
7.1.1.2	ESCRUTINIO PARA DETERMINAR VALORES ATÍPICOS Y CONSISTENCIA	63
7.1.2	TÉCNICA NUMÉRICAS PARA DAR VALIDEZ A LOS RESULTADOS	64
7.1.2.1	PRUEBA DE CHOCAN (ISO 5724 – 2/7.3.3.2)	64
7.1.2.2	PRUEBA DE GRUBBS (ISO 5725–2/7.3.4.1)	64
7.1.2.3	PRUEBA DE GRUBBS – DOS OBSERVACIONES ERRÁTICAS O ATÍPICAS	66
7.1.3	TECNICA GRAFICA DE CONSISTENCIA	69
7.1.4	RESUMEN ESTADISTICO	92
7.1.5	VERIFICACIÓN DE LA NORMALIDAD DE LOS DATOS	94
7.1.6	PRUEBA DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS	98
7.1.6.1	TEST DE BARTELETT	98
7.1.7	EVALUACIÓN DE LA PRECISIÓN	105

	Pag	
7.1.7.1	CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE PRECISIÓN	105
7.1.7.2	LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRODUC- TIBILIDAD	107
7.1.8	CÁLCULOS D ELAS ESTADÍSTICAS DE PRECISIÓN	108
7.1.8.1	LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRUDIC- TIBILIDAD	110
7.1.9	CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS D E PRECISIÓN	111
7.1.9.1	LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRUDUC- TIBILIDAD	113
7.1.10	LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD	115
7.1.10.1	CÁLCULO DE LAS ESTADISTICAS DE PRECISIÓN	116
7.1.11	LÍMITES REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD	118
7.1.11.1	CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE PRECISIÓN	118
7.1.12	LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD	120
7.2	EVALUACIÓN DE LA VERACIDAD	121
7.2.1	IDENTIFICAICÓN DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA	121
7.2.1.1	CÁLCULO D ELAS ESTADÍSTICAS DE VERACIDAD	121
7.2.2	IDENTIFICAICÓN DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA	122
7.2.2.1	CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE VERACIDAD	123
7.3	IDENTIFICACIÓN DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA	124
7.3.1	CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE VERACIDAD	124
7.3.2	IDENTIFICACIÓN DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA	125
7.3.3	CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE VERACIDAD	125
7.3.4	IDENTIFICACIÓN DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA	126
7.3.5	CÁLCULO DE LOS ESTADÍSTICOS DE VERACIDAD	127

	Pag
7.3.6 IDENTIFICACIÓN DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA	128
7.3.7 CÁLCULO DE LOS ESTADÍSTICOS DE VERACIDAD	128
<b>7.4 CÁLCULOS DE LOS LÍMITES DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN</b>	<b>129</b>
7.4.1 LÍMITE DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE ORO	129
7.4.2 LÍMITE DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE PLATA	132
<b>7.5 ROBUSTEZ</b>	<b>134</b>
7.5.1 ANÁLISIS DEL EFECTO POR VARIABLE	135
7.5.2 RESULTADOS – Au	138
7.5.3 ANÁLISIS DEL EFECTO POR VARIABLE	138
7.5.4 RESULTADOS	141
7.5.5 ANALISIS DEL EFECTO POR VARIABLE	142
7.5.6 ANALISIS DEL EFECTO POR VARIABLE	146
7.5.7 RESULTADOS	149
<b>7.6 ANALISIS DEL EFECTO POR VARIABLE</b>	<b>149</b>
7.6.1 ANALISIS DEL EFECTO POR VARIABLE	153
<b>7.7 RESULTADOS DE LAS CURVAS DE CALIBRACIÓN</b>	<b>156</b>
7.7.1 GRÁFICA DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN	157
7.7.2 ESTADISTICA APLICADA A LOS RESULTADOS	159
7.7.3 ANALISIS DE REGRESIÓN	159
7.7.3.1 RESIDUALES	161
<b>7.8 INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES</b>	<b>161</b>
7.8.1 ANÁLISIS DE REGRESIÓN	161
7.8.2 ANÁLISIS DE RESIDUALES	164
<b>7.9 SENSIBILIDAD</b>	<b>164</b>
7.9.1 DESARROLLO	164
<b>7.10 DETERMINACION DE LA INCERTIDUMBRE</b>	<b>166</b>
7.10.1 IDENTIFICACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE	166
7.10.2 DESARROLLO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE – Ag	167



	Pag
7.10.3 CÁLCULO DE LA VARIANZA DEL MRC	168
7.10.4 CÁLCULO DE LA VARIANZA EN LA PREPARACIÓN DE LA MUESTRA ( $S^2_{PM}$ )	174
7.10.5 CÁLCULO DE LA VARIANZA TOTAL	188
7.11 IDENTIFICACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE	189
7.11.1 DESARROLLO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE – Au	189
7.11.2 CÁLCULO DE LA VARIANZA DEL MRC	191
7.11.3 CÁLCULO DE LA VARIANZA EN LA PREPARACIÓN DE LA MUESTRA ( $S^2_{PM}$ )	196
7.11.4 CÁLCULO DE LA VARIANZA TOTAL	209
<b>VIII ACTIVIDADES REALIZADAS EN LA EMPRESA</b>	<b>211</b>
8.1 ACTIVIDADES COTIDIANAS	211
8.2 APORTES REALIZADOS	213
<b>IX CONCLUSIÓN</b>	<b>214</b>
<b>X RECOMENDACIÓN</b>	<b>216</b>
<b>XI BIBLIOGRAFIA</b>	<b>217</b>
<b>ANEXOS</b>	<b>219</b>

## I INTRODUCCIÓN

La determinación de Oro y Plata en muestras de Mina es una de las tareas más complejas, desafiante e importante en la química analítica constituyendo una tarea exigente a causa del muestreo, preparación de muestra y variación en la composición química de los minerales a los cuales se siente asociado este metal lo cual hace difícil su determinación. Además, recordemos que debido al alto valor económico del Oro y la Plata su determinación cuantificable debe ser efectuada con una alta precisión y veracidad porque pequeñas cantidades de ambos metales pueden incidir en que si es o no factible su extracción en yacimientos de baja ley, y que grandes cantidades nos generan márgenes de ganancias superiores en la bolsa de valores de acuerdo a su cotización en el mercado mundial.

En la actualidad los métodos analíticos establecidos para la determinación de Oro y Plata en muestras de mina, en la mayoría de los laboratorios comerciales y de minas vinculados al tratamiento de muestras de geología y minería del Oro y la Plata, utilizan varias técnicas de ensayo para su determinación empleándose Ensayo al fuego combinado con la Espectrofotometría de Absorción Atómica (EF – EAA), Ensayo al Fuego combinado con Espectroscopia de Plasma Acoplado inductivamente (EF – ICP), o Ensayo al Fuego con Espectrómetro por Fluorescencia de Rayos X(EF – EDXRF)

Por lo general cada vez que se propone una nueva metodología para la determinación de ambos metales, el nuevo método se compara con el método de ensayos al fuego (EF), porque este método se considera confiable y líder , para

determinar los contenidos de Oro y Plata en las muestras de mina porque permite separar el regulador obteniendo el dore, separándolo de los demás elementos acompañantes en el mineral y con el desarrollo de la química analítica instrumental, ha permitido la combinación de Ensayo al Fuego con técnicas muy poderosas como EAA, ICP y EDXRF, como resultado, se obtienen los Límites de Detección (LD) y los Límites de Cuantificación (LC) muy bajos. La combinación de estas técnicas instrumentales permite analizar un mayor número de muestras por jornadas de trabajo, debido al menor tiempo y mayor productividad de estos instrumentos.

En el año 2003 la mina Arcata contrato los servicios de AMEC para realizar una revisión de los procedimientos del aseguramiento y control de calidad cuyo objetivo era identificar los problemas o la deficiencia en las principales áreas que derivan de :

- a) Muestreo (los métodos para el muestreo y el re – muestreo de testigos, muestreo subterráneo, muestreo duplicado, muestreo de repetición, y duplicados de muestras, es decir, durante el proceso de secado, preparación de muestra y cuarteo.
- b) Preparación de Muestras (duplicados de muestras gruesas rechazadas, pruebas de tamizado, ensayos para verificar que sean de la misma pulpa, muestras de estéril)
- c) Ensayos al Fuego en la cuantificación de Oro y Plata.
- d) Validación de los métodos por Oro y Plata

En el año 2010 en el mes de octubre, el laboratorio químico de la mina Arcata logro acreditarse en la determinación de Oro y Plata en los ensayos al fuego y Absorción Atómica, con el Estándar Council of Canadá. Dicha validación obtenida garantiza que los resultados emitidos por el laboratorio sean correctos y por ende, confiables lo que hace de este proceso una necesidad en todo laboratorio para garantizar la fiabilidad de los resultados obtenidos en el laboratorio.

El laboratorio químico luego de lograr la acreditación, programa anualmente cada dos veces auditorías internas para revisar el cumplimiento del Sistema de Gestión de Calidad y cada dos años el mantenimiento de la Acreditación de la Norma ISO/IEC 17025:2005 a cargo del Estándar Council of Canadá, lo que asegura la seguridad y confiabilidad de los resultados de los métodos de ensayo por Au y Ag.

## **II RESEÑA DE LA EMPRESA**

Hochschild Mining es una empresa peruana dedicada a la obtención de metales preciosos, a través del tratamiento de minerales de alta ley. Hochschild Mining posee varias unidades entre las que se encuentran :

- a) Ares
- b) Arcata
- c) Selene
- d) Pallancata
- e) Azuca
- f) Moris
- g) San José

La Unidad Operativa Arcata posee reservas en minas subterráneas y las concentra, produciendo concentrados de plata con contenidos de oro. La planta concentradora recibe el mineral procedente de mina, el mineral contiene además sulfosales de plata. Las vetas de la mina están conformadas por sistemas de venas epithermales, depósitos sulfurizados con los valores de plata predominantes, las cantidades inconstantes de oro y metales como el plomo y zinc son frecuentes en las labores.

Las vetas de la mina se explotan por excavación convencional de galerías, y se aplica el método de corte y relleno hidráulico, además como medida de prevención de riesgos se enmalla el área antes de la voladura y posteriormente se enmadera como

sostenimiento.

## **2.1 UBICACIÓN**

La Unidad Operativa Arcata se localiza en el sur del Perú, en el Distrito de Cayarani provincia de Condesuyos, departamento de Arequipa, se encuentra ubicado en la parte Nor occidental, comprendido entre las coordenadas 71°50' y 72°35' Longitud Oeste y 14°38' y 15°15' Latitud Sur, la altitud de la Mina Arcata es de 4900 m.s.n.m y se halla a unos 300 kilómetros de la ciudad de Arequipa.

### **LÍMITES :**

- a) Por el Norte : Distrito de Velille, Chumbivilcas, Cusco
- b) Por el Sur : Provincia de Condesuyos
- c) Por el Este : Provincias de Castilla, Caylloma y Chumbivilcas
- d) Por el Oeste : Provincias de La Unión y Chumbivilcas



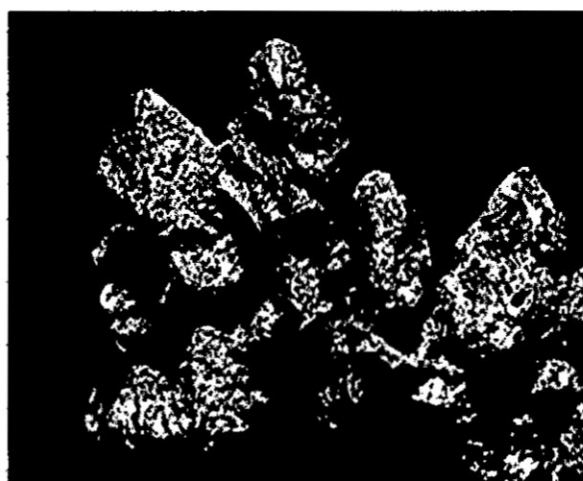
## 2.2 MINERALOGÍA

El mineral tratado en Hochschild Mining – Unidad Operativa Arcata posee la siguiente composición mineralógica:

- a) **Argentita / Acantita.**- La argentita (del latín argentum, que significa "plata"), también llamada argirita, es un sulfuro de fórmula  $Ag_2S$ , si es pura contiene 87,1% de plata. La acantita es una pseudomorfa de la argentita, se forma a una temperatura inferior a  $179^{\circ}C$  (Ver Figura N° 3)
  
- b) **Pirargirita.**- Mineral hidrotermal de baja temperatura, generalmente el último en la secuencia de cristalización, su fórmula química es  $Ag_3SbS_3$ , se presenta en cristales prismáticos de desarrollo hemifórico, con terminaciones escalenoédricas y romboédricas. En ocasiones masivo o en granos diseminados. (Ver Figura N° 4)

FIGURA N° 3

PIRARGIRITA – TIPO I

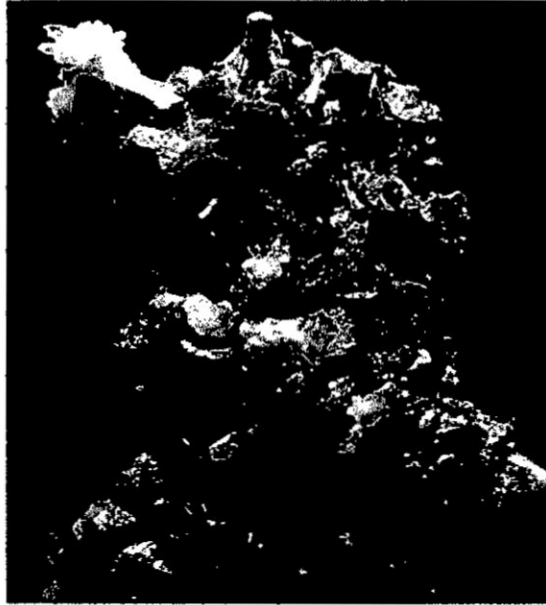


Fuente : Compañía Minera Ares



**FIGURA N° 4**

**PIRARGIRITA – Tipo II**



**Fuente :** Compañía Minera Ares

- c) **Freibergita/Argentotennantita.**- Su fórmula química es  $(Ag, Cu, Fe)_{12} (Sb, As)_4 S_{13}$ , pertenece a la clase de los Sulfuros, Arseniuros y Sulfosales, forma una serie con la argentotennantita y otra con la tetraedrita.

**FIGURA N° 5**

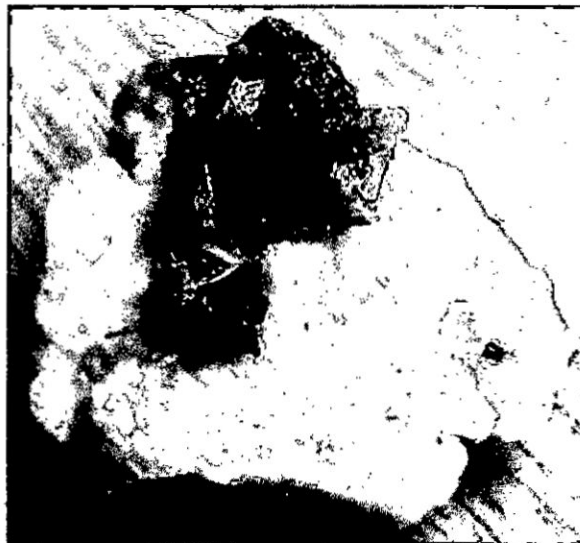


**Fuente :** Compañía Minera Ares

d) **Tetraedrita.**- La tetraedrita es un mineral del grupo de los sulfuros, su fórmula química es  $(\text{Cu, Fe})_{12} \text{Sb}_4 \text{S}_{13}$ . Es un antimoniosulfuro de hierro y cobre, de color muy oscuro. También hay variedades por sustitución de otros elementos en la estructura molecular, frecuentemente hierro y cinc, y menos frecuente plata, mercurio y plomo. La variedad freibergita es muy codiciada pues, aunque es muy rara, puede contener hasta un 18% de plata. La variedad annivita tiene bismuto.

**FIGURA N° 6**

**TETRAEDRITA**



**Fuente :** Compañía Minera Ares

e) **Plata Nativa.**- La plata nativa es de color blanco, gris azulado aunque casi siempre está oscurecido por una pátina negruzca debido a alteración superficial, es de sistema cúbico, son muy raros en cristales cúbicos u ortoédricos, siempre de pequeñas dimensiones; generalmente presentan caras – escalonadas o bien deformadas por contacto; se encuentra generalmente en forma de dendritas, láminas delgadas.

**FIGURA N° 7**  
**PLATA NATIVA**



**Fuente : Compañía Minera Ares**

- f) **Cuarzo.**- El cuarzo es un mineral del grupo IV (óxidos), según la clasificación de Strunz, compuesto de dióxido de silicio (también llamado sílice,  $\text{SiO}_2$ ). No es susceptible de exfoliación, porque cristaliza en el sistema trigonal (romboédrico). Incoloro en estado puro, puede adoptar numerosas tonalidades si lleva impurezas (alocromático) Su dureza es tal que puede rayar los aceros comunes.

**FIGURA N° 8**  
**CUARZO**

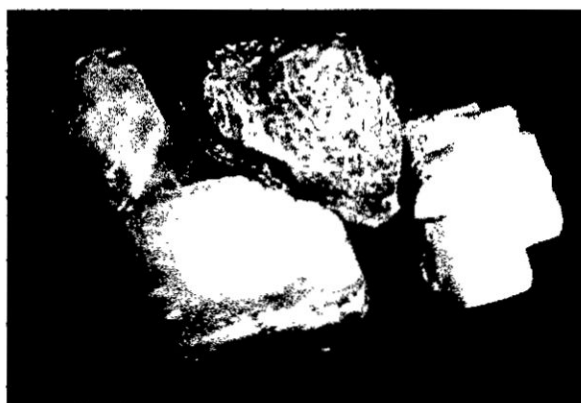


**Fuente : Compañía Minera Ares SAC**

- g) **Calcita.**- La calcita es un mineral del grupo de los Carbonatos, grupo V/B de la clasificación de Strunz. A veces se usa como sinónimo caliza, aunque es incorrecto pues ésta es una roca más que un mineral.

**FIGURA N° 9**

**CALCITA**



Fuente : Compañía Minera Ares SAC

- h) **Feldespato.**- Los feldespatos son un grupo de minerales tectosilicatos constituyentes fundamentalmente de las rocas ígneas aunque pueden encontrarse en cualquier otro tipo de roca. Los feldespatos corresponden a los silicatos de aluminio y de calcio, sodio o potasio, o mezclas de estas bases. Todos los feldespatos son minerales duros, de peso específico comprendido entre 2,5 y 2,75

**FIGURA N° 10**

**FELDESPATO**



Fuente : Compañía Minera Ares SAC

### **III OBJETIVOS**

#### **3.1 OBJETIVO GENERAL**

Describir la forma de validación del método por Fire Assay para la determinación de Oro (Au) y Plata (Ag) en muestras procedente de Mina.

#### **3.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS**

- 1) Describir el proceso de preparación de muestras del mineral procedente de mina con contenido de Au y Ag
- 2) Describir el proceso de fundición de muestras hasta la obtención del regulo
- 3) Describir el proceso de copelación de la muestra hasta la obtención del dore
- 4) Describir los procesos de método combinado y método gravimétrico en la determinación de Au y Ag
- 5) Describir el proceso de Validación del método en la determinación de Au y Ag

## IV RESUMEN

### **VALIDACIÓN DEL MÉTODO POR ENSAYOS AL FUEGO PARA DETERMINACIÓN DE Au y Ag EN MUESTRAS PROCEDENTES DE MINA"**

El presente trabajo de tesis está orientado a Validación del método por fire assay para determinación de Au y Ag en muestras procedentes de Mina en el yacimiento minero Arcata, para la validación de los ensayos por Au y Ag se empleó el procedimiento de laboratorio químico SGC/PRO/OPE/07 cuya técnica analítica consiste en fundir una muestra sólida (seca) con una mezcla fundente (óxido de plomo, carbonato de sodio, bórax y sílice) concentrando el oro y la plata en un cono de plomo (régulo). Luego este régulo es copelado oxidando el plomo y quedando solo un botón de oro y plata (dore). Si el peso de dore es  $> 10$  mg se continua con la técnica de partición gravimétrica, el dore es atacado con una solución de ácido nítrico con la finalidad de separar la plata del doré, formándose una solución de nitrato de plata quedando el oro metálico el cual es pesado para determinar la concentración de oro en las muestras y por diferencia la plata.

Si el peso del dore es  $< 10$  mg se continua con la técnica espectrofotométrica, el dore es atacado con ácido nítrico para disolver la plata, luego se añade ácido clorhídrico, precipitando la plata, quedando el oro metálico disuelto en la solución acida. La concentración de oro en esta solución se cuantifica en un espectrofotómetro de absorción atómica.

En la validación del método se empleó para los ensayos muestras de material certificado ME1301, TR11206 y SE1 determinándose Au y Ag habiéndose obtenido 30 resultados por cada estándar la data obtenida siguió un proceso de evaluación estadístico lo cual se determinó la consistencia de valores rezagados, erráticos o atípicos mediante las siguientes pruebas :

- a) Prueba de Mandel (h y k)
- b) Prueba de Cochran
- c) Prueba de Grubbs.

Con los resultados obtenidos se calcula la Repetibilidad y Reproducibilidad basado en las formulas de la NTP – 5725, Luego se empleó un conjunto de pruebas que determinan todas las hipótesis en las que se basa el método de ensayos al fuego cual establecen y documentan las características de rendimiento del análisis por Au y Ag, demostrando así que el método SGS/PRO/OPE/07 cumple con el propósito analítico particular. Las características de rendimiento de los métodos analíticos son :

- a) Precisión
- b) Veracidad
- c) Rango y Linealidad
- d) Selectividad
- e) Límite de Detección
- f) Límite de Cuantificación
- g) Robustez

Para la determinación de la incertidumbre se recolecto la data de los resultados por Au y Ag de muestras de los duplicados de Gruesos Rechazados y Duplicados de Finos (ensayos de verificación de la misma pulpa), las muestras de duplicado de grueso rechazados se obtuvieron en el laboratorio químico realizado por personal de muestreo de Geología de la forma como se indica; el material chancado por una chancadora de quijada proveniente del divisor rotatorio con rechazo se obtiene en el primer cuarteo (previo homogenizado) cuando se producen las dos primeras sub – muestras, la primera muestra original se reduce en el divisor de muestras rotatorio con rechazo hasta el peso requerido, y el segunda duplicado de gruesos también se reduce de igual manera.

Ambas muestras seguirán todo el proceso hasta el resultado final y la dispersión de resultados entre uno y otro servirá para determinar la precisión desde la etapa de preparación, Dichas pulpas de los duplicados de gruesos rechazados son a su vez renumerados y presentados a ciegas al laboratorio químico para su análisis correspondiente. Las muestras de duplicados de finos se obtienen de pulpas de muestra (que habían sido anteriormente ensayadas) del archivo de muestras para luego proceder a renumerarlas y presentarlas a ciegas al laboratorio químico para proceder a analizarlas y obtener los resultados correspondientes.

La incertidumbre obtenida de los resultados de los duplicados de gruesos y finos se planteó del modelo matemático, se calculó finalmente la Incertidumbre Estándar (IE), lo cual puede ser realizado mediante dos métodos propuestos (EWG, 1995), dependiendo de la forma en que la variable es estimada.



La IE puede ser de Tipo A, cuando se determina como la desviación estándar obtenida a través de métodos experimentales, o de Tipo B, para métodos no experimentales, Se concluye que la incertidumbre es de tipo A en la validación del método por Au y Ag realizado en muestras proveniente de mina.

La Validación del método por fire assay para determinación de Au y Ag en muestras procedentes de Mina, es un respaldo de que el laboratorio químico opera con un sistema de calidad bajo la norma NTC/ISO/IEC 17025, demostrando que sus resultados son competentes otorgando que son válidos y confiables, aumenta la confianza de los clientes de Planta y Geología, Mayor competitividad en el mercado y reconocimiento internacional.

## **VI FUNDAMENTO TEORICO**

### **6.1 TECNICAS ESTADISTICAS APLICADOS EN LOS LABORATORIOS DE ENSAYO**

Desde hace varios años atrás los laboratorios de ensayo se han planteado la necesidad de conseguir que los resultados analíticos se obtengan con la calidad necesaria para satisfacer las actuales normativas impuestas, tanto en el campo de la investigación y desarrollo como en el análisis de rutina.

La calidad, ha de ser controlada con metodologías adecuadas (técnicas de optimización, diseño experimental, métodos de clasificación, etc.) que permitirá convenir los datos generados en el laboratorio en información útil para obtener conclusiones fiables y rigurosas.

Para asegurar los resultados analíticos y brindar confiabilidad, al cliente es necesario emplear diversas herramientas, entre las cuales, las herramientas estadísticas que cumplen un papel importante.

Los laboratorios analíticos se caracterizan por generar información que después, tanto el personal científico como técnicos implicados en la obtención y elaboración de datos obtenidos en el laboratorio de ensayo tengan un adecuado conocimiento del conjunto de técnicas estadísticas mediante las cuales se obtienen una mejor y más rigurosa información de los resultados que van a utilizar para tomar decisiones.

Dada la importancia de este método, la información suministrada tiene que cumplir unos, requerimientos básicos mínimos que en forma sencilla se pueden expresar como Correcta, si está evaluando la validación del análisis por el método de ensayos al fuego en la determinación de Au y Ag en muestras provenientes de Geología.

Además dicha información sea Comparable con los resultados de los certificados de análisis de las muestras de material de referencia en los ensayos de análisis por Au y Ag

### **6.1.1 QUIMIOMETRIA**

Es una disciplina metrológica que aplica conocimientos matemáticos; especialmente estadísticos a procesos químicos con el objetivo de extraer de los datos experimentales la máxima y más útil información de los mismos.

La ICS (Internacional Chemometrics Society) la define como la ciencia que permite relacionar las medidas realizadas en un sistema químico o proceso con el estado del mismo mediante la aplicación de métodos matemáticos o estadísticos.

El desarrollo de la instrumentación química ha llevado a la necesidad de utilizar métodos avanzados de diseños de experimentos, calibración y análisis de los datos resultantes.

### 6.1.2 ESTADISTICA

Ciencia que se ocupa de los métodos y procedimientos para recoger, clasificar, resumir, hallar regularidades y analizar los datos, siempre y cuando la variable e incertidumbre sea una causa intrínseca de los mismos; así como de realizar inferencias a partir de ellos, con la finalidad de ayudar a la toma de decisiones y en su caso formular predicciones.

### 6.1.3 DEFINICIONES ESTADÍSTICAS

Desarrollemos a continuación algunas definiciones de conceptos básicos a los cuales haremos referencia a lo largo del trabajo de investigación.

- a) **Población.**- Conjunto de individuos o elementos que cumplen ciertas propiedades comunes y sobre los cuales intentamos llegar a conclusiones. (7)
- b) **Muestra.**- Sub conjunto representativo a una población.
- c) **Probabilidad.**- Grado con que un acontecimiento puede producirse. Proporción entre el número de casos favorables a que ocurra un proceso en una población respecto al número total de casos posibles.
- d) **Proporción.**- Razón que indica la modificación de una cantidad con respecto a otra y en la que el numerador forma parte del denominador.

- e) **Razón.**- Valor obtenido al dividir una cantidad (numerador) por otra (denominador)
  
- f) **Relación lineal.**- Forma la relación entre dos variables de manera que al representar gráficamente en un eje de coordenadas X – Y resulta una línea recta. Esta línea recta viene definida por la ecuación de la regresión. En esa relación, una de las variables es X (variable independiente) y la otra Y (variable dependiente)
  
- g) **Sesgo.**- Error sistemático en un estudio que produce resultados que se desvían de los valores reales.
  
- h) **Variable.**- Es cualquier suceso observable que puede variar. Aplicado a una población equivale a una población equivale a las propiedades de los miembros de esta población que varían entre ellos. Estas variables pueden ser variables dependientes e independientes.
  
- i) **Media aritmética.**- Suma de los valores de una serie de medidas respecto del número de valores existentes.
  
- j) **Moda.**- Valor que se presenta con más frecuencia en una serie de mediciones.
  
- k) **Mediana.**- Valor que queda en el centro tras la división de una serie de valores ordenados en dos partes iguales, una superior y una inferior. Para determinarla debe seguirse los siguientes pasos: ordenar los datos de menor a mayor; si el número de los datos es impar corresponde al que queda en el centro; si el número de datos es par corresponde al valor medio de los dos datos centrales.

- l) **Amplitud.**- Diferencia entre los valores mayor y menor de un conjunto de datos obtenidos en una medición.
- m) **Límite de confianza.**- La probabilidad de estar tomando la dedición correcta está basado al nivel de confianza esta puede ser de 95% y de 99%
- n) **P valué.**- Valores probabilísticas estadísticos de ocurrencia, bajo un nivel de significancia.
- o) **Coficiente de variación.**- Equivale a la desviación típica expresada en porcentaje respectó a la media aritmética. Es la desviación típica partido por la media aritmética.
- p) **Desviación estándar muestral (S).**- La desviación estándar o típica de los valores de una variable de estudio se define como la raíz cuadrada positiva de la variancia. La varianza muestral se usa comúnmente en estadística, porque proporciona la mejor estimación de la variancia poblacional de la que se ha extraído la muestra, esta mide la dispersión de la muestra pero tiende a sobreestimar la dispersión de la población.

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

q) **Desviación estándar combinada o ponderada.**- Este estadígrafo representa la variabilidad de los estratos (para nuestro caso, serán los tratamientos bajo un mismo nivel) o sub muestra.

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \mu)^2}{n}} \quad (2)$$

r) **Valores rezagados.**- Son registros que se desvían regularmente de los registros comparables en la misma tabla y, por lo tanto son considerados como valores sospechosos.

s) **Valores erráticos o atípicos.**- Son registros que se encuentran entre los laboratorios de ensayos originales, o en las tablas de derivadas de dichos resultados, y que se desvían demasiado de los registros comparables en la misma tabla y, por lo tanto, son considerados irreconciliables con los otros datos.  
(ISO5725 – 2,7.2.5)

- t) **Valor inconsistente.**- Es un miembro de un conjunto de valores que es inconsistente con los miembros de ese conjunto. (ISO5725 – 2,7.2.5)
- u) **Ratio de precisión.**- Es la relación de la desviación estándar muestral con la repetibilidad del grupo, que tendrá que ser menor a un valor de referencia de 2,88 para considerarse aceptable.

$$Ratio = \frac{S.D}{S_r} \quad (3)$$

#### 6.1.4 PRUEBA DE MANDEL (h y k)

Es la prueba para determinar la inconsistencia del método de ensayo dentro del laboratorio e ínter laboratorios.

a) **Estadística de consistencia de Mandel entre Analistas (h) :**

□

**1) Planteamiento de Hipótesis :**

Hipótesis nula (Ho) : El analista es consistente

Hipótesis alternativa (Ha) : El analista no es consistente

**1) Estadística de Contraste.**- Se utilizará el siguiente estadístico :



$$h_{ij} = \frac{x_{ij} - \bar{x}_j}{\sqrt{\frac{1}{p_j - 1} \sum_{i=1}^{p_j} (x_{ij} - \bar{x}_j)^2}} \quad (4)$$

Dónde :

- p : Número de analistas  
n : Número de repeticiones del ensayo por analista

**2) Criterio.-** Se compara con la estadística de tabla de Mandel

- Si el valor de h, de la prueba, es menor o igual al valor tabular de 5%, la hipótesis nula es aceptada.
- Si el valor de h, de la prueba, se encuentra entre los valores tabulares de 5% y 1%, se considera valor rezagado.
- Si el valor de h, de la prueba, es mayor que el valor tabular de 1%, se considera valor no consistente y se elimina del análisis.

**b) Estadística de consistencia de Mandel dentro de Analistas (k) :**

**1) Planteamiento de Hipótesis :**

Hipótesis nula (Ho) : Los resultados del analista son consistentes

Hipótesis alternativa (Ha) : Los resultados del analista no son consistentes.

**2) Estadística de Contraste.-** Se utilizará el siguiente estadístico :

$$k_{ij} = \frac{s_{ij} p_j}{\sqrt{\sum_{i=1}^{p_j} s_{ij}^2}} = \frac{s_{ij}}{\frac{\sqrt{\sum s_{ij}^2}}{p_j}} \quad (5)$$

Dónde :

p : Número de analistas

S : Desviación estándar de cada analista.

**3) Criterio.-** Se compara con la estadística de tabla de Mandel

- Si el valor de K, de la prueba, es menor o igual al valor tabular de 5%, la hipótesis nula es aceptada.
- Si el valor de K, de la prueba, se encuentra entre los valores tabulares de 5% y 1%, se considera valor rezagado.
- Si el valor de K, de la prueba, es mayor que el valor tabular de 1%, se considera valor no consistente y se elimina del análisis.

### 6.1.5 PRUEBA DE COCHRAN Y GRUBBS

La prueba de Cochran es una prueba para analizar la variabilidad dentro del laboratorio. La otra prueba de Grubbs es una prueba de variabilidad entre laboratorios.

#### a) Estadística de Precisión de Cochran (C) :

##### 1) Planteamiento de Hipótesis :

Hipótesis nula (Ho) : El analista obtiene resultados precisos

Hipótesis alternativa (Ha) : El analista no obtiene resultados precisos

##### 2) Estadística de Contraste.- Se utilizará el siguiente estadístico :

$$C = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{i=1}^p S_i^2} \quad (6)$$

Dónde:

p : Número de analistas

S : Desviación estándar de cada analista

3) **Criterio.**- Se compara con la estadística de tabla de Cochran :

- Si el valor de C, de la prueba, es menor o igual al valor tabular de 5%, la hipótesis nula es aceptada.
- Si el valor de C, de la prueba, se encuentra entre los valores tabulares de 5% y 1%, se considera valor rezagado.
- Si el valor de C, de la prueba, es mayor que el valor tabular de 1%, se considera valor no preciso y se elimina del análisis.

b) **Estadística de Precisión de Grubbs (G) :**

1) **Planteamiento de Hipótesis :**

Hipótesis nula (Ho) : El analista no obtiene un resultado atípico

Hipótesis alternativa (Ha) : El analista obtiene un resultado atípico

- **Estadística de Contraste** .- Se utilizará el siguiente estadístico

$$G_P = \frac{(x_p - \bar{x})}{S} \quad (7)$$

Donde :

- p : Número de analistas  
S : Desviación estándar de cada analista

$$x = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i \quad (8) \quad \text{y} \quad s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2} \quad (9)$$

**2) Criterio.-** Se compara con la estadística de tabla de Grubbs.

- Si el valor de G, de la prueba, es menor o igual al valor tabular de 5%, la hipótesis nula es aceptada.
- Si el valor de G, de la prueba, se encuentra entre los valores tabulares de 5% y 1%, se considera valor rezagado.
- Si el valor de G, de la prueba, es mayor que el valor tabular de 1%, se considera valor atípico y se elimina del análisis.

### 6.1.6 PRUEBA DE NORMALIDAD DE ANDERSON – DARLING

Esta prueba se realiza con los residuales con el fin de detectar la normalidad de un conjunto de datos y se evalúa de acuerdo a un Pvalue.

Esta prueba se aplica a datos provenientes de una muestra aleatoria de tamaño  $n$  asociado con alguna función de distribución desconocida, denominada por  $F(x)$

Esta prueba se realiza con los residuales, importante en el análisis de chequeos de las suposiciones del modelo.

#### a) Planteamiento de Hipótesis :

Hipótesis nula ( $H_0$ ) : La muestra aleatoria tiene una distribución normal, con media y varianza no especificada

Hipótesis alternativa ( $H_a$ ) : La función de distribución y los resultados de ensayo no es normal.

#### 1) Criterio :

- Se rechaza la hipótesis nula a un nivel de significación aproximado  $\alpha = 0,05$  si Pvalue es inferior a 0,05

### 6.1.7 PRUEBA DE T – STUDENT DE UNA MUESTRA

La teoría de decisiones se usa en forma análoga empleando los intervalos de confianza. Para poder aplicarlo se debe tener en cuenta los requisitos siguientes :

- a) Las muestras deberán ser extraídas de una población normal o aproximadamente normal.
- b) La selección de las muestras deben ser de forma aleatoria.
- c) Las repeticiones son independientes entre sí.

Si estas no se cumplen, las conclusiones que se obtengan no

$$\text{t – Student: } t = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{\sqrt{s^2 \left( \frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}} \quad (10)$$

$$t = \frac{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2}{n_1 + n_2 - 2} \quad (11)$$

Donde :

<b>t</b>	:	Prueba t – Student
$\bar{X}_1, \bar{X}_2$	:	Valores del Promedio
<b>n<sub>1</sub>, n<sub>2</sub></b>	:	Número de Datos
<b>S<sub>1</sub>, S<sub>2</sub></b>	:	Desviación Estándar

Además el valor de *t* de tabla es obtenido a partir de la distribución de t–Student para ( $n_1 + n_2 - 2$ ) grados de libertad.

### 6.1.8 PRUEBA DE WILCOXON

La prueba de wilcoxon se llama ahora comúnmente Prueba de rango con signos de Wilcoxon. Para el desarrollo de esta teoría la muestra debe ser de una procedencia poblacional que no sea normal o no paramétrica donde se debe aplicar a una restricción adicional a la distribución de la que se toma los datos.

Esta prueba se aplica en caso de una distribución continua simétrica. Bajo esta condición podemos probar la hipótesis nula ( $H_0 : \mu = \mu_0$  al cual restaremos  $\mu_0$ , de cada valor muestral y descartaremos todas las diferencias a cero. Se clasifican entonces las diferencias restantes sin importar el signo. Se asigna un rango de 1 a la diferencia absoluta más pequeña (es decir sin signo), un rango de 2 a la siguiente más pequeña, y así sucesivamente. Cuando el valor absoluto de dos o más es el mismo, se asigna a cada uno el promedio de los rangos que se asignarían si las diferencias se distinguieran



### 6.1.9 PRUEBA DE MANN WHITNEY

Este método y prueba de Mann Whitney también llamada prueba U se utiliza en muestras de población no normal. La prueba consiste en:

- a) Combinar todos los valores muestrales en orden del más pequeño al más grande, y asignar rangos a todos los valores. Si dos o más valores son idénticos a estos valores muestrales se les designa un rango igual a la media de los rangos que les hubiera correspondido sin empate.
- b) Ahora se calcula la suma de los rangos para cada una de las muestras. Denotar estas sumas como  $R_1$  y  $R_2$ , donde  $N_1$  y  $N_2$  son los tamaños de muestrales respectivos. Por conveniencia, se elige  $N_1$  como la muestra más pequeña, en caso de que sean diferentes de tal modo que  $N_1 < N_2$  una diferencia significativa entre las suma de rangos  $R_1$  y  $R_2$  implica una diferencia significativa entre las muestras.
- c) Para probar la deferencia entre las sumas de rangos, se utiliza el estadístico :

$$U = N_1 N_2 + \frac{N_1(N_1 + 1)}{2} - R_1 \quad (12)$$

Donde la distribución muestral U es simétrica y tiene una media y una varianza determinadas, respectivamente por las formulas:

$$\mu_U = \frac{N_1 N_2}{2} \quad (13)$$

$$\sigma_U^2 = \frac{N_1 N_2 (N_1 + N_2 + 1)}{12} \quad (14)$$

### 6.1.10 PRUEBA DE MANN WHITNEY

La prueba de Mann – Whitney es una prueba no paramétrica para decidir si dos muestras provienen o no de la misma población. Una generalización de ésta para  $k$  muestras, es proporcionada por la prueba  $H$  de Kruskal Wallis o simplemente prueba  $H$

La prueba  $H$  puede describirse de la siguiente manera: supóngase que se tiene  $k$  muestras de tamaño  $N_1, N_2, \dots, N_k$ , donde el tamaño total de todas las muestra juntas está dada por  $N = N_1 + N_2 + \dots + N_k$ . Considérese, además, que los datos de todas las muestras juntas se ordenan y que las sumas de los rangos para las  $k$  muestras son :

$R_1, R_2, \dots, R_k$ , respectivamente. Se define en el estadístico :

$$H = \frac{12}{N(N+1)} \sum_{j=1}^k \frac{R_j^2}{N_j} - 3(N+1) \quad (15)$$

Entonces puede demostrarse que la distribución muestral de  $H$  se aproxima a una distribución Chi Cuadrada, con  $k - 1$  grados de libertad, siempre y cuando  $N_1, N_2, \dots, N_k$ , sea todas al menos igual a 5

La prueba H proporciona un método no paramétrico en el análisis de varianza, para la clasificación simple o experimentos de un factor y se pueden hacer generalizaciones.

### 6.1.11 MÉTODO DE PRUEBA RDS HORWITZ

El método de Coeficiente de variabilidad de Horwitz, determinado a partir del RSD, este resultado es medido con el coeficiente de variabilidad o desviación estándar relativa, que son definidos y utilizados como medidas de la dispersión de resultados como medidas de repetibilidad o de reproducibilidad. Se determina de la siguiente manera :

$$RSD_R = \frac{S_R}{x} \times 100\% \quad (16) \qquad RSD_r = \frac{S_r}{x} \times 100\% \quad (17)$$

$$RSD_{\text{experimental}} = \frac{S_R}{x} \times 100\% \quad (18)$$

$$RSD_{R(\text{Horwitz})} = 2^{1-0.5 \times \log(\text{Concentración})} \quad (19)$$

$$RSD_{\text{experimental}} > RSD_{\text{Horwitz}} \quad (20)$$

### 6.1.12 MÉTODO DE PRUEBA F

En muchos casos también es importante probar la precisión entre dos analistas y dos métodos de laboratorios que difieren en precisión. La prueba F se considera la razón de las dos varianzas. La cantidad calculada (F) está dada por :

La hipótesis nula es adoptada si las poblaciones de donde se toman las muestras deben ser normales. Si la hipótesis nula es verdadera, se concluye que la razón de las varianzas es próxima a uno.

Este método se determina de la siguiente manera :

$$F_{\text{experimental}} = \frac{\text{Max}(S_1^2 \times S_2^2)}{\text{Min}(S_1^2 \times S_2^2)} \quad (21)$$

Método de la prueba F :

$$F_{\text{tabla}} = F(\text{gl del numerador, gl del denominador}, 1 - \alpha)$$

Donde existirá diferencia significativa así :

$$F_{\text{experimental}} > F_{\text{tabla}}$$

La cual posee una distribución Chi Cuadrado con un “(1 – α)%” de confianza y “k–r–1” grados de libertad. Donde “r” son los parámetros calculados de los datos para poder estimar los valores observados. Donde el criterio es aceptar la hipótesis nula, siempre y cuando el valor de tabla sea mayor o igual al estimado de contraste.

#### 6.1.14 PRUEBA DE VEROSIMILITUD (G TEST)

Esta prueba también al igual que la prueba de Chi Cuadrado se considera una prueba para determinar si una población tiene una distribución teórica. La prueba se basa en qué tal ajuste se tiene entre la frecuencias de ocurrencia de las observaciones de un grupo de muestras en observación y la frecuencia esperada que se obtiene a partir de la distribución hipotética.

##### a) Estadística de Contraste :

Se utilizará el siguiente estadístico :

$$G = 2 \sum_{i=1}^k O_i \ln\left(\frac{O_i}{E_i}\right) \quad (24)$$

Donde :

**O<sub>i</sub>** : Frecuencia Observada

**E<sub>i</sub>** : Frecuencia Esperada

**k** : Número de categorías

**b) Estadístico de Tabla :**

$$X^2 = (1 - \alpha)_{k-r-1} \quad (25)$$

La prueba Chi Cuadrado posee la misma distribución con un “(1 – α) %” de confianza y “k–r–1” grados de libertad. Donde “r” son los parámetros calculados de los datos para poder estimar los valores observados.

Donde el criterio es aceptar la hipótesis nula, siempre y cuando el valor de tabla sea mayor o igual al estimado de contraste.

#### **6.1.15 PRUEBA DE MC – NEMAR**

Esta prueba es un modelo de concordancia aplicable a una tabla de contingencia de 2 x 2. Este nos sirve para verificar si un (método nuevo, o método a validar), puede ser usado para reemplazar al habitual que se usa en el laboratorio (método usado actualmente o método teórico)

Él se basa en los valores discordantes, los cuales seguirán una distribución binomial con parámetros igual a 0,5 Y el test de proporciones correlacionadas puede ser analizado por una distribución X2 como el siguiente estadístico de contraste :

**TABLA N° 1**  
**ESTADÍSTICO DE CONTRASTE**

FACTOR B	FACTOR A		TOTAL
	(+)	(-)	
(+)	R <sub>11</sub>	R <sub>12</sub>	
(-)	R <sub>21</sub>	R <sub>22</sub>	
TOTAL			N

Fuente : NTP-ISO 5725-2 1999

$$Z^2 = \sum_{i=1}^k \frac{([r_{12} - r_{21}] - 1)^2}{r_{12} + r_{21}} \quad (26)$$

Cuando Z<sup>2</sup> es mayor a 3,841 se puede rechazar la hipótesis nula con 95% de confianza. Considerándose que no existe concordancia entre los métodos.

Donde indica que las proporciones confirmaron el positivo para la alternativa y los métodos de referencia diferente perceptiblemente en Pvalue < 0,05 Si la prueba de Mc – Nemar indica la significación estadística como esta aplicada a los resultados analíticos de la muestra en un nivel, en donde se toma la decisión del reemplazo del método o modificación.

### 6.1.16 ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA)

El análisis de varianza nos es útil cuando se desean comparar  $k$  laboratorios que analizan  $n_j$  veces una misma muestra. El objetivo consiste en detectar si alguno de los laboratorios proporciona resultados que difieren de forma estadísticamente significativa de los demás resultados.

#### Procedimiento:

- a) Hacer un planteamiento de la hipótesis nula ( $H_0$ ) y la hipótesis alternativa ( $H_1$ ) acerca de la comparación de tres o más medias de muestra.

$$H_0 : \mu_1 = \mu_2 = \mu_3$$

$$H_1 : \mu_1, \mu_2, \mu_3 \text{ no son todos iguales}$$

- b) Escoger el nivel de significación ( $\alpha$ )

- c) Determinar la varianza entre columnas (varianza entre las medias de muestra)

$$Sse = \frac{\sum n_j (\bar{x}_j - \bar{x})^2}{k-1} \quad (27)$$



Donde :

- Sse<sub>i</sub>** : Varianza entre columnas  
**n<sub>j</sub>** : Tamaño de la j – ésima muestra entre muestras  
 $\bar{x}_j$  : Media de la muestra de la j – ésima muestra.  
 $\bar{x}$  : Gran media  
**K** : Número de categorías

d) Determinar la varianza dentro de las columnas (varianza dentro de las columnas)

$$S_{sd} = \sum \left( \frac{n_j - 1}{n_T - k} \right) x s_j^2 \quad (28)$$

Donde :

- Ssd** : Varianza dentro de columnas  
**S<sub>j</sub><sup>2</sup>** : Desviación estándar de la j – ésima muestra dentro de columnas  
**n<sub>T</sub>** : Media de la muestra de la j – ésima muestra  
**k** : Número de categorías

e) Determinar cociente F :

$$F = \frac{\text{Varianza entre columnas}}{\text{Varianza dentro de columnas}}$$

$$F = \frac{S_{se}}{S_{sd}} \quad (29)$$

- f) Determinar grados de libertad (df) en el numerador igual a  $k - 1$ , y grados de libertad ( $d_f$ ) el denominador igual a  $n_r - k$
- g) Donde el valor de F se obtendrá de tablas, además si F calculado cae dentro de la región de aceptación, entonces se acepta la hipótesis nula ( $H_0$ ); de lo contrario, esta se rechaza.

### 6.1.17 REGRESION LINEAL SIMPLE

Se calcula la recta de regresión de y sobre x mediante el método de los mínimos cuadrados para obtener una ecuación que permita interpolar la concentración de muestras mediante una ecuación del tipo  $y = a + bx$

Pendiente :

$$b = \frac{\sum_i [(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})]}{\sum_i (x_i - \bar{x})^2} \quad (30)$$

Intercepto :  $a = \bar{y} - b\bar{x}$  (31)

Coefficiente de correlación :

$$b = \frac{\sum_i [(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})]}{\sqrt{\left[ \sum_p (x_i - \bar{x})^2 \right] \left[ \sum_i (y_i - \bar{y})^2 \right]}} \quad (32)$$

Quando r : 1 se tiene una correlación lineal perfecta, cuando no existe  
 Correlación r : 0 En la práctica analítica las gráficas de calibración proporcionan valores de r mayores que 0,99 valores de r menores de 0,9 son poco comunes. (Solo análisis de espectrofotometría de absorción atómica por lectura directa es usual obtener  $r \geq 0,999$ )

## 6.2 VALIDACION DE METODOS DE ENSAYO

### 6.2.1 VERACIDAD

Para la determinación de la veracidad se estimará calculando el promedio de los promedios obtenidos cada día por matriz de aplicación, por cada turno de trabajo y luego se compara este valor promedio con el valor de referencia de dicho material.

La comparación de la significancia de la diferencia entre el promedio del conjunto de datos de cada turno y el valor de referencia del material se realiza mediante el estadístico de la t – student, aplicando la siguiente fórmula :

$$t_{cal} = \frac{|\bar{x} - \mu|}{S} \sqrt{n} \quad (33)$$

El valor de t – student calculado debe ser menor al t – student tabulado por lo tanto el método de ensayo es veraz.

También se podrá utilizar para la determinación de la veracidad de los resultados, el valor Z, el cual se calcula según la siguiente ecuación :

$$Z = \frac{\text{Promedio Experimental}}{\text{Desviación Estándar}}$$

Luego de reemplazar en la ecuación obtener el valor de Z :

El puntaje Z obtenido debe ser por lo menos de dos en valor absoluto, para concluir que los resultados obtenidos usando el método en estudio son veraces.

### 6.2.2 PRECISIÓN

Para la determinación de la precisión nos basaremos en la determinación de los estimadores de precisión  $S_r$  y  $S_R$ , conforme a lo indicado en la Norma ISO/IEC 5725-2, y posteriormente calculando los  $RSD_r$  y  $RSD_R$  tomando en cuenta las siguientes ecuaciones :

$$RSD_R = \frac{S_R}{x} \times 100\% \quad (34) \qquad RSD_r = \frac{S_r}{x} \times 100\% \quad (35)$$

El diseño para esta estimación será la realización de diez réplicas en tres días no consecutivos por cada turno de trabajo en cada matriz de aplicación.

El criterio de aceptación de la precisión en condiciones de reproducibilidad se evalúa con la  $RSD_R$  y será determinado mediante la ecuación de Horwitz que se cita en la siguiente ecuación:

$$RSD_R(\text{Horwitz}) = 2^{1-0.5 \times \log(\text{Concentración})} \quad (36)$$

Y el criterio de aceptación de la precisión en condiciones de repetibilidad se evalúa con el  $RSD_r$  calculado a partir de la ecuación de Horwitz y será determinado mediante la siguiente ecuación:

$$RSD_r(Horwitz) = RSD_R(Horwitz) \times 0.67 \quad (37)$$

Los valores obtenidos serán precisos en condiciones de reproducibilidad si es que el  $RSD_R < RSD_{R(Horwitz)}$

Y el criterio de aceptación de la precisión en condiciones de repetibilidad está dado según el siguiente. Criterio :  $RSD_r < RSD_r(Horwitz)$

Para el control de calidad de duplicados en los ensayos de rutina nos basaremos en la estimación de la precisión según Thompson y Howarth, el cual plantea que los errores cambian con la concentración de los analitos de interés y sugiere que un modelo lineal es el adecuado.

Para ésta estimación se tomará la data histórica de duplicados (recomendado mínimo 50 pares)

Se calcula la media y la diferencia absoluta de cada par, luego se ordena en forma ascendente según la media y se calcula el promedio de las medias y la mediana de las diferencias absolutas en grupos de once.

Hacer una regresión lineal de las medias por grupo versus las medianas de las diferencias absolutas. Determinar la pendiente (K) y el intercepto (So) que relacionan la concentración (C) con el error.

Luego calcular la precisión teórica Thompson y Howarth (Pc) según la siguiente ecuación :

$$P_c = 200 \times \left( \frac{S_o}{C} + K \right) \quad (38)$$

El criterio de aceptación de duplicados está dado por :

Porcentaje de Error práctico  $\leq$  % de Error de Thompson y Howarth

### 6.2.3 EXACTITUD

Grado de concordancia existente entre el resultado del ensayo y un valor aceptado de referencia (ISO 5725 – 1), o el acercamiento de los resultados experimentales obtenidos, al valor verdadero. Se expresa como el por ciento de recobro por el ensayo de cantidades conocidas adicionadas al analito.

Para la evaluación de este parámetro se realiza el análisis de un material de referencia certificado, preferentemente con una matriz semejante a la de la muestra.

Sólo en el caso de no existir un material adecuado se puede realizar un ensayo de recuperación.

Cuando sea posible, se realizan un mínimo de diez repeticiones del ensayo tres días consecutivos. Se compara el promedio de los valores obtenidos con el valor de referencia certificado, teniendo en cuenta la incertidumbre asociada a ese material.

#### **6.2.4 REPETIBILIDAD**

Proximidad entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo mesurando, realizadas bajo las mismas condiciones de medición. Aplicación de un mismo procedimiento, a un mismo objeto, por el mismo operador, en intervalos cortos de tiempo, con el mismo equipamiento instrumental, en el mismo lugar.

#### **6.2.5 REPRODUCIBILIDAD**

Es la medida de la precisión de los resultados de ensayos realizados sobre la misma muestra homogénea, ejecutados por diferentes analistas en días diferentes y se expresa con los mismos parámetros matemáticos que la repetibilidad. El coeficiente de variación en el estudio de la reproducibilidad debe ser igual o mayor que el obtenido en el estudio de repetibilidad para la misma cantidad o concentración debido a la mayor fuente de error que existe en la reproducibilidad.



### **6.2.6 SELECTIVIDAD**

La selectividad da una indicación de cuan fuertemente un resultado es afectado por otros componentes de la muestra.

No aplica, porque los únicos elementos (arsénico y antimonio) que pueden interferir en el procedimiento presentan concentraciones no significativas. Además el método es considerado de autodeterminación.

### **6.2.7 RANGO Y LINEALIDAD**

Se demuestra linealidad del método de ensayo para cada muestra citada en el alcance, en el rango de trabajo planteado.

Las muestras a las cuales se evaluará linealidad debido a que su cuantificación final es instrumental (AAS) son: Relaves y geologías.

Para el efecto se determinan al menos cuatro puntos aproximados equidistantes que representan al rango de trabajo del método y se elabora una curva de calibración en tres días distintos para evaluar con todos los datos los estimadores de regresión : Coeficiente de determinación, Pendiente e Intercepto, en un intervalo de confianza del 95% Graficar la respuesta de la medición versus la concentración del analito.

Los criterios de aceptación para evaluar la regresión es :

- Coeficiente de determinación  $R^2 > 0,9950$
- Para la pendiente, el % RSD  $< 5\%$  y el p – value  $< 0,05$
- Para el intercepto, el p – value  $> 0,05$  y el IC debe incluir el cero.

Realizar un análisis de varianza (ANOVA) de la regresión lineal para evaluar la influencia de la concentración sobre la señal analítica y verificar que el  $F_{\text{tabla}} < F_{\text{calculado}}$  y además que el p – value  $< 0,05$

Graficar los residuos (valor real de la concentración – el calculado por la ecuación de regresión para cada valor de X) y verificar distribución aleatoria de residuos.

#### **6.2.8 LIMITE DE DETECCION Y LIMITE DE CUANTIFICACION**

Se determina el límite de detección y el límite de cuantificación del método para las muestras de relave y las muestras de geología, debido a que estas pueden encontrarse en bajos niveles de concentración.

Para el cálculo del límite de detección se tendrá en cuenta los valores analíticos proporcionados por dos tipos de soluciones: Los patrones, que conforman la curva de calibración del método, de concentraciones conocidas y el blanco de proceso que constituye una solución que presenta un medio químico idéntico al de los patrones pero con una concentración nula del analito de interés. Cabe señalar que en los

instrumentos analíticos la respuesta de un blanco corresponde al “ruido de fondo” del instrumento.

Se calibró el equipo con sus respectivos patrones obteniéndose la ecuación respectiva de la curva de calibración del analito y se analizaron diez blancos independientes los cuales fueron medidos una vez cada uno, luego para el cálculo del límite de detección se utiliza las siguientes fórmulas :

$$y_{LD} = y_B + 3 S_B \quad (39)$$

$$C_{LD} = 3 S_B/m \quad (40)$$

Donde :

- y<sub>LD</sub>** : Señal analítica correspondiente al LD
- y<sub>B</sub>** : Señal analítica correspondiente al blanco
- S<sub>B</sub>** : desviación estándar correspondiente al blanco
- C<sub>LD</sub>** : Concentración correspondiente al LD
- m** : Pendiente

y para el cálculo del límite de cuantificación, se utiliza las siguientes fórmulas :

$$y_{LC} = y_B + 10 S_B \quad (41)$$

$$C_{LC} = 10 S_B/m \quad (42)$$

Donde :

$y_{LC}$	:	Señal analítica correspondiente al LD
$y_B$	:	Señal analítica correspondiente al blanco
$S_B$	:	Desviación estándar correspondiente al blanco
$C_{LC}$	:	Concentración correspondiente al LD
$m$	:	Pendiente

### **6.2.9 SENSIBILIDAD**

La sensibilidad quedará determinada por la pendiente obtenida a partir de diez curvas de calibración realizadas a lo largo del proceso de validación y por el límite de confianza calculado en el cual la sensibilidad del método es estable al 95% de confianza.

### **6.2.10 ROBUSTEZ**

Para la determinación de la robustez emplearemos el diseño de Youden Steiner tomando como factores de variabilidad las siguientes variaciones :

- a) Peso de muestra.
- b) Peso de régulo.
- c) Temperatura de fundición.
- d) Temperatura de copelación.
- e) Punto del relampagueo.

f) Temperatura de digestión.

Para decidir si un parámetro tiene influencia significativa sobre el resultado, se compara la diferencia obtenida para el cambio efectuado sobre ese parámetro y el  $S_R$ .

Por ejemplo, para la variación A :

$$V_A > S_R \longrightarrow \text{La variación no es robusta e influye en el resultado}$$

Donde :

$V_A$  : Variación de A

$S_R$  : Desviación estándar de reproducibilidad, obtenida de los resultados del estudio de robustez

### 6.2.11 INCERTIDUMBRE

Parámetro asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos al mesurando (EURACHEM – Guide the fitness for purpose of analytical methods)

Incertidumbre de los resultados : Es un parámetro de identificación central e inalienable para preparar una acreditación según Guía ISO 17025. Incluye los errores sistemáticos y aleatorios. Para su determinación y especificación existen varias posibilidades.

La incertidumbre será determinada según el Procedimiento Estimación de la Incertidumbre de la Medición SGC/PRO/TEC/04

### 6.3 METODOLOGIA DEL METODO DE ENSAYO

La metodología del método de ensayo a validar es el que se presenta en la Tabla N° 2

**TABLA N° 2**  
**RANGO DE CONCENTRACIÓN DEL MINERAL**

Matrices	Rango (g/t)	
	Oro	Plata
Cabeza	1 – 2	---
Relave	0.20 – 0,24	---
Concentrado	25 – 45	10 000 – 16 000
Geología	LC – 20	LC -10 000

Fuente : Elaboración propia

Los rangos que se plantean para el método de ensayo se basan en la data histórica recolectada de los registros generados durante los ensayos del 2014

Las matrices y su caracterización sobre las cuales se efectuará el proceso de validación del método de ensayo, teniendo en cuenta el alcance de aplicación son las siguientes :

**TABLA N° 3**

**MATRICES MATERIAL DE REFERENCIA CEDRTIFICADO (MRC)**

<b>Matriz de aplicación</b>	<b>Código</b>	<b>Caracterización por</b>
Relave	ME – 1301	CDN Labs.
Cabeza	TR – 11206	CDN Labs.
Concentrado	SE – 1	CDN Labs.

**Fuente :** Elaboración propia

**6.3.1 CONSIDERACIONES GENERALES DEL METODO**

**6.3.1.1 PRINCIPIOS DEL MÉTODO**

La técnica analítica consiste en fundir una muestra sólida (seca) con una mezcla fundente (óxido de plomo, carbonato de sodio, bórax y sílice) concentrando el oro y la plata en un cono de plomo (régulo) Luego este régulo es copelado oxidando el plomo y quedando solo un botón de oro y plata (doré)

Si el peso de dore es  $> 10$  mg se continua con la técnica de partición gravimétrica, el dore es atacado con una solución de ácido nítrico con la finalidad de separar la plata del doré, formándose una solución de nitrato de plata quedando el oro metálico el cual es pesado para determinar la concentración de oro en las muestras y por diferencia la plata.

Si el peso del dore es  $< 10$  mg se continua con la técnica espectrofotométrica, el dore es atacado con ácido nítrico para disolver la plata, luego se añade ácido clorhídrico, precipitando la plata, quedando el oro metálico disuelto en la solución acida.

La concentración de oro en esta solución se cuantifica en un espectrofotómetro de absorción atómica.

### **6.3.2 RESPONSABILIDADES**

El proceso de validación será supervisado por el Jefe de Laboratorio y/o Jefe de Guardia. Las pruebas de validación serán realizadas por el personal analista de cada turno de trabajo, teniendo en cuenta que en cada turno se ha designado personal para operar en una etapa del proceso analítico del método de ensayo.

### **6.3.3 EQUIPO DE TRABAJO**

El grupo de trabajo por cada guardia estaría conformado por :

- a) 1 Analista Químico
- b) 1 Ensayador Químico
- c) 1 Preparador de Muestra

### **6.4 CONTROL DE CALIDAD**

Hoy en día el concepto de calidad va tomando importancia en muchas de las actividades humanas, el laboratorio de análisis no es la excepción porque su producto es la información cualitativa o cuantitativa que se obtiene como resultado del ensayo de una muestra a analizar. La validación de los métodos analíticos verifican que los resultados de los ensayos sean confiables de esa manera se brinda la entera



satisfacción al cliente en un marco de sistema de calidad relacionado con la norma NTC/ISO/IEC 17025

La validación de las metodologías analíticas aplicadas en los laboratorios según las recomendaciones de las agencias internacionales e implementación del sistema de aseguramiento de la calidad, del control de calidad analítica y del sistema de control y vigilancia, incluye la elaboración de toda la documentación relacionada (manual de funcionamiento, protocolos, instructivos, manuales, formatos)

Todos estos procesos se llevan a cabo como parte del sistema de calidad, con el objeto de acreditar los métodos de análisis y obtener reconocimiento como un laboratorio de excelente calidad.

Se determina como los mecanismos de control de calidad del método de ensayo a los siguientes :

(\*) Por guardia se analiza un blanco para las matrices de relave y cabeza, y un blanco para la matriz de concentrado.

**TABLA N° 4**

**MECANISMOS DE CONTROL DE CALIDAD**

<b>Matriz</b>	<b>Control</b>	<b>Frecuencia</b>	<b>Criterio de Aceptación</b>	<b>Acción Correctiva</b>
Geología	Duplicado de Gruesos	Cada 40 muestras (lote) o menor, 1 duplicado.	% Error $\leq$ % Error T y H	Se reporta el valor del porcentaje de error del duplicado.
	Duplicado de Finos	Cada 40 muestras (lote) o menor, 1 duplicado.	% Error $\leq$ % Error T y H	Se reporta el valor del porcentaje de error del duplicado.
	M.R.C.	Cada 40 muestras (lote) o menor, 2 MRC.	Ver Tabla 1. Procedimiento de Elaboración e Interpretación de cartas de control. SGC/PRO/TEC/05.	Ver Tabla 1. Procedimiento de Elaboración e Interpretación de cartas de control. SGC/PRO/TEC/05
	Blanco de Reactivos	Cada 40 muestras (lote) o menor, 1 Blanco.	Concentración del blanco $\leq$ 2LD	Se repite todo el lote de muestras
	Muestra Estéril	Cada 40 muestras (lote) o menor, 1 estéril.	Concentración del blanco $\leq$ 3LD	Se repite todo el lote de muestras
	Ensayo interlaboratorio	Anual	Se aceptan los resultados que se encuentran dentro de $IZI \leq 2$	Se programarán ensayos intralaboratorios entre los analistas que participaron en el ensayo.
	Ensayo de Comparación (externo)	Trimestral	ANOVA : p - value > 0,05 Homogeneidad de Varianzas (Test F ó Test Bartlett's) : p - value > 0,05	Se efectúa una evaluación del proceso analítico realizado.
Relave, Cabeza, Concentrado	Duplicado de Preparación	Cada vez que se realiza el ensayo	porcentaje Error $\leq$ porcentaje Error T y H	Se reporta el valor del porcentaje de error del duplicado.
	Duplicado de Finos	Cada vez que se realiza el ensayo.	porcentaje Error $\leq$ porcentaje Error T y H	Se reporta el valor del porcentaje de error del duplicado.
	M.R.C.	1 MRC por guardia y por matriz.	Ver Tabla 1. Procedimiento de Elaboración e Interpretación de cartas de control. SGC/PRO/TEC/05.	Ver Tabla 1. Procedimiento de Elaboración e Interpretación de cartas de control. SGC/PRO/TEC/05.
	Blanco de Reactivos	1 Blanco por guardia y por matriz (*)	Concentración del blanco $\leq$ 2LD	Se repite todo el lote de muestras
	Ensayo de Comparación (externo)	Trimestral	ANOVA : p - value > 0,05 Homogeneidad de Varianzas (Test F ó Test Bartlett's) : p - value > 0,05	Se efectúa una evaluación del proceso analítico realizado.

Fuente : Elaboración propia

## **6.5 CRITERIOS DE REVALIDACIÓN**

Un método se debe revalidar cuando se modifica alguna de las variables del sistema validado, esto es, modificación del personal o cambio de equipo.

La validación se revisará cada año o cuando se actualice algún documento normativo de referencia.

## **VII MÉTODO DE ENSAYO**

### **Procedimiento**

SGC – PRO – OPE – 07 Determinación de Au y Ag por Fire Assay y finalización por AAS o Gravimétrico

Matriz: Geología

### **7.1 MATERIAL DE REFERENCIA (MRC) USADOS PARA LA VALIDACIÓN**

Estándar : ME – 1301

Estándar : TR – 11206

Estándar : SE – 1

#### **7.1.1 RECOLECCIÓN DE DATOS**

Los estándares fueron analizados por las tres guardias (A, B y C) cada una realizó diez réplicas por Au y Ag. Los resultados se observan a continuación.

Estándar : ME – 1301 (Ag – g/t)

**TABLA N° 5****RESULTADOS OBTENIDOS DE PLATA DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	X9	X10
A	27,14	26,66	26,86	26,75	26,67	27,20	27,30	26,93	26,68	26,44
B	25,36	25,95	25,40	25,76	26,09	25,46	25,72	25,58	25,90	25,62
C	26,52	26,89	26,88	26,55	26,88	26,24	26,33	26,30	25,95	26,17

Fuente : Elaboración Propia

Estándar : TR – 11206 (Ag – g/t)

**TABLA N° 6****RESULTADOS OBTENIDOS DE PLATA DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	X9	X10
A	498,75	496,30	494,15	497,38	496,64	481,22	485,44	479,58	479,12	485,52
B	474,55	478,10	481,28	480,21	476,86	471,85	474,69	477,64	470,70	465,04
C	491,25	500,37	490,91	489,66	488,53	474,78	483,18	485,49	481,07	479,04

Fuente : Elaboración Propia

Estándar : SE – 1 (Ag – g/t)

**TABLA N° 7****RESULTADOS OBTENIDOS DE PLATA DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	X9	X10
A	740,32	735,55	735,55	725,61	735,76	722,43	722,97	719,69	720,91	721,54
B	712,94	708,31	714,92	698,44	697,70	693,20	701,17	697,68	697,19	692,51
C	722,69	722,10	737,21	728,55	722,73	713,28	716,14	720,56	719,86	709,64

Fuente : Elaboración Propia

Estándar : ME – 1301 (Au – g/t)

**TABLA N° 8**

**RESULTADOS OBTENIDOS DE ORO DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	X9	X10
A	0,429	0,445	0,452	0,426	0,436	0,418	0,423	0,402	0,411	0,405
B	0,398	0,399	0,398	0,383	0,397	0,392	0,373	0,383	0,397	0,374
C	0,413	0,428	0,404	0,418	0,431	0,429	0,446	0,435	0,414	0,435

Fuente : Elaboración Propia

Estándar : ME – 1301 (Au – g/t)

**TABLA N° 9**

**RESULTADOS OBTENIDOS DE ORO DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	X9	X10
A	0,429	0,445	0,452	0,426	0,436	0,418	0,423	0,402	0,411	0,405
B	0,398	0,399	0,398	0,383	0,397	0,392	0,373	0,383	0,397	0,374
C	0,413	0,428	0,404	0,418	0,431	0,429	0,446	0,435	0,414	0,435

Fuente : Elaboración Propia

Estándar : SE – 1 (Au – g/t)

**TABLA N° 10**

**RESULTADOS OBTENIDOS DE ORO DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	X9	X10
A	0,52	0,48	0,48	0,52	0,48	0,48	0,48	0,52	0,48	0,48
B	0,48	0,48	0,48	0,48	0,44	0,52	0,44	0,48	0,48	0,44
C	0,52	0,48	0,52	0,52	0,48	0,52	0,52	0,52	0,48	0,52

Fuente : Elaboración Propia

Estándar : TR – 11206 (Au – g/t)

**TABLA N° 11**

**RESULTADOS OBTENIDOS DE ORO DE LAS TRES GUARDIAS**

<b>Guardia</b>	<b>X1</b>	<b>X2</b>	<b>X3</b>	<b>X4</b>	<b>X5</b>	<b>X6</b>	<b>X7</b>	<b>X8</b>	<b>X9</b>	<b>X10</b>
A	1,24	1,20	1,20	1,24	1,24	1,24	1,20	1,16	1,20	1,20
B	1,24	1,24	1,16	1,20	1,16	1,24	1,16	1,16	1,08	1,20
C	1,24	1,20	1,20	1,20	1,20	1,24	1,20	1,20	1,20	1,20

**Fuente :** Elaboración Propia

**7.1.1.2 ESCRUTINIO PARA DETERMINAR VALORES ATIPICOS Y CONSISTENCIA**

Para calcular datos atípicos se aplicará el Test de Grubbs ( $G_p$ ) (ISO 5725–2/7.3.4.1) para las 3 guardias(A, B y C). Aplicando la ecuación (7), determinado a su vez el promedio general aritmético y la desviación estándar de las ecuaciones (8) y (9)

La consistencia entre laboratorios (guardias), h, para cada laboratorio (ISO 5725 – 1/7.3.1.1) y dentro del laboratorio, k, (ISO 5725 – 2/7.3.1.2) se verifica si la estadística de la prueba es menor o igual a los límites de h y k de Mandel para 1% y 5% de nivel de significancia.

Esta evaluación se aplicara a los resultados de los estándares utilizados en la validación tanto para los resultados de oro y plata.

## 7.1.2 TÉCNICA NUMÉRICAS PARA DAR VALIDEZ A LOS RESULTADOS

Se utiliza dos pruebas para este propósito

### 7.1.2.1 PRUEBA DE CHOCAN (ISO 5724 – 2/7.3.3.2)

Dado un conjunto de desviaciones estándar si de p guardias, todas calculadas a partir del mismo número (n) de resultados replicados, la estadística de la prueba de Chrocan (C), es

$$C = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{i=1}^p S_i^2}$$

Donde :

$S_{\max}$  : Es la desviación estándar máxima en el grupo

La prueba recomendada de Cochran se aplica para identificar valores rezagados y erráticos o atípicos Indicados en la tabla (**ver Anexo N° 3**)

### 7.1.2.2 PRUEBA DE GRUBBS (ISO 5725–2/7.3.4.1)

Dado un conjunto de datos  $x_i$  para  $i = 1, 2, \dots, p$ , dispuestos en orden ascendente, determinar si la Observación más grande es un valor errático o atípico utilizando la prueba de Grubbs, calcular la estadística de Grubss,  $G_p$ .



$$G_P = \frac{(x_p - \bar{x})}{S}$$

Donde :  $x = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i$       y       $s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2}$

Para probar la significación de la observación más pequeña, calcular la estadística de la prueba

$$G_1 = (x - x_1) s$$

La prueba recomendada de Grubbs se aplica para identificar valores rezagados y erráticos o atípicos Indicados en la tabla (**ver Anexo N° 4**)

- a) Si la estadística de la prueba es menor o igual a su valor crítico de 5%, el ítem probado es aceptado como correctivo.
- b) Si la estadística de la prueba es mayor que su valor crítico de 5% y menor o igual a su valor crítico de 1%, al ítem probado se le denomina rezagado y es indicado por un solo asterisco.
- c) Si la estadística de prueba es mayor que su valor crítico de 1%, al ítem probado se le denomina valor estadístico errático o atípico y por dos asteriscos.

- d) Si la prueba de Grubbs no muestra que una media de celda es un valor errático o atípico entonces la prueba de Grubbs para dos observaciones erráticas o atípicas.

### 7.1.2.3 PRUEBA DE GRUBBS – DOS OBSERVACIONES ERRÁTICAS O ATÍPICAS

Para probar si las dos observaciones pueden ser valores erráticos o atípicos, se debe ordenar en forma Ascendente los promedios correspondientes al nivel j y calcular la estadística de la prueba de Grubbs G.

$$G_p = s_{p-1,p}^2 s_0^2$$

$$s_0^2 = \sum_{i=1}^p (x_i - x)^2 \quad \text{Y} \quad s_0^2 = \sum_{i=1}^p (x_i - x)^2$$

$$x_{p-1,p} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=1}^{p-2} x_i$$

Promedio del complemento de los dos promedios muestrales más altos, la evaluación para esta prueba de dos observaciones es contraria a la de una observación, es decir se considera que existen valores rezagados y erráticos o atípicos si como resultado de la prueba tenemos valores inferiores a los valores críticos para dos observaciones :

- a) Si la estadística de la prueba es mayor a su valor crítico de 5%, el ítem probado es aceptado como correcto

b) Si la estadística de la prueba es menor o igual que su valor crítico de 5% y mayor o igual a su valor crítico de 1% se le denomina rezagado y es indicado por un solo asterisco.

b-

a) Si la estadística de la prueba es menor que su valor crítico de 1%, al ítem probado se le denomina valor estadístico errático o atípico y es indicado por dos asteriscos.

La **Tabla N° 12** recoge las expresiones para el cálculo de los estadísticos de Cochran(C) y Grubbs (G)

**TABLA N° 12**

**TEST DE CONSISTENCIA NUMÉRICA DE COCHARAN C y GRUBBS (G)**

	<b>ESTADÍSTICO</b>	<b>CRITERIO DE ACEPTACIÓN</b>
<b>COCHRAN</b>	$C = \frac{s_{\max}^2}{\sum_{i=1}^p s_i^2}$	Si $C \leq C_{\text{crítico}}(0,05, p)$ el valor sospechoso se toma como correcto Si $C_{\text{crítico}}(0,05, p) < C \leq C_{\text{crítico}}(0,01, p)$ el valor sospechoso se toma como extraño Si $C > C_{\text{crítico}}(0,01, p)$ el valor sospechoso es anómalo
	Es un test de valores anómalos de una cola pues solo examina el valor más alto S máx. es la desviación típica de mayor valor del conjunto p = n° de laboratorios participantes n = n° de réplicas realizadas	
<b>RUBBS</b>	$G_i = \frac{\frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i - x_1}{\sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2}}$	Si $G \leq G_{\text{crítico}}(0,05, p)$ el valor sospechoso como correcto. Si $G_{\text{crítico}}(0,05, p) > G > G_{\text{crítico}}(0,01, p)$ El valor sospechoso se toma como Valor extraño.
	$G_i = \frac{\frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i - x_1}{\sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2}}$	Si $G > G_{\text{crítico}}(0,01, p)$ el valor sospechoso se considera valor anómalo
En este test los valores deben ser ordenados de forma ascendente $x_i = (i=1,2,3, \dots, p)$ p el número de laboratorio participantes		

Fuente : NTP – ISO 5725–2 1999

Estándar : ME – 1301 (Ag – g/t)

**TABLA N° 13**

**IDENTIFICACION DE VALORES ATIPICOS – PRUEBA DE GRUBBS**

Guardia	Xmin	Xprom	Xmax	S	S <sup>2</sup>	G1	Gp
A	26,44	26,861	27,30	0,27683	0,07663	1,531	1,569
B	25,36	25,684	26,09	0,24401	0,05954	1,316	1,650
C	25,95	26,469	26,89	0,33084	0,10945	1,582	1,258

**Fuente** : Elaboración propia

Variabilidad Del Valor más Grande y El Valor Más Pequeño :

**TABLA N° 14**

**PROMEDIO ESTADÍSTICO DE GRUBBS DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	Gp	G1	G	
A	1,569	1,531	Valor de tabla (1%)	2,482
B	1,650	1,316	Valor de tabla (5%)	2,290
C	1,258	1,582		

**Fuente** : Elaboración propia

Variabilidad De La Media :

**TABLA N° 15**

**PROMEDIO ESTADÍSTICO DE VARIABILIDAD DE LA MEDIA DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	Xprom
A	26,861
B	25,684
C	26,469

**Fuente** : Elaboración propia

**TABLA N° 16**

**VALORES MÍNIMOS Y MÁXIMOS DEL PROMEDIO DE RESULTADOS DE LAS TRES GUARDIAS**

valor de tabla (1%)	1,155	<b>MIN (Xprom)</b>	25,684
valor de tabla (5%)	1,155	<b>MAX (Xprom)</b>	26,861
		<b>PROM (Xprom)</b>	26,338
		<b>S (Xprom)</b>	0,59929
		<b>G1</b>	1,091
		<b>Gp</b>	0,873

**Fuente :** Elaboración propia

**Conclusiones:**

No hay valores atípicos porque los valores de GP Y G1 calculados son menores a los valores encontrados en la tabla, pero existe un dato rezagado que será tomado en cuenta en el estudio de validación. Es decir de acuerdo a la prueba el valor más grande y el valor más pequeño no son atípicos, por lo tanto se aceptan los valores.

**7.1.3 TECNICA GRAFICA DE CONSISTENCIA**

Para detectar valores inconsistentes y poder tomar decisiones con respecto a ellos se aplican la siguiente técnica:

Se utiliza dos mediciones llamadas estadísticas h y k de Mandel :

El estadístico h (entre – laboratorios) compara el valor medio para cada nivel de concentración con el valor asignado. A mayor valor absoluto,  $|h|$ , menor consistencia entre los resultados medios de un laboratorio particular respecto al resto de

laboratorios. El estadístico k (intra – laboratorio) compara, en cambio, la desviación típica de las réplicas con la desviación típica combinada o de repetibilidad.

Si  $k = 1$  la variabilidad de ese laboratorio es igual a la del resto, si  $k > 1$  su variabilidad es mayor y por último si  $k < 1$  su variabilidad es menor. Valores altos de k representan variabilidad intra – laboratorio mientras que valores pequeños pueden indicar escasa sensibilidad en las escalas de medición u otros problemas asociados a las mediciones. (ISO 5725 – 2/7.3.1.1)

$$h_{ij} = \frac{x_{ij} - \bar{x}_j}{\sqrt{\frac{1}{p_j - 1} \sum_{i=1}^{p_j} (x_{ij} - \bar{x}_j)^2}}$$

En el cual :

$$x_{ij} = \frac{1}{n_{ij}} \sum_{k=1}^{n_{ij}} x_{ijk} \quad y \quad para \quad \hat{m} = \bar{x}_j = \frac{\sum_{i=1}^p n_{ij} x_{ij}}{\sum_{i=1}^p n_{ij}}$$

Para lo cual se grafica los valores de hij para cada celda en orden de grupo de Guardias para cada nivel y comparar con las líneas trazadas en el gráfico de barras,

correspondiente a los límites de h para 1% y 5% De nivel de significancia indicado en la tabla h y k de Mandel (**Ver Anexos N° 1 y 2**)

Cálculo de la estadística de la consistencia dentro del laboratorio (ISO 5725–2/7.3.1.2) Primero calcular la desviación estándar combinada dentro de la celda para cada guardia :

$$\frac{\sum s_{ij}^2}{p_j}$$

$$k_{ij} = \frac{s_{ij} p_j}{\sqrt{\sum_{i=1}^{p_j} s_{ij}^2}} = \frac{s_{ij}}{\sqrt{\frac{\sum s_{ij}^2}{p_j}}}$$

La **Tabla N° 17** recoge las expresiones para el cálculo de los estadísticos h y k de Mandel.

TABLA N° 17

TABLA N°17 TEST DE CONSISTENCIA GRÁFICOS h Y k DE MANDEL

	ESTADÍSTICO	CRITERIO DE ACEPTACIÓN
<b>H ENTRE LABORATORIOS</b>	$h_j = \frac{x_{ij} - \bar{x}_j}{\sqrt{\frac{1}{p_j - 1} \sum_{i=1}^{p_j} (x_{ij} - \bar{x}_j)^2}}$	<p>Si <math>h \leq h_{\text{critico}}(0,05, p)</math> el valor sospechoso se toma correcto</p> <p>Si <math>h_{\text{critico}}(0,05, p) \leq h \leq h_{\text{critico}}(0,01,p)</math> el valor sospechoso se toma como extraño</p> <p><math>h &gt; h_{\text{critico}}(0,01,p)</math> el valor sospechoso es anómalo</p>
	<p><math>x_{ij}</math> es el promedio de los valores de cada guardia</p> <p><math>\bar{x}_j</math> es la media general para un nivel de concentración j</p> <p>p es el número de participantes</p>	
<b>K ENTRE LABORATORIOS</b>	$k_{ij} = \frac{s_{ij} p_j}{\sqrt{\sum_{i=1}^{p_j} s_{ij}^2}} = \frac{s_{ij}}{\frac{\sqrt{\sum_{i=1}^{p_j} s_{ij}^2}}{p_j}}$	<p>Si <math>k \leq k_{\text{critico}}(0,05, p)</math> el valor sospechoso se toma como correcto</p> <p>Si <math>k_{\text{critico}}(0,05, p) \leq k \leq k_{\text{critico}}(0,01,p)</math> el valor sospechoso se toma como extraño</p> <p><math>k &gt; k_{\text{critico}}(0,01, p)</math> el valor sospechoso es anómalo</p>
	<p><math>s_{ij}</math> es la desviación típica de los resultados de cada laboratorio particular p es el número de participantes</p>	

Fuente : Elaboración propia

Consistencia entre guardias y dentro de las guardias



**TABLA N° 18**

**TEST DE CONSISTENCIA GRÁFICOS h Y k DE MANDEL**

Guardia	X prom	S	S <sup>2</sup>	X <sub>prom</sub> - X <sub>pt</sub>	(X <sub>prom</sub> - X <sub>pt</sub> ) <sup>2</sup>	H Mandel	K Mandel
A	26,861	0,27683	0,07663	0,52295	- 0,27347	0,87	0,97
B	25,684	0,24401	0,05954	0,65395	0,42766	- 1,09	0,85
C	26,469	0,33084	0,10945	0,13101	0,01716	0,22	1,16

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 19**

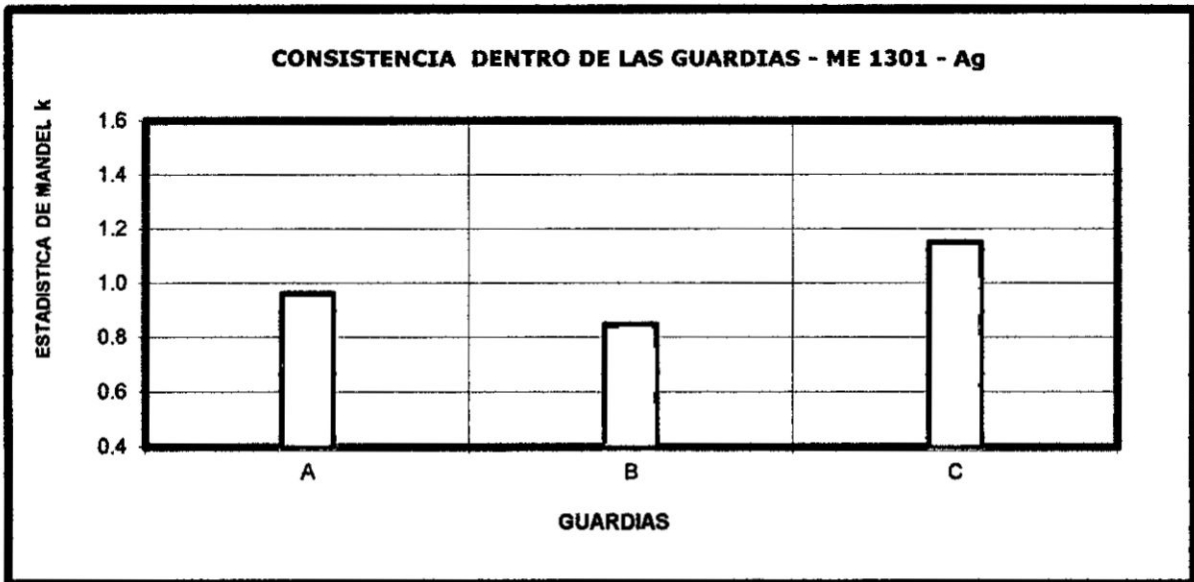
**PROMEDIO DE RESULTADOS Y PROMEDIO DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR**

X <sub>pt</sub>	26,338
ΣS <sup>2</sup>	0,24562
Σ (X <sub>prom</sub> - x <sub>pt</sub> ) <sup>2</sup>	0,71829

Fuente : Elaboración propia

**GRÁFICO N° 1**

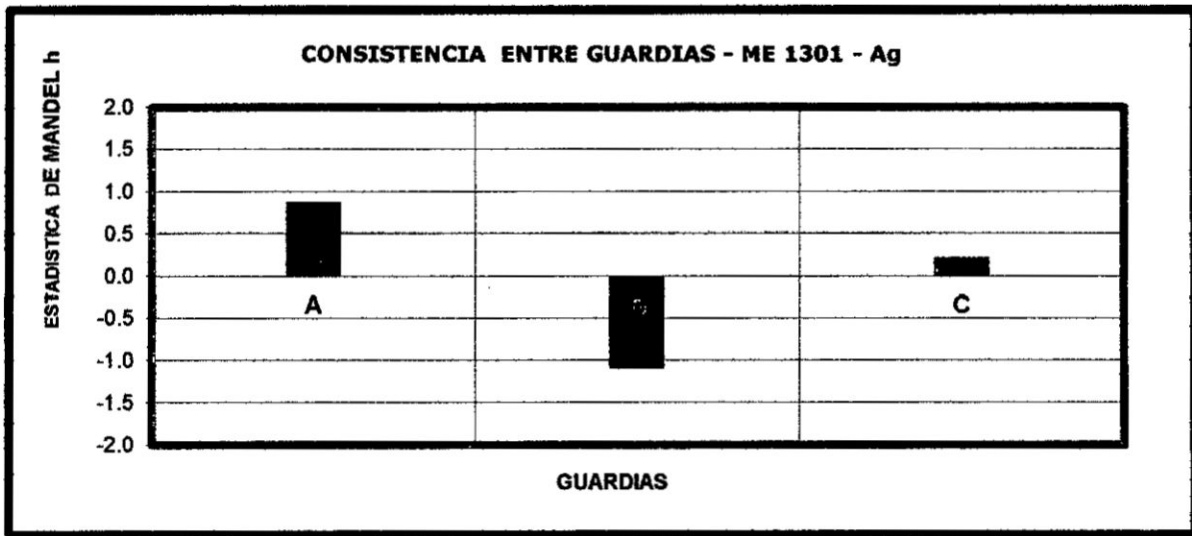
**k DE MANDEL DE LAS TRES GUARDIAS**



Fuente : Elaboración propia

## GRÁFICO N° 2

### h DE MANDEL DE LAS TRES GUARDIAS



Fuente : Elaboración propia

Conclusiones :

Los resultados obtenidos después de los ensayos realizados por las tres guardias con diez replicas cada una, son consistentes porque los valores de h y k de Mandel son menores o iguales a los obtenidos en tabla N°18

Estándar : TR – 11206 (Ag – g/t)

TABLA N° 20

#### IDENTIFICACIÓN DE VALORES ATÍPICOS – PRUEBA DE GRUBBS

Guardia	X min	X prom	X max	S	S <sup>2</sup>	G1	Gp
A	479,12	489,410	498,75	7,98216	63,71484	1,290	1,170
B	465,04	475,092	481,28	4,88100	23,82419	2,060	1,268
C	474,78	486,427	500,37	7,32676	53,68135	1,590	1,903

Fuente : Elaboración propia:

Variabilidad Del Valor más Grande y El Valor Más Pequeño :

**TABLA N° 21**

**PROMEDIO ESTADÍSTICO DE GRUBBS DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	Gp	G1	G	
A	1,170	1,290	Valor de tabla (1%)	2,482
B	1,268	2,060	Valor de tabla (5%)	2,290
C	1,903	1,590		

Fuente : Elaboración propia

Variabilidad De La Media :

**TABLA N° 22**

**PROMEDIO ESTADÍSTICO DE VARIABILIDAD DE LA MEDIA DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	X prom
A	489,410
B	475,092
C	486,427

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 23**

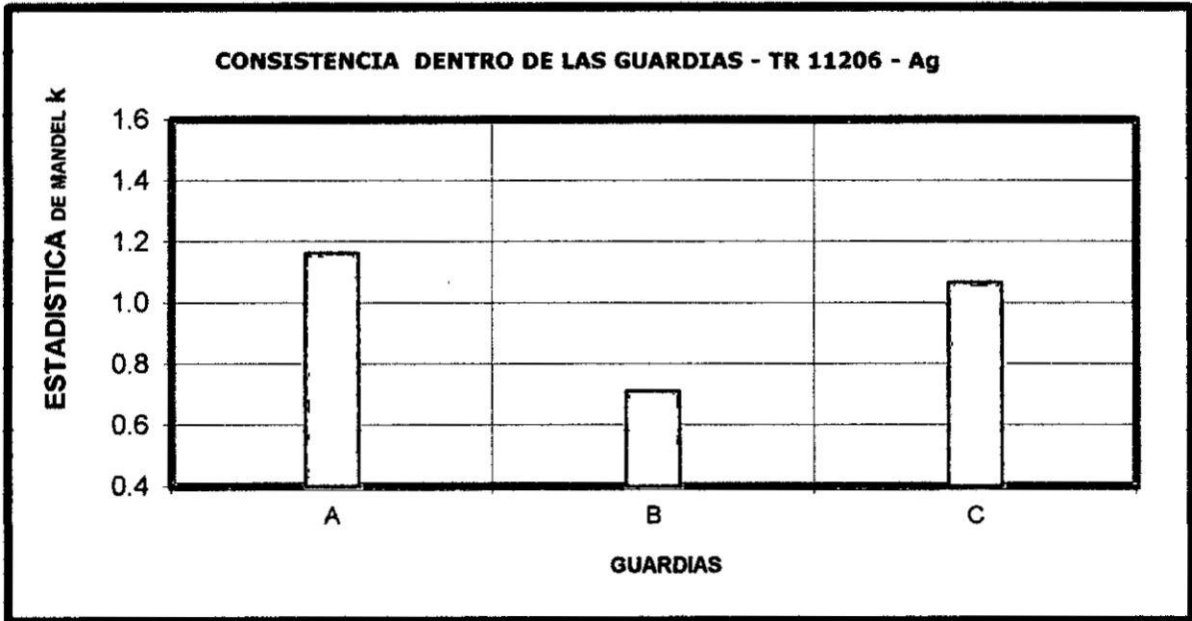
**VALORES MÍNIMOS Y MÁXIMOS DEL PROMEDIO SDE RESULTADOS DE LAS TRES GUARDIAS**

valor de tabla (1%)	1,155	MIN (Xprom)	475,092
valor de tabla (5%)	1,155	MAX (Xprom)	489,410
		PROM (Xprom)	483,643
		S (Xprom)	7,55438
		G1	1,132
		Gp	0,763

Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO N° 3

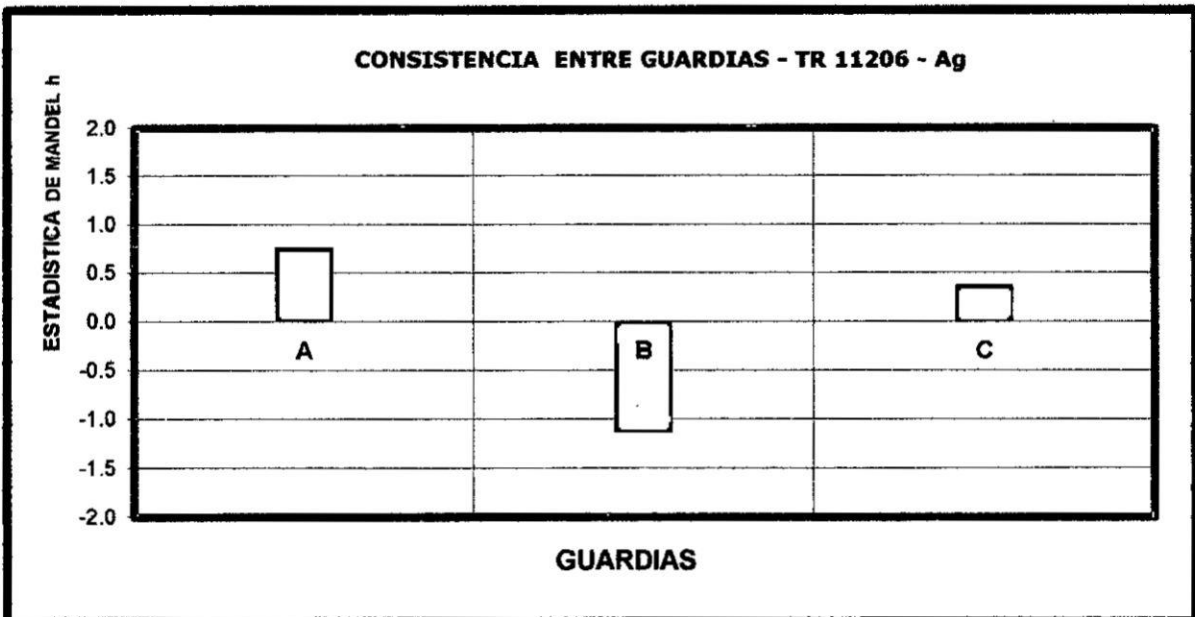
#### k DE MANDEL DE LAS TRES GUARDIAS



Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO N° 4

#### h DE MANDEL DE LAS TRES GUARDIAS



Fuente : Elaboración propia

Conclusiones :

Los resultados obtenidos después de los ensayos realizados por las tres guardias con diez replicas cada una, son consistentes porque los valores de h y k de Mandel son menores o iguales a los obtenidos en tabla.

Estándar : SE – 1 (Ag – g/t)

**TABLA N° 26**

**IDENTIFICACION DE VALORES ATIPICOS – PRUEBA DE GRUBBS**

Guardia	X min	X prom	X máx.	S	S <sup>2</sup>	G1	Gp
A	719,69	728,032	740,32	7,81056	61,00482	1,068	1,573
B	692,51	701,406	714,92	7,91658	62,67221	1,124	1,707
C	709,64	721,276	737,21	7,74353	59,96221	1,503	2,057

Fuente : Elaboración propia

Variabilidad Del Valor más Grande y El Valor más Pequeño:

**TABLA N° 27**

**PROMEDIO ESTADÍSTICO DE GRUBBS DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	Gp	G1
A	1,573	1,068
B	1,707	1,124
C	2,057	1,503

Fuente : Elaboración propia

Variabilidad De La Media :

**TABLA N° 28**

**PROMEDIO ESTADÍSTICO DE VARIABILIDAD DE LA MEDIA DE LAS TRES GUARDIAS**

<b>Guardia</b>	<b>X prom</b>		<b>G</b>
A	728,032	Valor de tabla (1%)	2,482
B	701,406	Valor de tabla (5%)	2,290
C	721,276		

**Fuente :** Elaboración propia

**TABLA N° 29**

**VALORES MÍNIMOS Y MÁXIMOS DEL PROMEDIO DE RESULTADOS DE LAS TRES GUARDIAS**

valor de tabla (1%)	1,155	<b>MIN (Xprom)</b>	701,406
valor de tabla (5%)	1,155	<b>MAX (Xprom)</b>	728,032
		<b>PROM (Xprom)</b>	716,905
		<b>S (Xprom)</b>	13,84115
		<b>G1</b>	1,120
		<b>Gp</b>	0,804

**Fuente :** Elaboración propia

Conclusiones :

No hay valores atípicos porque los valores de GP Y G1 calculados son menores a los valores encontrados en la tabla. Es decir de acuerdo a la prueba el valor más grande y el valor más pequeño no son atípicos, por lo tanto se aceptan los valores.

**TABLA N° 30**

**PRUEBA DE CONSISTENCIA (h y k de MANDEL)**

**CONSISTENCIA ENTRE GUARDIAS Y DENTRO DE LAS GUARDIAS**

Guardia	X prom	S	S <sup>2</sup>	X prom - X <sub>pt</sub>	(X prom - X <sub>pt</sub> ) <sup>2</sup>	h Mandel	k Mandel
A	728,032	7,81056	61,00482	11,12747	123,82050	0,80	1,00
B	701,406	7,91658	62,67221	- 15,49912	240,22285	- 1,12	1,01
C	721,276	7,74353	59,96221	4,37166	19,11140	0,32	0,99

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 31**

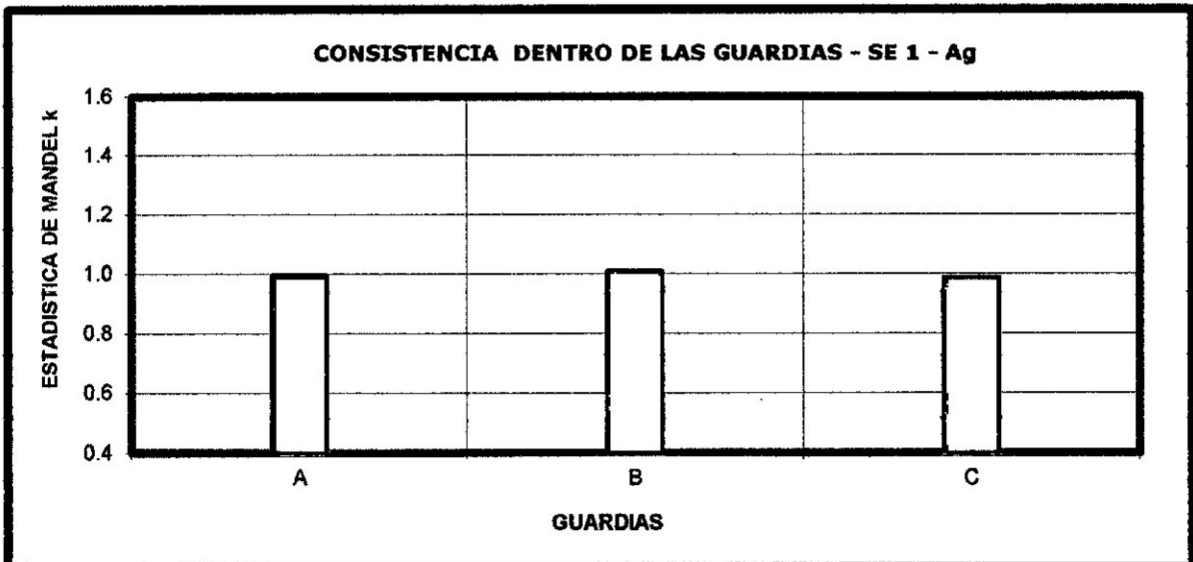
**PROMEDIO DE RESULTADOS Y PROMEDIO DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR**

X <sub>pt</sub>	716,905		
Σ S <sup>2</sup>	183,63924	h	k
Σ (X <sub>prom</sub> - x <sub>pt</sub> ) <sup>2</sup>	383,15475	Valor de la tabla (1%)	1,15 1,39
		Valor de la tabla (5%)	1,15 1,29

Fuente : Elaboración propia

**GRÁFICO N° 5**

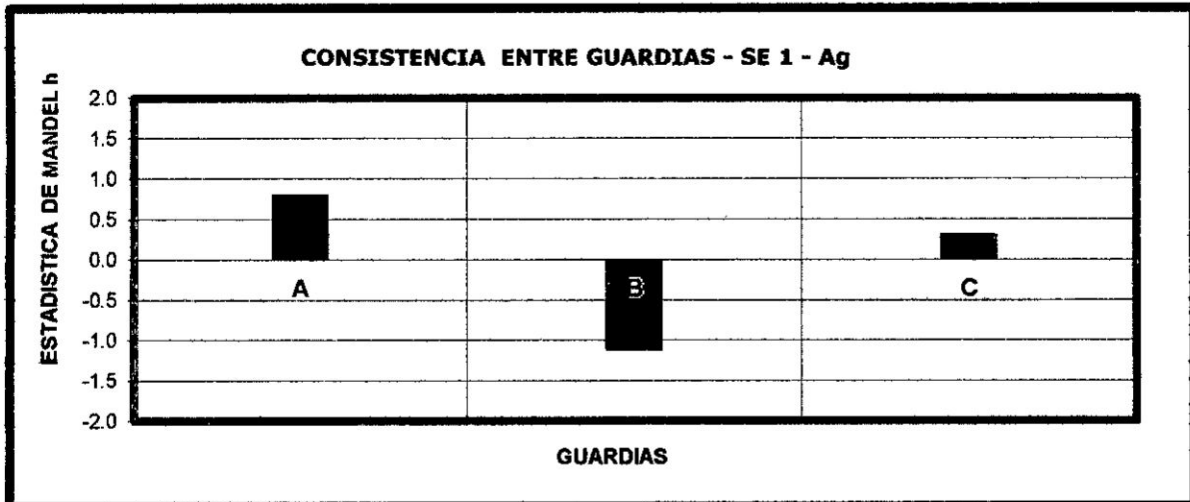
**k DE MANDEL DE LAS TRES GUARDIAS**



Fuente : Elaboración propia

## GRÁFICO N° 6

### h DE MANDEL DE LAS TRES GUARDIAS



Fuente : Elaboración propia

Conclusiones :

Los resultados obtenidos después de los ensayos realizados por las tres guardias con diez replicas cada una, son consistentes porque los valores de h y k de Mandel son menores o iguales a los obtenidos en tabla.

Estándar : ME – 1301 (Au – g/t)

**TABLA N° 32**

#### IDENTIFICACION DE VALORES ATIPICOS – PRUEBA DE GRUBBS

Guardia	X min	X prom	X máx.	S	S <sup>2</sup>	G1	Gp
A	0,402	0,425	0,452	0,01644	0,00027	1,360	1,660
B	0,373	0,390	0,399	0,01026	0,00011	1,586	0,884
C	0,404	0,425	0,446	0,01281	0,00016	1,673	1,631

Fuente : Elaboración propia



Variabilidad Del Valor más Grande y El Valor Más Pequeño :

**TABLA N° 33**

**PROMEDIO ESTADÍSTICO DE GRUBBS DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	Gp	G1		G
A	1,660	1,360	Valor de la tabla (1%)	2,482
B	0,884	1,586	Valor de la tabla (5%)	2,290
C	1,631	1,673		

**Fuente :** Elaboración propia

Variabilidad De La Media :

**TABLA N° 34**

**VALORES MÍNIMOS Y MÁXIMOS DEL PROMEDIO DE RESULTADOS DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	X prom	MIN (Xprom)	0,390
A	0,425	MAX (Xprom)	0,425
B	0,390	PROM (Xprom)	0,413
C	0,425	S (Xprom)	0,02048
		G1	1,155
		Gp	0,595

**Fuente :** Elaboración propia

**TABLA N° 35**

**VALORES DE h DE MANDEL**

valor de tabla (1%)	1,155
valor de tabla (5%)	1,155

**Fuente :** Tabla N° 171 y N°172

Conclusiones :

No hay valores atípicos porque los valores de GP Y G1 calculados son menores a los valores encontrados en la tabla. Es decir de acuerdo a la prueba el valor más grande y el valor más grande y el valor más pequeño no son atípicos, por lo tanto se aceptan los valores.

**TABLA N° 36**

**PRUEBA DE CONSISTENCIA (h y k de MANDEL)  
CONSISTENCIA ENTRE GUARDIAS Y DENTRO DE LAS GUARDIAS**

Guardia	$X_{prom}$	S	$S^2$	$X_{prom} - X_{pt}$	$(X_{prom} - X_{pt})^2$	h Mandel	h Mandel
A	0,425	0,01644	0,00027	0,01146	0,00013	0,56	1,23
B	0,390	0,01026	0,00011	- 0,02364	0,00056	- 1,15	0,76
C	0,425	0,01281	0,00016	0,01219	0,00015	0,60	0,96

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 37**

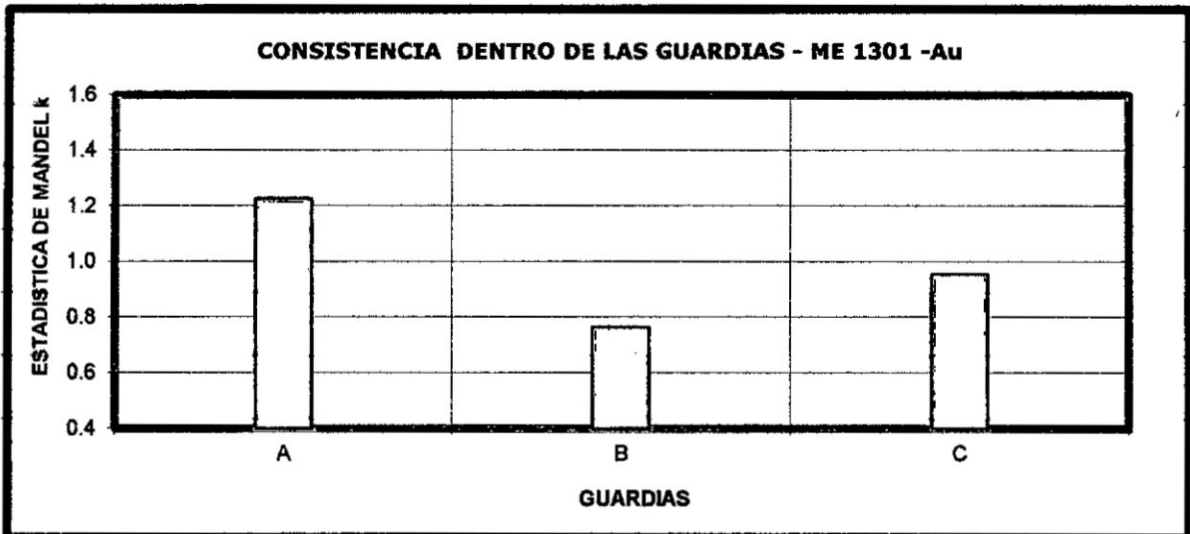
**PROMEDIO DE RESULTADOS Y PROMEDIO DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR**

$X_{pt}$	0,413		<b>h</b>	<b>k</b>
$\Sigma S^2$	0,00054	Valor de la tabla (1%)	1,15	1,39
$\Sigma (X_{prom} - x_{pt})^2$	0,00084	Valor de la tabla (5%)	1,15	1,29

Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO N° 7

#### k DE MANDEL DE LAS TRES GUARDIAS



Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO N° 8

#### h DE MANDEL DE LAS TRES GUARDIAS



Fuente : Elaboración propia

Conclusiones :

Los resultados obtenidos después de los ensayos realizados por las tres guardias con diez replicas cada una, son consistentes porque los valores de h y k de Mandel son menores o iguales a los obtenidos en la tabla.

Estándar : SE – 1 (Au – g/t)

**TABLA N° 38**

**IDENTIFICACION DE VALORES ATIPICOS – PRUEBA DE GRUBBS**

Guardia	X min	X prom	X max	S	S <sup>2</sup>	G1	Gp
A	0,48	0,492	0,52	0,01932	0,00037	0,621	1,449
B	0,44	0,472	0,52	0,02530	0,00064	1,265	1,897
C	0,48	0,508	0,52	0,01932	0,00037	1,449	0,621

Fuente : Elaboración propia

Variabilidad Del Valor más Grande y El Valor Más Pequeño:

**TABLA N° 39**

**PROMEDIO ESTADÍSTICO DE GRUBBS DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	Gp	G1	valor de tabla (1%)	2,482
A	1,449	0,621	valor de tabla (5%)	2,290
B	1,897	1,265		
C	0,621	1,449		

Fuente : Elaboración propia

Variabilidad De La Media :

**TABLA N° 40**

**VALORES MÍNIMOS Y MÁXIMOS DEL PROMEDIO DE RESULTADOS DE LAS TRES GUARDIAS**

<b>Guardia</b>	<b>X prom</b>	<b>MIN (Xprom)</b>	0,472
A	0,492	<b>MAX (Xprom)</b>	0,508
B	0,472	<b>PROM (Xprom)</b>	0,491
C	0,508	<b>S (Xprom)</b>	0,01804
		<b>G1</b>	1,035
		<b>Gp</b>	0,961

**Fuente :** Elaboración propia

**TABLA N° 41**

**VALORES DE h DE MANDEL**

valor de tabla (1%)	1,155
valor de tabla (5%)	1,155

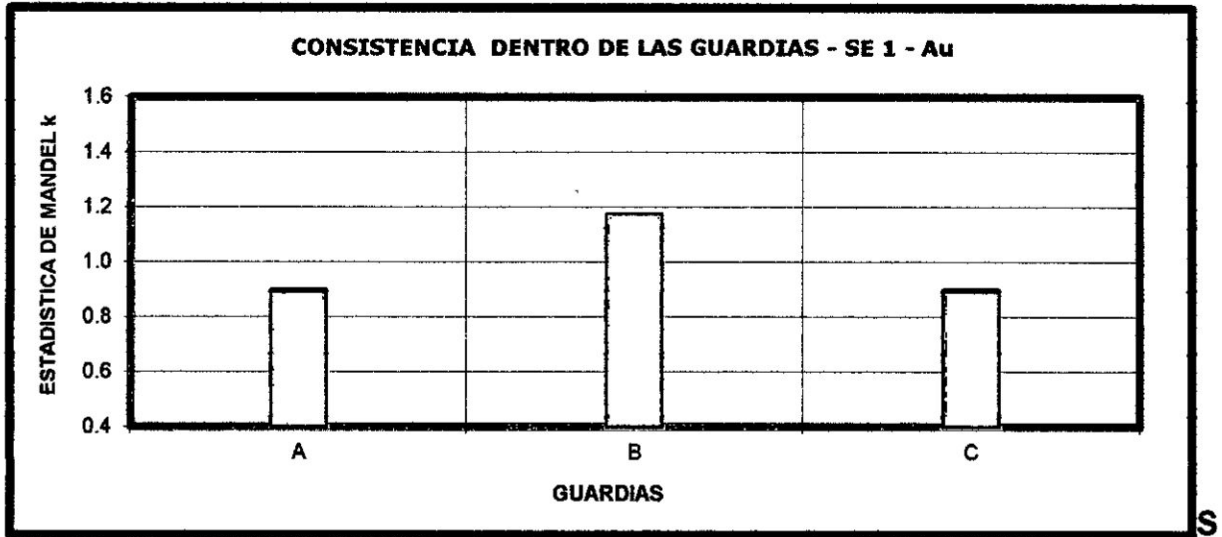
**Fuente :** Tabla N° 171 y N°172

**Conclusiones :**

No hay valores atípicos porque los valores de GP Y G1 calculados son menores a los valores encontrados en la tabla. Es decir de acuerdo a la prueba el valor más grande y el valor más pequeño no son atípicos, por lo tanto se aceptan los valores

### GRÁFICO N° 9

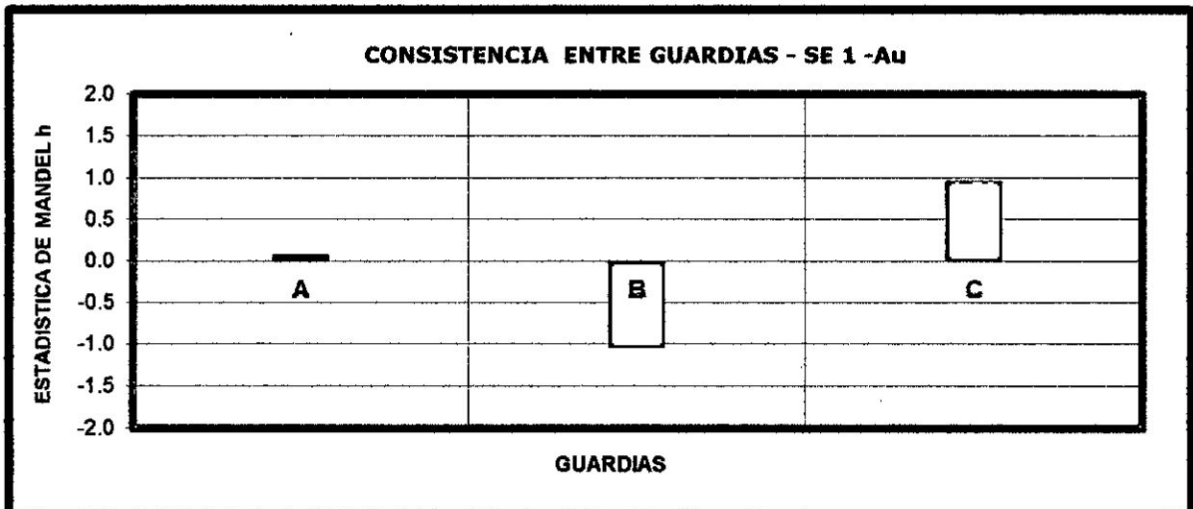
#### PRUEBA DE CONSISTENCIA (h y k de MANDEL) CONSISTENCIA ENTRE GUARDIAS Y DENTRO DE LAS GUARDIA



Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO N° 10

#### h DE MANDEL DE LAS TRES GUARDIAS



Fuente : Elaboración propia

Conclusiones :

Los resultados obtenidos después de los ensayos realizados por las tres guardias con diez replicas cada una, son consistentes porque los valores de h y k de Mandel son menores o iguales a los obtenidos en tabla N°171

Estándar : ARC – 2 (Au – g/t)

**TABLA N° 42**

**IDENTIFICACION DE VALORES ATIPICOS – PRUEBA DE GRUBBS**

Guardia	X min	X prom	X max	S	S <sup>2</sup>	G1	Gp
A	1,16	1,212	1,24	0,02700	0,00073	1,926	1,037
B	1,08	1,184	1,24	0,05060	0,00256	2,055	1,107
C	1,20	1,208	1,24	0,01687	0,00028	0,474	1,897

Fuente : Elaboración propia

Variabilidad Del Valor más Grande y El Valor Más Pequeño:

**TABLA N° 43**

**PROMEDIO ESTADÍSTICO DE GRUBBS DE LA TRES GUARDIAS**

Guardia	Gp	G1	valor de tabla (1%)	2,482
A	1,037	1,926	valor de tabla (5%)	2,290
B	1,107	2,055		
C	1,897	0,474		

Fuente : Elaboración propia

Variabilidad De La Media :

**TABLA N° 44**

**VALORES MÍNIMO Y MÁXIMO DEL PROMEDIO DE RESULTADOS DE LAS TRES GUARDIAS**

Guardia	X prom		G
A	1,212	Valor de tabla (1%)	1,155
B	1,184	Valor de tabla (5%)	1,155
C	1,208		

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 45**

**VALORES MÍNIMOS Y MÁXIMOS DEL PROMEDIO DE RESULTADOS DE LAS TRES GUARDIAS**

MIN ( $X_{prom}$ )	1,184
MAX ( $X_{prom}$ )	1,212
PROM ( $X_{prom}$ )	1,201
S ( $X_{prom}$ )	0,01514
G1	1,145
G <sub>p</sub>	0,704

Fuente : Elaboración propia

Conclusiones :

No hay valores atípicos porque los valores de GP Y G1 calculados son menores a los valores encontrados en la tabla. Es decir de acuerdo a la prueba el valor más grande y el valor más pequeño no son atípicos, por lo tanto se aceptan los valores.



**TABLA N° 46**

**PRUEBA DE CONSISTENCIA (h y k de MANDEL)**

**CONSISTENCIA ENTRE GUARDIAS Y DENTRO DE LAS GUARDIAS**

Guardia	X prom	S	S <sup>2</sup>	X prom - X pt	(X prom - X pt) <sup>2</sup>	h Mandel	k Mandel
A	1,212	0,02700	0,00073	0,01067	0,00011	0,70	0,78
B	1,184	0,05060	0,00256	- 0,01733	0,00030	- 1,14	1,47
C	1,208	0,01687	0,00028	0,00667	0,00004	0,44	0,49

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 47**

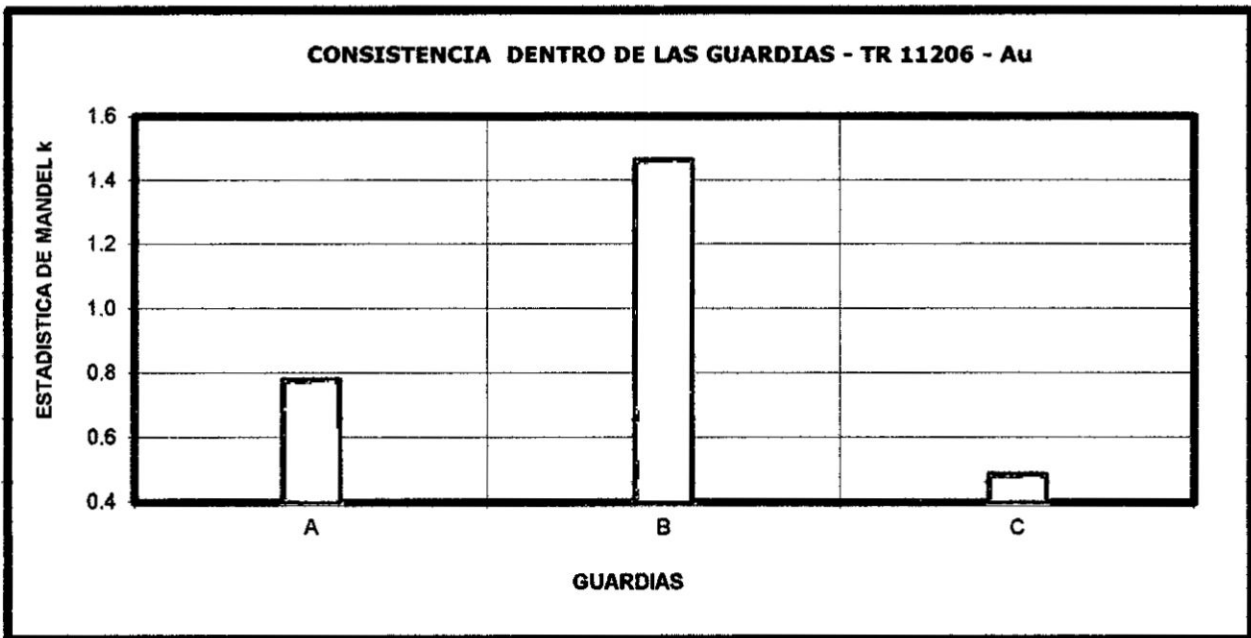
**PRUEBA DE CONSISTENCIA h y k DE MANDEL**

X pt	1,201		h	k
Σ S <sup>2</sup>	0,00357	Valor de la tabla (1%)	1,15	1,39
Σ (Xprom - xpt) <sup>2</sup>	0,00046	Valor de la tabla (5%)	1,15	1,29

Fuente : Elaboración propia

**GRÁFICO N° 11**

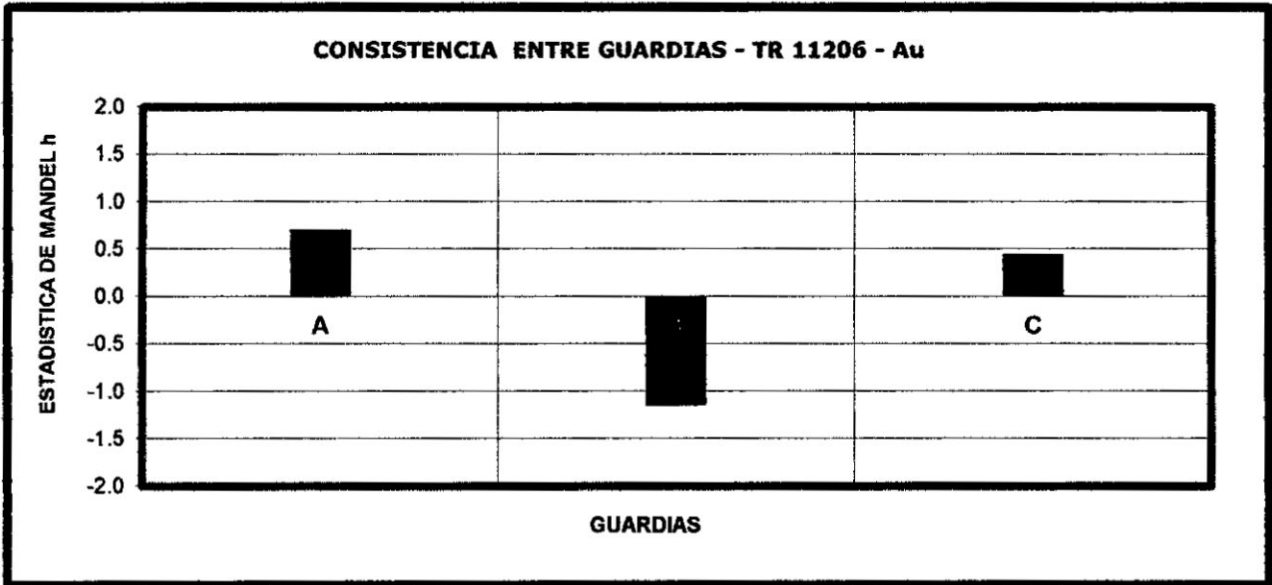
**k DE MANDEL DE LAS TRES GUARDIAS**



Fuente : Elaboración propia

## GRÁFICO N° 12

### h DE MANDEL DE LAS TRES GUARDIAS



Fuente : Elaboración propia

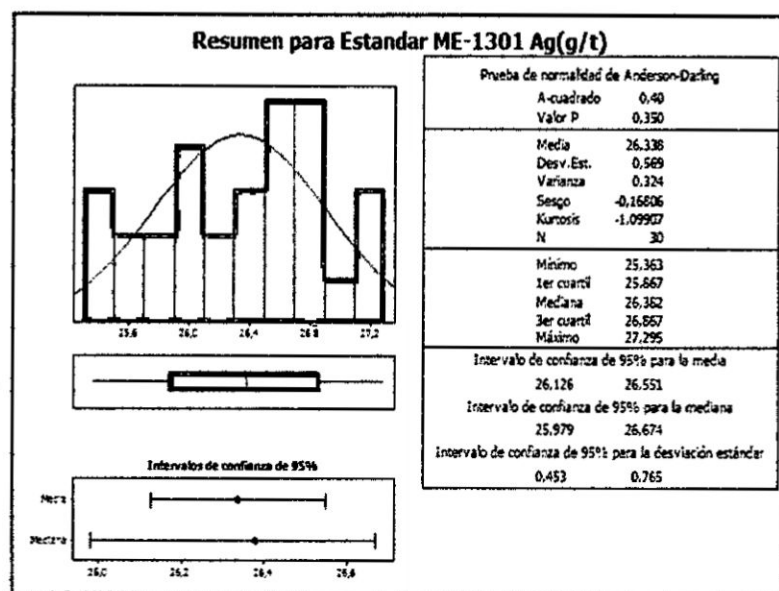
#### Conclusiones :

Los resultados obtenidos después de los ensayos realizados por las tres guardias con diez replicas cada una, son consistentes porque los valores de h y k de Mandel son menores o iguales a los obtenidos en tabla.

## 7.1.4 RESUMEN ESTADISTICO

Estándar : ME – 1301 (Ag – g/t)

### GRÁFICO N° 13 RESUMEN ESTADÍSTICO



Fuente : Elaboración propia

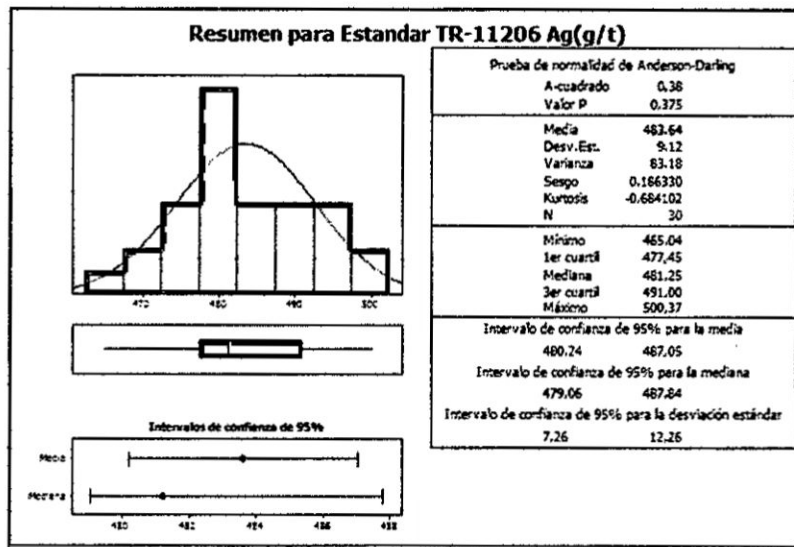
Conclusiones :

La media de los resultados de los ensayos realizados por las tres guardias es 26,338 cuyo intervalo confianza al 95% se halla para las medias de 26,126 á 26,551, la desviación estándar es 0,569 cuyo intervalo de confianza de 95% para las medias de 25,979 á 26,551. Para un nivel de significancia de 0,05, la prueba de normalidad de Anderson – Darling indica que los resultados de los ensayos siguen una distribución normal.

Estándar : TR – 11206 (Ag – g/t)

## GRÁFICO N° 14

### RESUMEN ESTADÍSTICO



**Fuente :** Elaboración propia

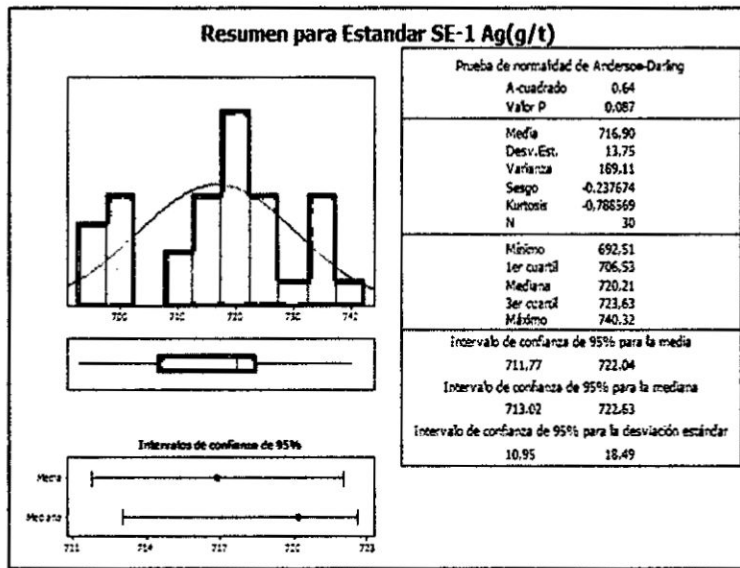
**Conclusiones :**

La media de los resultados de los ensayos realizados por las tres guardias es 483,64 cuyo intervalo de confianza al 95% se halla para las medias de 480,24 a 487,05; la desviación estándar es 9,12 cuyo intervalo de confianza de 95% para las medias de 479,06 á 487,05. Para un nivel de significancia de 0,05; la prueba de normalidad de Anderson – Darling indica que los resultados de los ensayos siguen una distribución normal.

**Estándar :** SE – 1 (Ag – g/t)

## GRÁFICO N° 15

### RESUMEN ESTADÍSTICO



**Fuente :** Elaboración propia

#### Conclusiones :

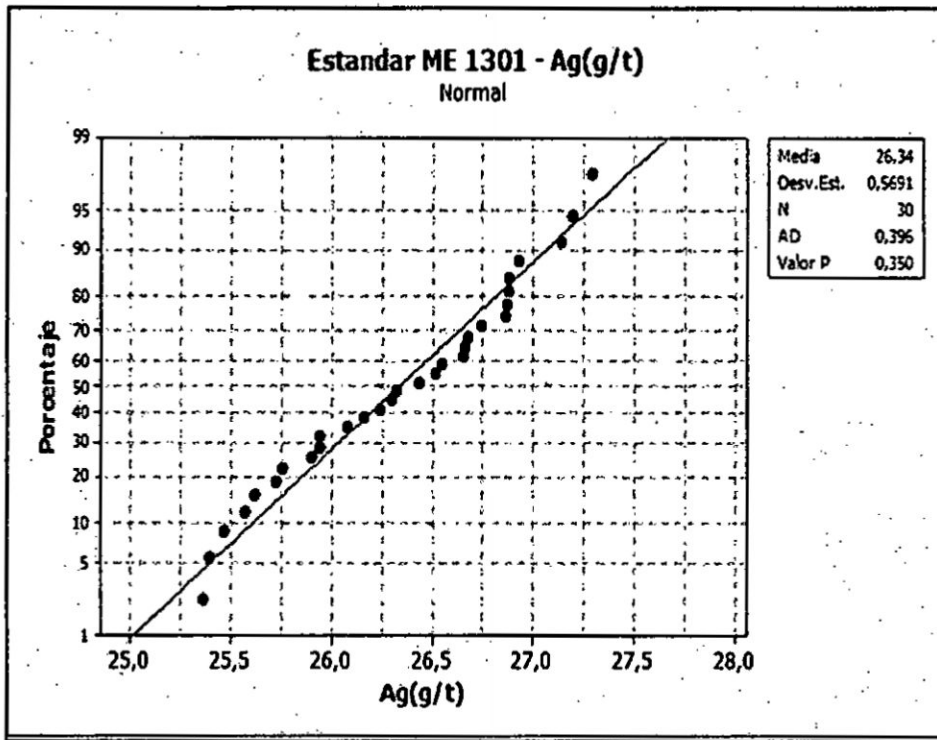
La media de los resultados de los ensayos realizados por las tres guardias es 716,90 cuyo intervalo de confianza al 95% se halla para las medias de 711,77 á 722,04, la desviación estándar es 13,75 cuyo intervalo de confianza de 95% para las medias de 711,77 á 722,04. Para un nivel de significancia de 0,05, la prueba de normalidad de Anderson – Darling indica que los resultados de los ensayos siguen una distribución normal.

#### 7.1.5 VERIFICACIÓN DE LA NORMALIDAD DE LOS DATOS

La verificación de la normalidad de los datos se realizará mediante el test de Anderson y Darling utilizando el software minitab.

### GRÁFICO N° 16

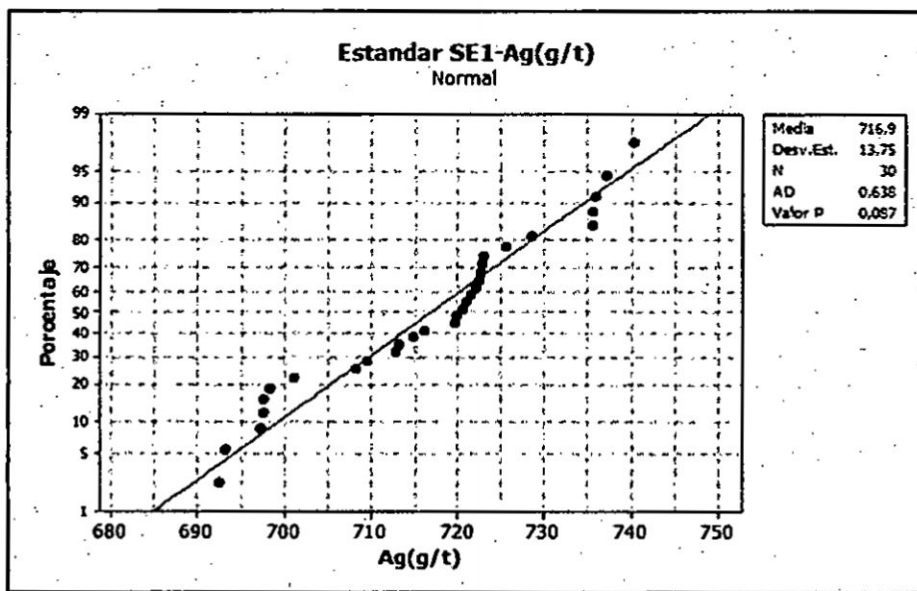
#### TEST DE ANDERSON Y DARLING – GRÁFICO DE NORMALIDAD



Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO N° 17

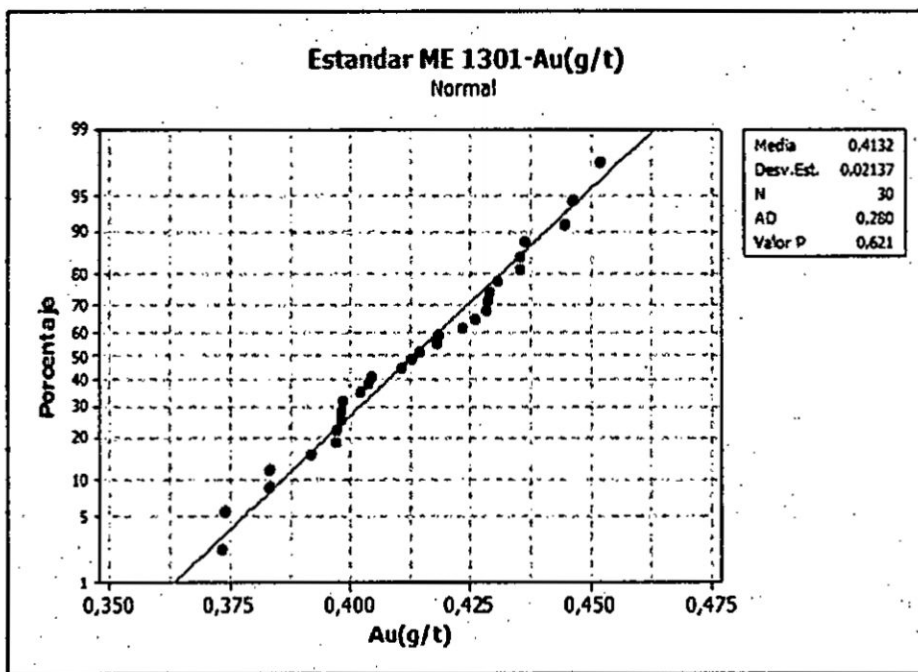
#### TEST DE ANDERSON Y DARLING – GRÁFICO DE NORMALIDAD



Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO N° 18

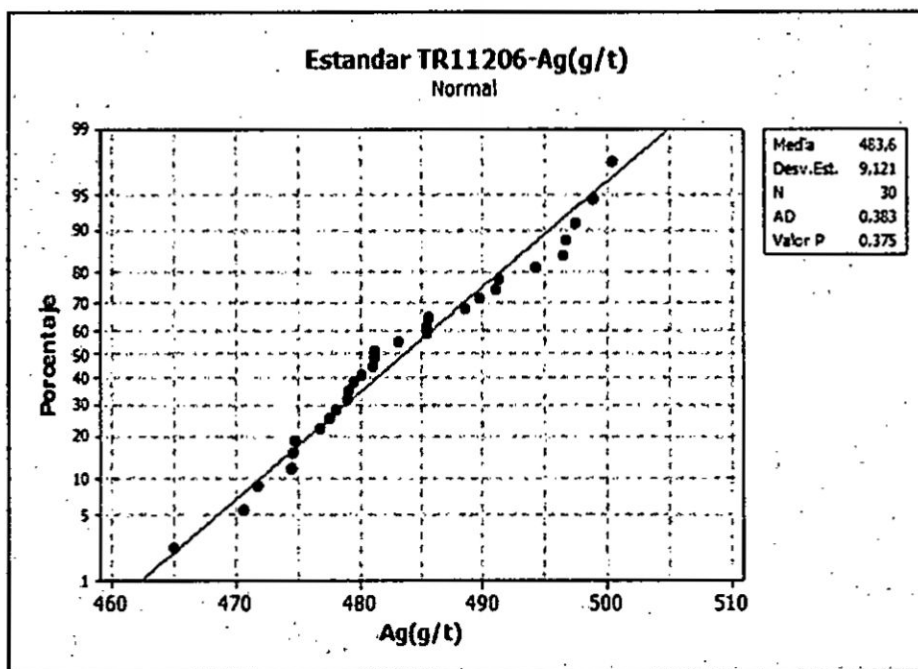
#### TEST DE ANDERSON Y DARLING – GRÁFICO DE NORMALIDAD



Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO N° 19

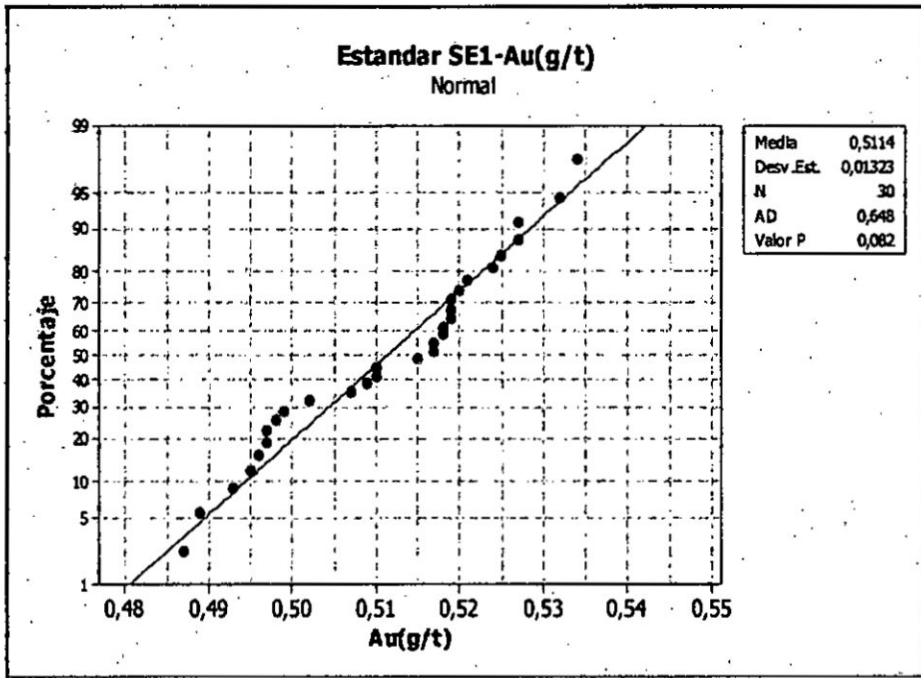
#### TEST DE ANDERSON Y DARLING – GRÁFICO DE NORMALIDAD



Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO Nº 20

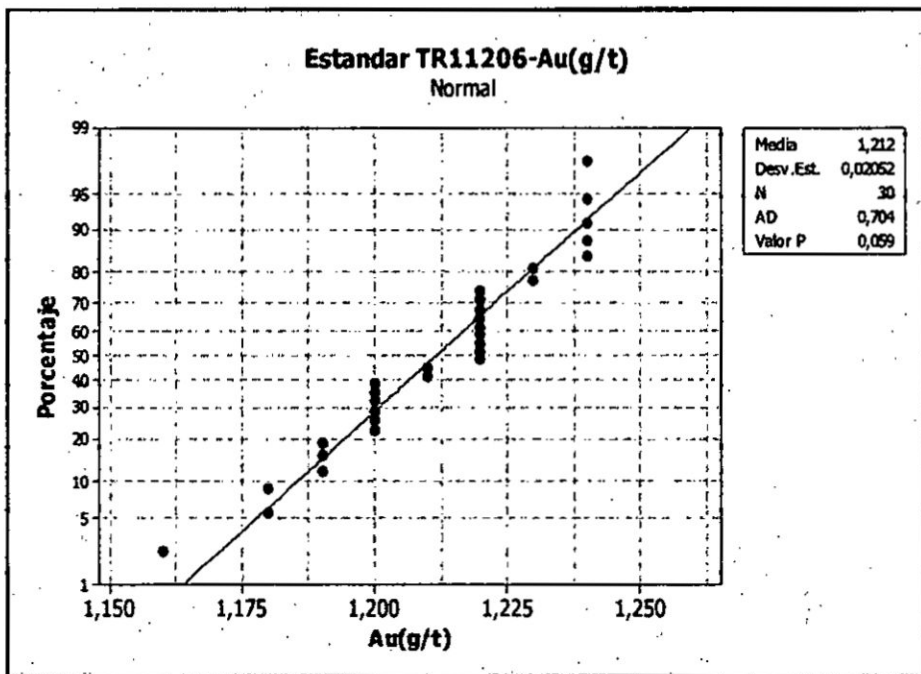
#### TEST DE ANDERSON Y DARLING – GRÁFICO DE NORMALIDAD



Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO Nº 21

#### TEST DE ANDERSON Y DARLING – GRÁFICO DE NORMALIDAD



Fuente : Elaboración propia



Conclusiones :

**TABLA N° 48**

**RESULTADOS DE LA NORMATIVIDAD DE DATOS**

<b>NORMALIDAD DE LOS DATOS DE Ag</b>			
<b>ESTANDAR</b>	<b>P-value</b>	<b>CRITERIO DE ACEPTACION</b>	<b>CONFORMIDAD</b>
ME- 1301	0.350	P-Value > 0.05	Conforme
TR-11206	0.375		Conforme
SE-1	0.087		Conforme

**Fuente** : Elaboración propia

**ABLA N° 49**

**RESULTADOS DE LA NORMATIVIDAD DE DATOS**

<b>NORMALIDAD DE LOS DATOS DE Au</b>			
<b>ESTANDAR</b>	<b>P – value</b>	<b>CRITERIO DE ACEPTACIÓN</b>	<b>CONFORMIDAD</b>
ME – 1301	0,621	P – Value > 0,05	Conforme
SE – 1	0,082		Conforme
TR – 11206	0,059		Conforme

**Fuente** : Elaboración propia

**7.1.6 PRUEBA DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS**

La verificación de la homogeneidad de varianzas se realizará mediante el test de Bartlett utilizando el software minitab.

**7.1.6.1 TEST DE BARTELETT**

Estándar : ME – 1301 (Ag – g/t)

Prueba de varianzas iguales : ME1301 Ag vs. Guardia

Intervalos de confianza de Bonferroni de 95% para desviaciones estándares

TABLA N° 50

RESULTADOS DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS

Guardia	N	Inferior	Desv. Est.	Superior
A	10	0,176349	0,276827	0,589110
B	10	0,155442	0,244007	0,519266
C	10	0,210755	0,330836	0,704046

Fuente : Elaboración propia

Prueba de Bartlett (distribución normal)

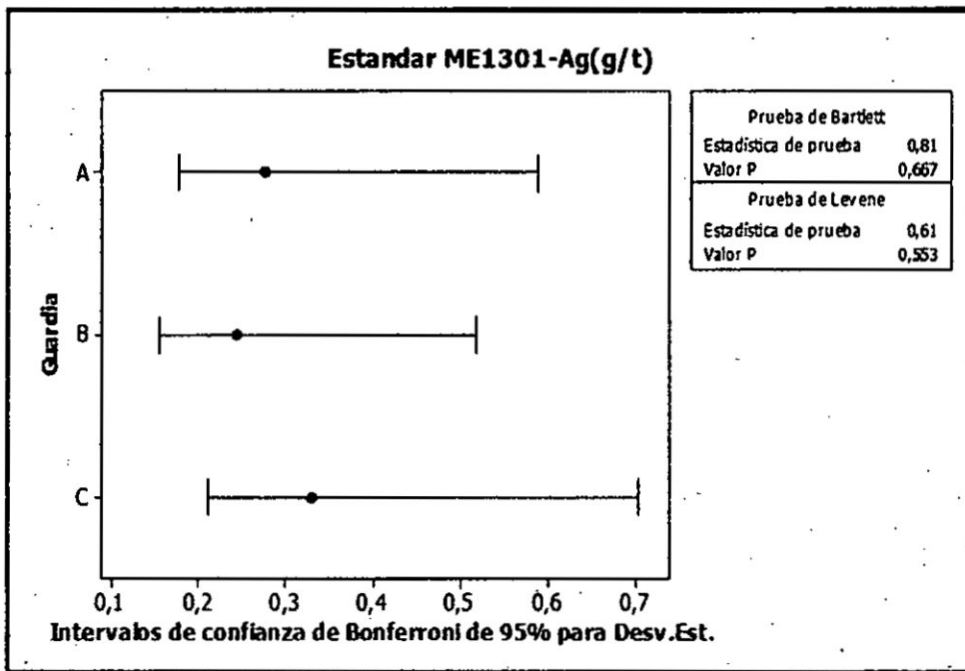
Estadística de prueba = 0,81; valor p = 0,667

Prueba de Levene (cualquier distribución continua)

Estadística de prueba = 0,61; valor p = 0,553

GRÁFICO N° 22

PRUEBA DE BARLETT Y LEVENE



Fuente : Elaboración propia

Estándar : TR – 11206 (Ag – g/t)

Prueba de varianzas iguales : TR 11206 – Ag vs. Guardia

Intervalos de confianza de Bonferroni de 95% para desviaciones estándares

**TABLA N° 51**

**RESULTADOS DE HOMETEIDAD DE VARIANZA**

Guardia	N	Inferior	Desv. Est.	Superior
A	10	5,08494	7,98216	16,9867
B	10	3,10939	4,88100	10,3872
C	10	4,66742	7,32676	15,5919

Fuente : Elaboración propia

Prueba de Bartlett (distribución normal)

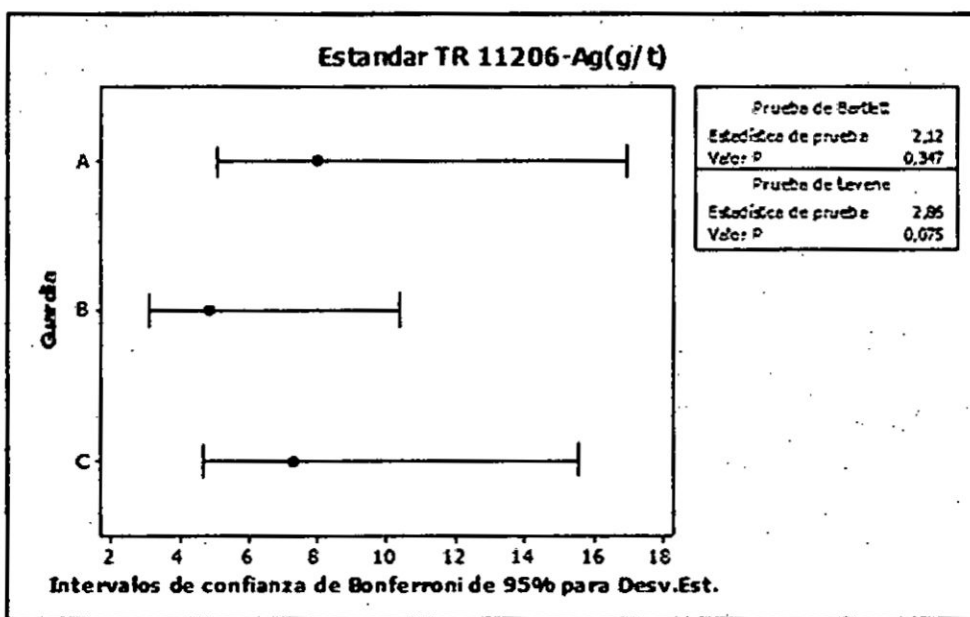
Estadística de prueba = 2,12; valor p = 0,347

Prueba de Levene (cualquier distribución continua)

Estadística de prueba = 2,86; valor p = 0,075

**GRÁFICO N° 23**

**PRUEBA DE BARLETT Y LEVENE**



Fuente : Elaboración propia

Estándar : SE - 1 (Ag - g/t)

Prueba de varianzas iguales : SE1 - Ag vs. Guardia

Intervalos de confianza de Bonferroni de 95% para desviaciones estándares

TABLA N° 52

RESULTADOS DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS

Guardia	N	Inferior	Desv. Est.	Superior
A	10	4,97563	7,81056	16,6215
B	10	5,04316	7,91658	16,8471
C	10	4,93292	7,74353	16,4789

Fuente : Elaboración propia

Prueba de Bartlett (distribución normal)

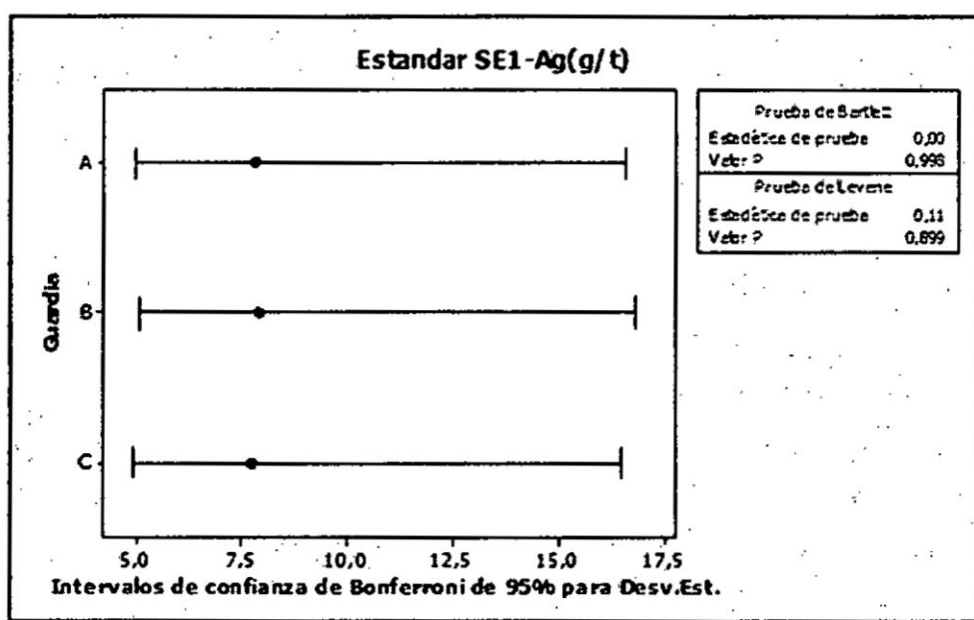
Estadística de prueba = 0,00; valor p = 0,998

Prueba de Levene (cualquier distribución continua)

Estadística de prueba = 0,11; valor p = 0,899

GRÁFICO N° 24

PRUEBA DE BARLETT Y LEVENE



Fuente : Elaboración propia

Estándar : ME – 1301 (Au – g/t)

Prueba de varianzas iguales : ME 1301 – Au vs. Guardia

Intervalos de confianza de Bonferroni de 95% para desviaciones estándares

**TABLA N° 53**

**RESULTADOS DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS**

Guardia	N	Inferior	Desv. Est.	Superior
A	10	0,0104736	0,1164410	0,0349878
B	10	0,0065333	0,0102557	0,0218251
C	10	0,0081618	0,0128121	0,0272651

Fuente : Elaboración propia

Prueba de Bartlett (distribución normal)

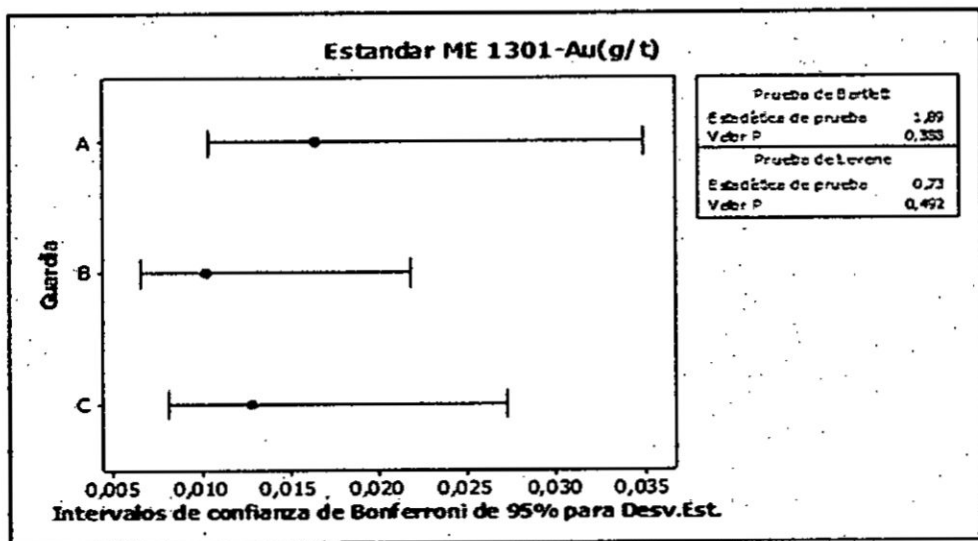
Estadística de prueba = 1,89; valor p = 0,388

Prueba de Levene (cualquier distribución continua)

Estadística de prueba = 0,73; valor p = 0,492

**GRÁFICO N° 25**

**PRUEBA DE BARLETT Y LEVENE**



Fuente : Elaboración propia

Estándar : TR – 11206 (Au – g/t)

Prueba de varianzas iguales: TR 11206 – Au vs. Guardia

Intervalos de confianza de Bonferroni de 95% para desviaciones estándares

**TABLA N° 54**

**RESULTADOS DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS**

Guardia	N	Inferior	Desv. Est.	Superior
A	10	0,0096144	0,0150923	0,0321177
B	10	0,0175234	0,0275076	0,0585384
C	10	0,0116500	0,0182878	0,0389180

Fuente : Elaboración propia

Prueba de Bartlett (distribución normal)

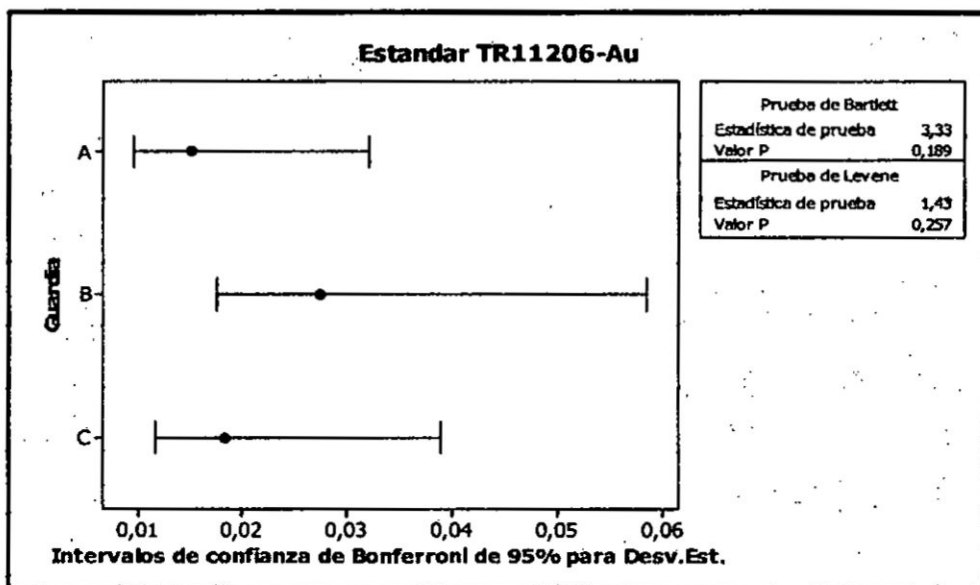
Estadística de prueba = 3,33; valor p = 0,189

Prueba de Levene (cualquier distribución continua)

Estadística de prueba = 1,43; valor p = 0,257

**GRÁFICO N° 26**

**PRUEBA DE BARLETT Y LEVENE**



Fuente : Elaboración propia

Estándar : SE - 1 (Au - g/t)

Prueba de varianzas iguales: SE1 Au vs. Guardia

Intervalos de confianza de Bonferroni de 95% para desviaciones estándares

**TABLA N° 55**

**RESULTDOS DE HOMOGENEIRDAD DE VARIANZAS**

Guardia	N	Inferior	Desv. Est.	Superior
A	10	0,0123088	0,0193218	0,0411184
B	10	0,0161159	0,0252982	0,0538367
C	10	0,0123088	0,0193218	0,0411184

Fuente : Elaboración propia

Prueba de Bartlett (distribución normal)

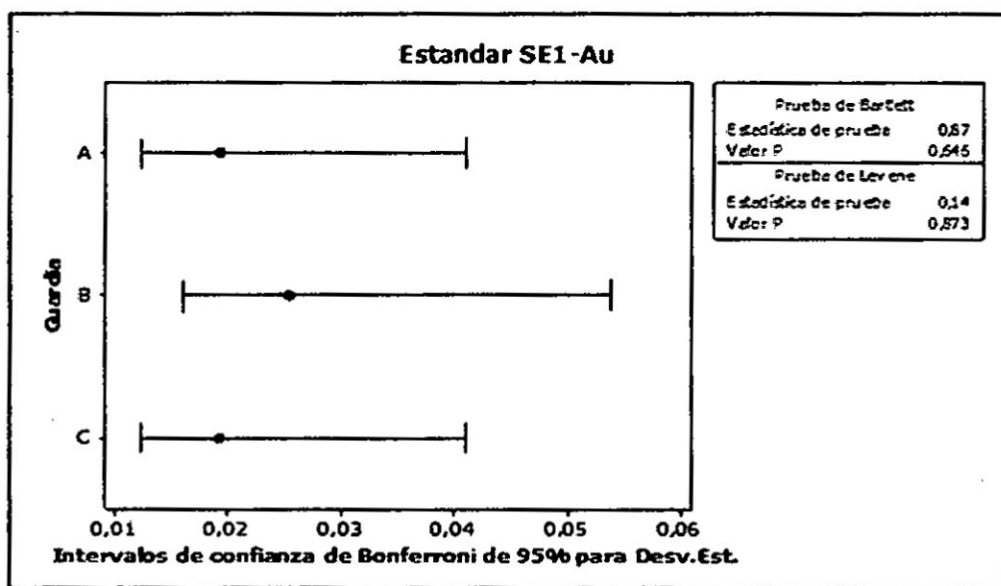
Estadística de prueba = 0,87; valor p = 0,646

Prueba de Levene (cualquier distribución continua)

Estadística de prueba = 0,14; valor p = 0,87

**GRÁFICO N° 27**

**PRUEBA DE BARLETT Y LEVENE**



Fuente : Elaboración propia

Conclusiones :

**TABLA N° 56**

**RESULTADOS DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS**

<b>HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS DE LOS DATOS DE Ag</b>			
<b>ESTANDAR</b>	<b>P – value</b>	<b>CRITERIO DE ACEPTACIÓN</b>	<b>CONFORMIDAD</b>
ME – 1301	0,553	P – Value > 0,05	Conforme
TR – 11206	0,075		Conforme
SE – 1	0,899		Conforme

**Fuente :** Elaboración propia

**TABLA N° 57**

**RESULTADOS DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS**

<b>HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS DE LOS DATOS DE Au</b>			
<b>ESTANDAR</b>	<b>P – value</b>	<b>CRITERIO DE ACEPTACIÓN</b>	<b>CONFORMIDAD</b>
ME – 1301	0,492	P – Value > 0,05	Conforme
TR – 11206	0,257		Conforme
SE – 1	0,873		Conforme

**Fuente :** Elaboración propia

**7.1.7 EVALUACIÓN DE LA PRECISIÓN**

Estándar : ME – 1301 (Ag – g/t)

**7.1.7.1 CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE PRECISIÓN**

**TABLA N° 58**

**RESULTADOS OBTENIDOS DE PLATA DE LAS TRES GUARDIAS**

<b>Guardia</b>	<b>X1</b>	<b>X2</b>	<b>X3</b>	<b>X4</b>	<b>X5</b>	<b>X6</b>	<b>X7</b>	<b>X8</b>	<b>X9</b>	<b>X10</b>
A	27,14	26,66	26,86	26,75	26,67	27,20	27,30	26,93	26,68	26,44
B	25,36	25,95	25,40	25,76	26,09	25,46	25,72	25,58	25,90	25,62
C	26,52	26,89	26,88	26,55	26,88	26,24	26,33	26,30	25,95	26,17

**Fuente :** Elaboración propia



**TABLA N° 59**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VALOR PROMEDIO Y VARIANZA DE LAS GUARDIAS**

Guardia	X prom	S <sup>2</sup>
1	26,861	0,07663
2	25,684	0,05954
3	26,469	0,10945

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 60**

**CÁLCULO DE LOS ESTADÍSTICOS DE PRECISIÓN**

$\Sigma X_{prom}$	79,014
$\Sigma (X_{prom})^2$	2081,804
$\Sigma S^2$	0,24562

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 61**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VARIANZAS**

Var. Estadísticas	
T1	790,14
T2	20818,0
T3	30
T4	300
T5	2,210622967

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 62**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VARIANZAS**

$(S_r)^2$	0,08187
$(S_L)^2$	0,34686
$(S_R)^2$	0,42874
m	26,34

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 63**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VARIANZAS**

<b>S<sub>r</sub></b>	0,28614
<b>S<sub>L</sub></b>	0,58895
<b>S<sub>R</sub></b>	0,65478

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 64**

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

<b>% RSD<sub>R</sub></b>	2,49
<b>% RSD<sub>r</sub></b>	1,09

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 65**

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD DE HORWITZ**

<b>% RSD<sub>R</sub> (Horwitz)</b>	9,78
<b>% RSD<sub>r</sub> (Horwitz)</b>	6,55

Fuente : Elaboración propia

**7.1.7.2 LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

Límite de Repetibilidad

Límite de Reproducibilidad

**TABLA N° 66**

**LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

<b>r</b>	0,80
<b>R</b>	1,83

Fuente : Elaboración propia

Conclusiones :

Los valores obtenidos de Ag del estándar ME – 1301 son precisos debido a que los RSD de repetibilidad y reproducibilidad experimentales son menores a los RSD teóricos de repetibilidad y reproducibilidad de Horwitz.

Estándar : TR – 11206 (Ag – g/t)

### 7.1.8 CÁLCULOS DE LAS ESTADÍSTICAS DE PRECISIÓN

**TABLA N° 67**

#### RESULTADOS OBTENIDOS DE PLATA DE LAS TRES GUARDIAS

Guardia	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	X9	X10
A	498,75	496,30	494,15	497,38	496,64	481,22	485,44	479,58	479,12	485,52
B	474,55	478,10	481,28	480,21	476,86	471,85	474,69	477,64	470,70	465,04
C	491,25	500,37	490,91	489,66	488,53	474,78	483,18	485,49	481,07	479,04

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 68**

#### CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VALOR PROMEDIO Y VARIANZA DE LAS GUARDIAS

Guardia	X prom	S <sup>2</sup>
1	489,410	63,71484
2	475,092	23,82419
3	486,427	53,68135

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 69**

#### CÁLCULOS DE LOS ESTADÍSTICOS DE PRECISIÓN

$\Sigma X_{prom}$	1450,929
$\Sigma (X_{prom})^2$	701845,405
$\Sigma S^2$	141,22038

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 70**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICOS DE VARIANZAS**

<b>Var. Estadísticas</b>	
<b>T1</b>	14509,29
<b>T2</b>	7018454,0
<b>T3</b>	30
<b>T4</b>	300
<b>T5</b>	1270,983445

**Fuente :** Elaboración propia

**TABLA N° 71**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VARIANZAS**

<b>(S<sub>r</sub>)<sup>2</sup></b>	47,07346
<b>(S<sub>L</sub>)<sup>2</sup></b>	50,00770
<b>(S<sub>R</sub>)<sup>2</sup></b>	97,08116
<b>m</b>	483,64

**Fuente :** Elaboración propia

**TABLA N° 72**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DEVARIANZAS**

<b>S<sub>r</sub></b>	6,86101
<b>S<sub>L</sub></b>	7,07161
<b>S<sub>R</sub></b>	9,85298

**Fuente :** Elaboración propia

**TABLA N° 73**

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

<b>% RSD<sub>R</sub></b>	2,04
<b>% RSD<sub>r</sub></b>	1,42

**Fuente :** Elaboración propia

**TABLA N° 74**

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD DE HORWITZ**

% RSD <sub>R</sub> (Horwitz)	6,31
% RSD <sub>r</sub> (Horwitz)	4,23

**Fuente :** Elaboración propia

**7.1.8.1 LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRUDICTIBILIDAD**

Límite de Repetibilidad

Límite de Reproducibilidad

**TABLA N° 75**

**LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

r	19,21
R	27,59

**Fuente :** Elaboración propia

**Conclusiones :**

Los valores obtenidos de Ag del estándar TR – 11206 son precisos debido a que los RSD de repetibilidad y reproducibilidad experimentales son menores a los RSD teóricos de repetibilidad y reproducibilidad de Horwitz.

**Estándar :** SE – 1 (Ag – g/t)

## 7.1.9 CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE PRECISIÓN

**TABLA N° 76**

### RESULTADOS OBTENIDOS DE PLATA DEL AS TRES GUARDIAS

Guardia	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	X9	X10
A	740,32	735,55	735,55	725,61	735,76	722,43	722,97	719,69	720,91	721,54
B	712,94	708,31	714,92	698,44	697,70	693,20	701,17	697,68	697,19	692,51
C	722,69	722,10	737,21	728,55	722,73	713,28	716,14	720,56	719,86	709,64

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 77**

### CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VALOR PROMEDIO Y VARIANZA DE LAS TRESGUARDIAS

Guardia	X prom	S <sup>2</sup>
1	728,032	61,00482
2	701,406	62,67221
3	721,276	59,96221

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 78**

### CÁLCULO DE LOS ESTADÍSTICOS DE PRECISIÓN

$\Sigma X_{prom}$	2150,714
$\Sigma (X_{prom})^2$	1542240,671
$\Sigma S^2$	183,63924

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 79**

### CÁLCULO DE ESTADÍSTICOS DEVARIANZAS

Var. Estadísticas	
T1	21507,14
T2	15422406,7
T3	30
T4	300
T5	1652,753162

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 80**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VARIANZAS**

$(S_r)^2$	61,21308
$(S_L)^2$	182,39541
$(S_R)^2$	243,60849
m	716,90

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 81**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VARIANZAS**

$S_r$	7,82388
$S_L$	13,50538
$S_R$	15,60796

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 82**

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

% $RSD_R$	2,18
% $RSD_r$	1,09

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 83**

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR DE RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD DE HORWITZ**

% $RSD_R$ (Horwitz)	5,95
% $RSD_r$ (Horwitz)	3,98

Fuente : Elaboración propia

### 7.1.9.1 LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRUDUCTIBILIDAD

Límite de Repetibilidad

Límite de Reproducibilidad

**TABLA N° 84**

#### LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD

<b>r</b>	21,91
<b>R</b>	43,70

Fuente : Elaboración propia

Conclusiones :

Los valores obtenidos de Ag del estándar SE – 1 son precisos debido a que los RSD de repetibilidad y reproducibilidad experimentales son menores a los RSD teóricos de repetibilidad y reproducibilidad de Horwitz.

Estándar : ME – 1301 (Au – g/t)

**TABLA N° 85**

#### RESULTADOS OBTENIDOS DE ORO DE LAS TRES GUARDIAS

Guardia	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	X9	X10
A	0,429	0,445	0,452	0,426	0,436	0,418	0,423	0,402	0,411	0,405
B	0,398	0,399	0,398	0,383	0,397	0,392	0,373	0,383	0,397	0,374
C	0,413	0,428	0,404	0,418	0,431	0,429	0,446	0,435	0,414	0,435

Fuente : Elaboración propia



**TABLA N° 86**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VALOR PROMEDIO Y VARIANZA DE LAS GUARDIAS**

Guardia	X prom	S <sup>2</sup>	Σ Xprom	1,240
1	0,425	0,00027	Σ (Xprom) <sup>2</sup>	0,513
2	0,390	0,00011	ΣS <sup>2</sup>	0,00054
3	0,425	0,00016		

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 87**

**CÁLCULO DE LOS ESTADÍSTICOS DE PRECISIÓN**

Var. Estadísticas	
T1	12,40
T2	5,1
T3	30
T4	300
T5	0,004856733

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 88**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VARIANZA**

(S <sub>r</sub> ) <sup>2</sup>	0,00018
(S <sub>L</sub> ) <sup>2</sup>	0,00039
(S <sub>R</sub> ) <sup>2</sup>	0,00057
m	0,41

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 89**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VARIANZA**

S <sub>r</sub>	0,01341
S <sub>L</sub>	0,01981
S <sub>R</sub>	0,02392

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 90**

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

% RSD <sub>R</sub>	5,79
% RSD <sub>r</sub>	3,25

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 91**

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD DE HORWITZ**

% RSD <sub>R</sub> (Horwitz)	18,28
% RSD <sub>r</sub> (Horwitz)	12,25

Fuente : Elaboración propia

**7.1.10 LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

Límite de Repetibilidad

Límite de Reproducibilidad

**TABLA N° 92**

**LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

r	0,04
R	0,07

Fuente : Elaboración propia

Conclusiones :

Los valores obtenidos de Au del estándar ME – 1301 son precisos debido a que los RSD de repetibilidad y reproducibilidad experimentales son menores a los RSD teóricos de repetibilidad y reproducibilidad de Horwitz.

Estándar : SE - 1 (Au - g/t)

### 7.1.10.1 CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE PRECISIÓN

**TABLA N° 93**

#### RESULTADOS OBTENIDOS DE ORO DEL AS TRS GUARDIAS

Guardia	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	X9	X10
A	0,520	0,480	0,480	0,520	0,480	0,480	0,480	0,520	0,480	0,480
B	0,480	0,480	0,480	0,480	0,440	0,520	0,440	0,480	0,480	0,440
C	0,520	0,480	0,520	0,520	0,480	0,520	0,520	0,520	0,480	0,520

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 94**

#### CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VALOR PROMEDIO Y VARIANZA DE LAS GUARDIAS

Guardia	X prom	S <sup>2</sup>	Σ Xprom	1,472
1	0,492	0,00037	Σ (Xprom) <sup>2</sup>	0,723
2	0,472	0,00064	ΣS <sup>2</sup>	0,00139
3	0,508	0,00037		

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 95**

#### CÁLCULO DE LOS ESTADÍSTICOS DE PRECISIÓN

Var. Estadísticas	
T1	14,72
T2	7,2
T3	30
T4	300
T5	0,01248

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 96**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VARIANCIAS**

$(S_r)^2$	0,00046
$(S_L)^2$	0,00026
$(S_R)^2$	0,00072
m	0,49

**Fuente** : Elaboración propia

**TABLA N° 97**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VARIANCIAS**

$S_r$	0,02150
$S_L$	0,01600
$S_R$	0,02680

**Fuente** : Elaboración propia

**TABLA N° 98**

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

% RSD <sub>R</sub>	5,46
% RSD <sub>r</sub>	4,38

**Fuente** : Elaboración propia

**TABLA N° 99**

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD DE HORWITZ**

% RSD <sub>R</sub> (Horwitz)	17,81
% RSD <sub>r</sub> (Horwitz)	11,93

**Fuente** : Elaboración propia

### 7.1.11 LÍMITES REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD

Límite de Repetibilidad

Límite de Reproducibilidad

**TABLA N° 100**

#### LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD

<b>r</b>	0,06
<b>R</b>	0,08

Fuente : Elaboración propia

Conclusiones :

Los valores obtenidos de Au del estándar SE – 1 son precisos debido a que los RSD de repetibilidad y reproducibilidad experimentales son menores a los RSD teóricos de repetibilidad y reproducibilidad de Horwitz.

Estándar : TR – 11206 (Au – g/t)

#### 7.1.11.1 CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE PRECISIÓN

**TABLA N° 101**

#### RESULTADOS OBTENIDOS DE PLATA DELAS TRES GUARDIAS

Guardia	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	X9	X10
A	1,240	1,200	1,200	1,240	1,240	1,240	1,200	1,160	1,200	1,200
B	1,240	1,240	1,160	1,200	1,160	1,240	1,160	1,160	1,080	1,200
C	1,240	1,200	1,200	1,200	1,200	1,240	1,200	1,200	1,200	1,200

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 102**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VVALOR PROMEDIO Y VARIANZA DE LAS GUARDIAS**

Guardia	X prom	S <sup>2</sup>	Σ Xprom	3,604
1	1,212	0,0073	Σ (Xprom) <sup>2</sup>	4,330
2	1,184	0,00256	ΣS <sup>2</sup>	0,00357
3	1,208	0,00028		

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 103**

**CÁLCULO DE LOS ESTADÍSTICO DE PRECISIÓN**

Var. Estadísticas	
T1	36,04
T2	43,3
T3	30
T4	300
T5	0,03216

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 104**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VARIANCIAS**

(S <sub>r</sub> ) <sup>2</sup>	0,00119
(S <sub>L</sub> ) <sup>2</sup>	0,00005
(S <sub>R</sub> ) <sup>2</sup>	0,00124
m	1,20

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 105**

**CÁLCULO DE ESTADÍSTICO DE VARIANCIAS**

S <sub>r</sub>	0,03451
S <sub>L</sub>	0,00712
S <sub>R</sub>	0,03524

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 106**

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

% RSD <sub>R</sub>	2,93
% RSD <sub>r</sub>	2,87

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 107**

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD DE HORWITZ**

% RSD <sub>R</sub> (Horwitz)	15,56
% RSD <sub>r</sub> (Horwitz)	10,43

Fuente : Elaboración propia

**7.1.12 LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

Límite de Repetibilidad

Límite de Reproducibilidad

**TABLA N° 108**

**LÍMITES DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

r	0,10
R	0,10

Fuente : Elaboración propia

Conclusiones :

Los valores obtenidos de Au del estándar TR – 11206 son precisos debido a que los RSD de repetibilidad y reproducibilidad experimentales son menores a los RSD teóricos de repetibilidad y reproducibilidad de Horwitz.

## 7.2 EVALUACIÓN DE LA VERACIDAD

Estándar : ME – 1301 (Ag – g/t)

### 7.2.1 IDENTIFICACIÓN DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA

Procedencia : Geología

Código : ME – 1301

Promedio Certificado (g/t) :

Desviación Estándar (g/t) :

**TABLA N° 109**

### IDENTIFICACIÓN Y CÁLCULO ESTADÍSTICO DE VERACIDAD DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA

26,1
1,1

Fuente : Elaboración propia

#### 7.2.1.1 CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE VERACIDAD

Promedio experimental : 26,34

$$Z_i = \frac{(\bar{x}_i - \mu)}{\sigma}$$

$$Z = \frac{\text{Promedio Exp.} - \text{Promedio Certif}}{\text{Desv.S tan } d}$$



$$Z = \frac{26,34 - 26,1}{1,1}$$

$$Z = 0,22$$

Conclusiones :

El puntaje Z – Score obtenido 0,22 es menor o igual a 2 por lo tanto los resultados obtenidos de Ag del estándar ME – 1301 son veraces.

Estándar : TR – 11206 (Ag – g/t)

## 7.2.2 IDENTIFICACIÓN DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA

Procedencia : Geología

Código : TR – 1 206

Promedio Certificado (g/t) :

Desviación Estándar (g/t) :

**TABLA N° 110**

### **IDENTIFICACIÓN Y CÁLCULO ESTADÍSTICO D ELA VERACIDAD DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA**

484,0
9

**Fuente** : Elaboración propia

### 7.2.2.1 CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE VERACIDAD

Promedio Experimental : 483,64

$$Z_i = \frac{(\bar{x}_i - \mu)}{\sigma}$$

$$Z = \frac{\text{Promedio Exp.} - \text{Promedio Certif}}{\text{Desv. Standard}}$$

$$Z = \frac{483,64 - 484}{9}$$

$$Z = -0,004$$

Conclusiones :

El puntaje Z – Score obtenido – 0,04 es menor o igual a dos por lo tanto los resultados obtenidos de Ag del estándar TR – 11206 son veraces.

Estándar : SE – 1 (Ag – g/t)

### 7.3 IDENTIFICACIÓN DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA

Procedencia : Geología

Código : SE – 1

Promedio Certificado (g/t) :

Desviación Estándar (g/t) :

**TABLA N° 111**

#### **IDENTIFICACIÓN Y CÁLCULO ESTADÍSTICO DE LA VERACIDAD DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA**

712,0
28,5

Fuente : Elaboración propia

#### 7.3.1 CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE VERACIDAD

Promedio Experimental : 716,90

$$Z_i = \frac{(\bar{x}_i - \mu)}{\sigma}$$

$$Z = \frac{\text{Promedio Exp.} - \text{Promedio Certif}}{\text{Desv. Standard}}$$

$$Z = \frac{716,90 - 712,0}{28,5}$$

$$Z = -0,17$$

Conclusiones :

El puntaje Z – Score obtenido 0,17 (en valor absoluto) es menor o igual a dos por lo tanto los resultados obtenidos de Ag del estándar SE – 1 son veraces.

Estándar : ME – 1301 (Au – g/t)

### 7.3.2 IDENTIFICACIÓN DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA

Procedencia : Geología

Código : ME – 1301

Promedio Certificado (g/t) :

Desviación Estándar (g/t) :

**TABLA N° 112**

#### **IDENTIFICACIÓN Y CÁLCULO ESTADÍSTICO DE LA VERACIDAD DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA**

0,437
0,02

Fuente : Elaboración propia

### 7.3.3 CÁLCULO DE LAS ESTADÍSTICAS DE VERACIDAD

Promedio Experimental : 0,413

$$Z_i = \frac{(\bar{x}_i - \mu)}{\sigma}$$

$$Z = \frac{\text{Promedio Exp.} - \text{Promedio Certif}}{\text{Desv. Standard}}$$

$$Z = \frac{0,413 - 0,437}{0,02}$$

$$Z = -1,19$$

Conclusiones :

El puntaje Z – Score obtenido – 1,19 (en valor absoluto) es menor o igual a dos por lo tanto los resultados obtenidos de Au del estándar ME – 1301 son veraces.

Estándar : SE – 1 (Au – g/t)

#### 7.3.4 IDENTIFICACIÓN DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA

Procedencia : Geología

Código : SE – 1

Promedio Certificado (g/t) :

Desviación Estándar (g/t) :

TABLA N° 113

IDENTIFICACIÓN Y CÁLCULO ESTADÍSTICO DE LA VERACIDAD DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA

0,480
0,017

Fuente : Elaboración propia

7.3.5 CÁLCULO DE LOS ESTADÍSTICOS DE VERACIDAD

Promedio Experimental : 0,491

$$Z_i = \frac{(\bar{x}_i - \mu)}{\sigma}$$

$$Z = \frac{\text{Promedio Exp.} - \text{Promedio Certif}}{\text{Desv. Standard}}$$

$$Z = \frac{0,491 - 0,480}{0,017}$$

$$Z = 0,6$$

Conclusiones :

El puntaje Z - Score obtenido 0,6 es menor o igual a dos por lo tanto los resultados obtenidos de Au del estándar SE - 1 son veraces

Estándar : TR - 11206 (Au - g/t)

### 7.3.6 IDENTIFICACIÓN DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA

Procedencia : Geología

Código : TR – 11206

Promedio Certificado (g/t) :

Desviación Estándar (g/t) :

**TABLA N° 114**

#### IDENTIFICACIÓN Y CÁLCULO ESTADÍSTICO DE LA VERACIDAD DEL ESTÁNDAR DE REFERENCIA

1,16
0,04

Fuente : Elaboración propia

### 7.3.7 CÁLCULO DE LOS ESTADÍSTICOS DE VERACIDAD

Promedio Experimental : 1,201

$$Z_i = \frac{(\bar{x}_i - \mu)}{\sigma}$$

$$Z = \frac{\text{Promedio Exp.} - \text{Promedio Certif}}{\text{Desv. Standard}}$$

$$Z = \frac{1,204 - 1,16}{0,04}$$

$$Z = 1,1$$

Curva de calibración :

$$y : 0,0480 x + 0,0021$$

$$\text{PENDIENTE} : 0,0480$$

$$\text{INTERCEPTO} : 0,0021$$

Para el cálculo del límite de detección (LD) se utilizará la siguiente ecuación :

$$\text{LD} : 3 \times S_{Bk-Ag}$$

Reemplazando se tiene:

$$\text{LD} : 3 \times 0,0040$$

$$\text{LD} : 0,01 \text{ g/t}$$

Donde :

- $y_{LD}$  : Señal analítica correspondiente al LD
- $y_B$  : Señal analítica correspondiente al blanco
- $S_B$  : Desviación estándar correspondiente al blanco
- $CL_D$  : Concentración correspondiente al LD



Reemplazando se tiene :

$$y_{LD} : 0,0014 + 3 \times 0,000586 = 0,003169771 \text{ UA}$$

$$C_{LD} : \frac{3 \times 0,000586}{0,0480} = 0,04 \text{ mg / l}$$

Por lo tanto el Límite de detección del método (LDM) será :

$$\text{LDM} : 0,04 \times \left( \frac{10}{25} \right)$$

$$\text{LD} : 0,01 \text{ g/t}$$

Y para el cálculo del límite de cuantificación, se utiliza las siguientes formulas :

$$y_{LC} : y_B + 10 S_B$$

$$C_{LC} : 10 S_B/m$$

Donde :

- $y_{LC}$  : Señal analítica correspondiente al LD
- $y_B$  : Señal analítica correspondiente al blanco
- $S_B$  : Desviación estándar correspondiente al blanco
- $C_{LC}$  : Concentración correspondiente al LD
- $m$  : Pendiente

Por lo tanto el Límite de detección del método (LDM) será :

$$DM : 0,01 \times \left( \frac{1000}{25} \right)$$

$$LDM : 0,50 \text{ g/t}$$

Y para determinar el límite de cuantificación (LC) se usará la siguiente fórmula :

$$LC : 5 \times LD$$

$$LC : 5 \times 0,01$$

$$LC : 0,06 \text{ g/t}$$

**TABLA N° 116**

**LECTURA DE PESO DE BLANCOS vs CONCENTRACIÓN**

N°	Señal balanza (mg)	Ag (g/t)
1	0,015	0,12
2	0,014	0,12
3	0,019	0,16
4	0,018	0,16
5	0,010	0,08
6	0,021	0,18
7	0,020	0,17
8	0,015	0,12
9	0,010	0,08
10	0,012	0,10
Desv. Est.	0,0040	0,0358
Prom.	0,015	0,130

**Fuente :** Elaboración propia

Por lo tanto el Límite de Cuantificación del Método (LCM) será :

$$\text{LCM} : 0,06 \times \left( \frac{1000}{25} \right)$$

$$\text{LCM} : 3 \text{ g/t}$$

## 7.5 ROBUSTEZ

Las condiciones de robustez, la variación de dichas condiciones y los resultados de plata del estándar ME – 1301 se observan en la **Tabla N° 117**

**TABLA N° 117**

### **ENSAYO DE ROBUSTEZ DE YOUTDEN – STEINER**

Variables		Ensayo							
		1	2	3	4	5	6	7	8
A = 30 g a = 15 g	Peso de muestra	30	30	30	30	15	15	15	15
B = 40 g b = 20 g	Peso de régulo	28	30	28	30	27	24	26	25
C = 1050°C c = 1020°C	Temperatura de fundición	1050	1020	1050	1020	1050	1020	1050	1020
D = 1000°C d = 950°C	Temperatura de copelación	950	1000	950	1000	950	1000	950	1000
E = 45 s e = 25 s	Punto de relampagueo	45	25	45	25	45	25	45	25
F = 250°C f = 220°C	Temperatura de digestión	250	250	250	250	220	220	220	220
G = g =									
Respuesta		s	t	u	v	w	x	y	z
		26.61	25.92	26.65	26.41	25.07	23.80	26.17	24.73

**Fuente :** Elaboración propia

### 7.5.1 ANÁLISIS DEL EFECTO POR VARIABLE

Peso de muestra :

$$A \quad : \quad \frac{(s+t+u+v)}{4} = 26,40$$

$$a \quad : \quad \frac{(w+x+y+z)}{4} = 26,94$$

$$\text{Variación A - a} \quad : \quad -1,45$$

Peso de régulo :

$$B \quad : \quad \frac{(s+t+w+x)}{4} = 25,35$$

$$b \quad : \quad \frac{(u+v+y+z)}{4} = 25,99$$

$$\text{Variación B - b} \quad : \quad 0,64$$

Temperatura de fundición :

$$C \quad : \quad \frac{(s+u+w+y)}{4} = 26,13$$

$$c \quad : \quad \frac{(t+v+x+z)}{4} = 25,21$$

$$\text{Variación C - c} \quad : \quad -0,91$$

Temperatura de copelación :

$$D \quad : \quad \frac{(s+t+y+z)}{4} = 25,86$$

$$d \quad : \quad \frac{(u+v+w+x)}{4} = 25,48$$

$$\text{Variación D - d} \quad : \quad -0,37$$

Punto de relampagueo :

$$E \quad : \quad \frac{(s+u+x+z)}{4} = 25,45$$

$$e \quad : \quad \frac{(t+v+w+y)}{4} = 25,89$$

$$\text{Variación E - e} \quad : \quad 0,44$$

Temperatura de digestión :

$$F \quad : \quad \frac{(s+v+w+z)}{4} = 25,71$$

$$f \quad : \quad \frac{(t+u+x+y)}{4} = 25,63$$

$$\text{Variación F - f} \quad : \quad -0,07$$

A partir de los resultados en la tabla 1 se obtiene la desviación estándar de reproducibilidad (SR)

$$S = SR = 1,03$$

Posteriormente se calcula :

$$S\sqrt{2} : 1,46$$

Y para conocer si el efecto de la variable involucrada afecta al resultado del análisis se evalúa según las siguientes condicionales :

$VA - a > S\sqrt{2}$  : La variable influye en el resultado

$VA - a < S\sqrt{2}$  : La variable no influye en el resultado

Conclusiones :

**TABLA N° 118**

**ENSAYO DE ROBUSTEZ DE YOUTDEN – STEINER**

VARIABLE	Variación del Efecto	$s\sqrt{2}$	Conclusión
Peso de muestra	1.45	1.46	El Factor no influye
Peso de régulo	0.64	1.46	El Factor no influye
Temperatura de fundición	0.91	1.46	El Factor no influye
Temperatura de copelación	0.37	1.46	El Factor no influye
Punto de relampagueo	0.44	1.46	El Factor no influye
Temperatura de digestión	0.07	1.46	El Factor no influye

**Fuente :** Elaboración propia

Estándar : ME – 1301 (Au – g/t)

## 7.5.2 RESULTADOS – Au

Las condiciones de robustez, la variación de dichas condiciones y los resultados de oro del estándar ME – 1301 se observan en la **Tabla N° 119**

**TABLA N° 119**  
**ENSAYO DE ROBUSTEZ DE YOUTDEN – STEINER**

Variables		Ensayo							
		1	2	3	4	5	6	7	8
A=30 g a=15 g	Peso de muestra	30	30	30	30	15	15	15	15
B=40 g b=20 g	Peso de régulo	28	30	28	30	27	24	26	25
C=1050°C c=1020°C	Temperatura de fundición	1050	1020	1050	1020	1050	1020	1050	1020
D=1000°C d=950°C	Temperatura de copelación	950	1000	950	1000	950	1000	950	1000
E=45 s e=25 s	Punto de relampagueo	45	25	45	25	45	25	45	25
F=100°C f=87°C	Temperatura de digestión	100	87	100	87	100	87	100	87
G= g=									
Respuesta		s	t	u	v	w	x	y	z
		0.432	0.405	0.428	0.428	0.423	0.460	0.428	0.422

**Fuente :** Elaboración propia

## 7.5.3 ANALISIS DEL EFECTO POR VARIABLE

Peso de muestra :

$$A \quad : \quad \frac{(s+t+u+v)}{4} = 0,423$$

$$a \quad : \quad \frac{(w+x+y+z)}{4} = 0,433$$

Variación A – a : 0,010

Peso de régulo :

$$B : \frac{(s+t+w+x)}{4} = 0,430$$

$$b : \frac{(u+v+y+z)}{4} = 0,427$$

Variación B – b : -0,003

Temperatura de fundición :

$$C : \frac{(s+u+w+y)}{4} = 0,428$$

$$c : \frac{(t+v+x+z)}{4} = 0,429$$

Variación C – c : 0,001

Temperatura de copelación :

$$D : \frac{(s+t+y+z)}{4} = 0,422$$

$$d : \frac{(u+v+w+x)}{4} = 0,435$$

Variación D – d : 0,013



Punto de relampagueo :

$$E \quad : \quad \frac{(s+u+x+z)}{4} = 0,435$$

$$e \quad : \quad \frac{(t+v+w+y)}{4} = 0,421$$

$$\text{Variación E - e} \quad : \quad -0,014$$

Temperatura de digestión :

$$F \quad : \quad \frac{(s+v+w+z)}{4} = 0,426$$

$$f \quad : \quad \frac{(t+u+x+y)}{4} = 0,430$$

$$\text{Variación F - f} \quad : \quad 0,004$$

A partir de los resultados en la tabla 1 se obtiene la desviación estándar de reproducibilidad ( $S_R$ )

$$S = S_R = 0,015$$

Posteriormente se calcula :

$$S\sqrt{2} \quad : \quad 0,022$$

Y para conocer si el efecto de la variable involucrada afecta al resultado del análisis se evalúa según las siguientes condicionales, ejemplo para la variable A

**TABLA N° 122**

**RESULTADO ANALISIS DEL EFECTO POR VARIABLE**

VARIABLE	Variación del Efecto	$s\sqrt{2}$	Conclusión
Peso de muestra	3.86	6.07	El Factor no Influye
Peso de régulo	3.15	6.07	El Factor no Influye
Temperatura de fundición	1.52	6.07	El Factor no Influye
Temperatura de copelación	1.19	6.07	El Factor no Influye
Punto de relampagueo	3.52	6.07	El Factor no Influye
Temperatura de digestión	4.38	6.07	El Factor no Influye

**Fuente :** Elaboración propia

Estándar : TR – 11206 (Au – g/t)

Las condiciones de robustez, la variación de dichas condiciones y los resultados de oro del estándar TR – 11206 se observan en la **Tabla N° 123**

**TABLA N° 23**

**ENSAYO DE ROBUSTEZ DE YOUTDEN – STEINER**

Variables		Ensayo							
		1	2	3	4	5	6	7	8
A = 25 g a = 15 g	Peso de muestra	25	25	25	25	15	15	15	15
B = 40 g b = 20 g	Peso de régulo	40	37	40	36	28	28	30	28
C = 1050°C c = 1020°C	Temperatura de fundición	1050	1020	1050	1020	1050	1020	1050	1020
D = 1000°C d = 950°C	Temperatura de copelación	950	1000	950	1000	950	1000	950	1000
E = 45 s e = 25 s	Punto de relampagueo	45	25	45	25	45	25	45	25
F = 100°C f = 87°C	Temperatura de digestión	100	87	100	87	100	87	100	87
G = g =									
Respuesta		s	t	u	v	w	x	y	z
		1.200	1.160	1.200	1.200	1.068	1.101	1.135	1.215

**Fuente :** Elaboración propia

## 7.5.6 ANÁLISIS DEL EFECTO POR VARIABLE

Peso de muestra :

$$A \quad : \quad \frac{(s+t+u+v)}{4} = 1,190$$

$$a \quad : \quad \frac{(w+x+y+z)}{4} = 1,130$$

$$\text{Variación A - a} \quad : \quad - 0,060$$

Peso de régulo :

$$B \quad : \quad \frac{(s+t+w+x)}{4} = 1,132$$

$$b \quad : \quad \frac{(u+v+y+z)}{4} = 1,187$$

$$\text{Variación B - b} \quad : \quad 0,055$$

Temperatura de fundición :

$$C \quad : \quad \frac{(s+u+w+y)}{4} = 1,151$$

$$c \quad : \quad \frac{(t+v+x+z)}{4} = 1,169$$

$$\text{Variación C - c} \quad : \quad 0,018$$

Temperatura de copelación :

$$D \quad : \quad \frac{(s+t+y+z)}{4} = 1,177$$

$$d \quad : \quad \frac{(u+v+w+x)}{4} = 1,142$$

$$\text{Variación D - d} \quad : \quad - 0,035$$

Punto de relampagueo :

$$E \quad : \quad \frac{(s+u+x+z)}{4} = 1,179$$

$$e \quad : \quad \frac{(t+v+w+y)}{4} = 1,141$$

$$\text{Variación E - e} \quad : \quad - 0,038$$

Temperatura de digestión :

$$F \quad : \quad \frac{(s+v+w+z)}{4} = 1,171$$

$$f \quad : \quad \frac{(t+u+x+y)}{4} = 1,149$$

$$\text{Variación F - f} \quad : \quad - 0,02$$

A partir de los resultados en la **Tabla N° 124** se obtiene la desviación estándar de reproducibilidad (SR)

$$S = SR = 0,054$$

Posteriormente se calcula :

$$S\sqrt{2} : 0,076$$

Y para conocer si el efecto de la variable involucrada afecta al resultado del análisis se evalúa según las siguientes condicionales, ejemplo para la variable A

$VA - a > S\sqrt{2}$  : La variable influye en el resultado

$VA - a < S\sqrt{2}$  : La variable no influye en el resultado

Conclusiones :

**TABLA N° 124**

**RESULTADO ANALISIS DEL EFECTO POR VARIABLE**

VARIABLE	Variación del Efecto	$sv/2$	Conclusión
Peso de muestra	0.060	0.076	El Factor no influye
Peso de régulo	0.055	0.076	El Factor no influye
Temperatura de fundición	0.018	0.076	El Factor no influye
Temperatura de copeación	0.035	0.076	El Factor no influye
Punto de relampagueo	0.038	0.076	El Factor no influye
Temperatura de digestión	0.022	0.076	El Factor no influye

Fuente : Elaboración propia

Estándar : SE - 1 (Ag - g/t)

VA – a > S√2 : La variable influye en el resultado

VA – a < S√2 : La variable no influye en el resultado

Conclusiones :

**TABLA N° 126**

**RESULTADO ANALISIS DEL EFECTO POR VARIABLE**

VARIABLE	Variación del Efecto	s√2	Conclusión
Peso de muestra	1.34	17.06	El Factor no influye
Peso de régulo	8.11	17.06	El Factor no influye
Temperatura de fundición	8.98	17.06	El Factor no influye
Temperatura de copelación	13.66	17.06	El Factor no influye
Punto de relampagueo	10.07	17.06	El Factor no influye
Temperatura de digestión	5.08	17.06	El Factor no influye

Fuente : Elaboración propia

Estándar : SE – 1 (Au – g/t)

Las condiciones de robustez, la variación de dichas condiciones y los resultados de oro del estándar SE – 1 se observan en la **Tabla N° 127**

**TABLA N° 127**

**ENSAYOS DE ROBUSTEZ DE YOUTDEN – STEINER**

Variables		Ensayo							
		1	2	3	4	5	6	7	8
A = 25 g a = 15 g	Peso de muestra	25	25	25	25	15	15	15	15
B = 40 g b = 20 g	Peso de régulo	32	30	30	30	26	25	28	26
C = 1050°C c = 1020°C	Temperatura de fundición	1050	1020	1050	1020	1050	1020	1050	1020
D = 1000°C d = 950°C	Temperatura de copelación	950	1000	950	1000	950	1000	950	1000
E = 45 s e = 25 s	Punto de relampagueo	45	25	45	25	45	25	45	25
F = 100°C f = 87°C	Temperatura de digestión	100	87	100	87	100	87	100	87
G = g =									
Respuesta		s	t	u	v	w	x	y	z
		0.520	0.480	0.520	0.480	0.533	0.533	0.467	0.467

Fuente : Elaboración propia

**7.6.1 ANALISIS DEL EFECTO POR VARIABLE**

Peso de muestra :

$$A \quad : \quad \frac{(s+t+u+v)}{4} = 0,500$$

$$a \quad : \quad \frac{(w+x+y+z)}{4} = 0,500$$

$$\text{Variación A – a} \quad : \quad 0,000$$

Peso de régulo :

$$B \quad : \quad \frac{(s+t+w+x)}{4} = 0,517$$

$$b \quad : \quad \frac{(u+v+y+z)}{4} = 0,483$$

$$\text{Variación B - b} \quad : \quad -0,033$$

Temperatura de fundición :

$$C \quad : \quad \frac{(u+v+y+z)}{4} = 0,483$$

$$c \quad : \quad \frac{(t+v+x+z)}{4} = 0,490$$

$$\text{Variación C - c} \quad : \quad -0,020$$

Temperatura de copelación :

$$D \quad : \quad \frac{(s+t+y+z)}{4} = 0,483$$

$$d \quad : \quad \frac{(u+v+w+x)}{4} = 0,517$$

$$\text{Variación D - d} \quad : \quad 0,033$$

Punto de relampagueo :

$$E \quad : \quad \frac{(s+u+x+z)}{4} = 0,510$$

$$e \quad : \quad \frac{(t+v+w+y)}{4} = 0,490$$

$$\text{Variación E - e} \quad : \quad -0,020$$



Temperatura de digestión :

$$F \quad : \quad \frac{(s+v+w+z)}{4} = 0,500$$

$$f \quad : \quad \frac{(t+u+x+y)}{4} = 0,500$$

$$\text{Variación } F - f \quad : \quad 0,000$$

A partir de los resultados en la **Tabla N° 128** se obtiene la desviación estándar de reproducibilidad (SR)

$$S = SR = 0,029$$

Posteriormente se calcula :

$$S\sqrt{2} \quad : \quad 0,042$$

Y para conocer si el efecto de la variable involucrada afecta al resultado del análisis se evalúa según las siguientes condicionales, ejemplo para la variable A

$$VA - a > S\sqrt{2} \quad : \quad \text{La variable influye en el resultado}$$

$$VA - a < S\sqrt{2} \quad : \quad \text{La variable no influye en el resultado}$$

Conclusiones :

**TABLA N° 128**

**RESULTADO ANALISIS DEL EFECTO POR VARIABLE**

VARIABLE	Variación del Efecto	$sv^2$	Conclusión
Peso de muestra	0.000	0.042	El Factor no influye
Peso de régulo	0.033	0.042	El Factor no influye
Temperatura de fundición	0.020	0.042	El Factor no influye
Temperatura de copelación	0.033	0.042	El Factor no influye
Punto de relampagueo	0.020	0.042	El Factor no influye
Temperatura de digestión	0.000	0.042	El Factor no influye

**Fuente :** Elaboración propia

**7.7 RESULTADOS DE LAS CURVAS DE CALIBRACION**

**TABLA N° 129**

**CURVA DE CALIBRACIÓN DE ESTÁNDAR DE ORO**

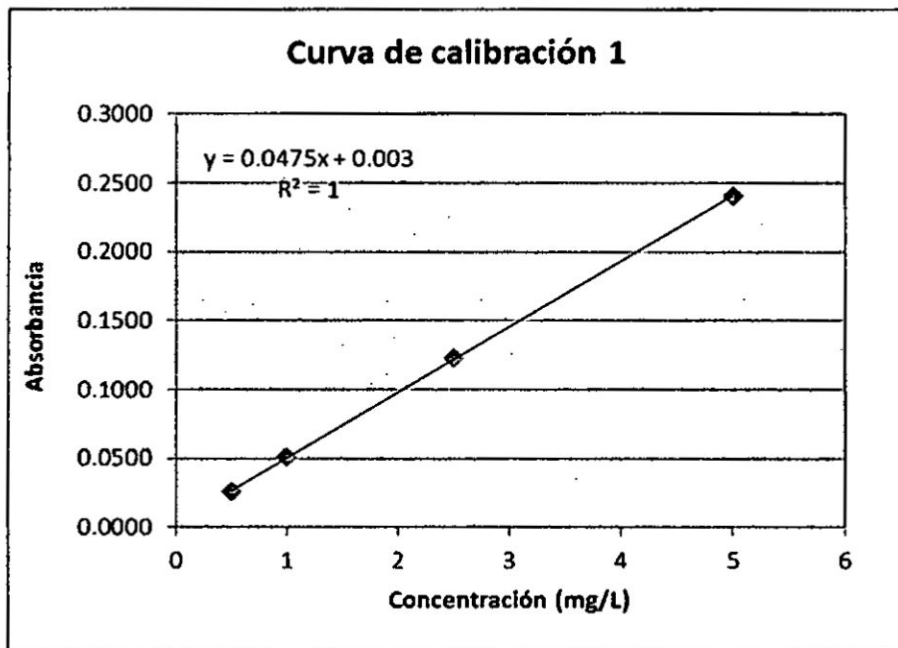
CURVA DE CALIBRACIÓN	ABSORBANCIAS			
	0.5	1	2.5	5
1	0.0262	0.0506	0.1225	0.2402
2	0.0253	0.0506	0.1225	0.2395
3	0.0258	0.0507	0.1243	0.2378

**Fuente :** Elaboración propia

## 7.7.1 GRAFICA DE LA CURVA DE CALIBRACION

### GRÁFICO N° 28

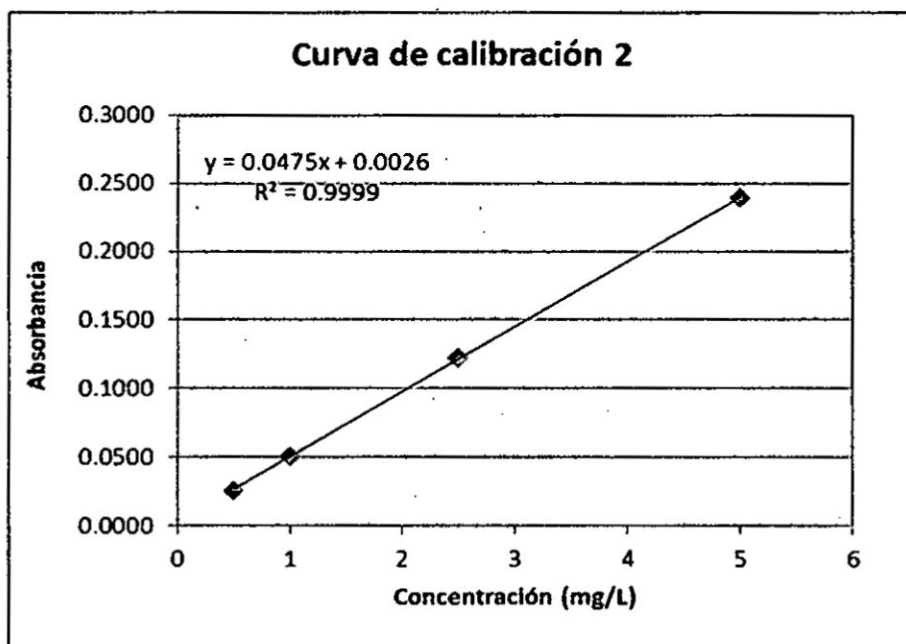
#### CURVA DE CALIBRACIÓN – 1



Fuente : Elaboración propia

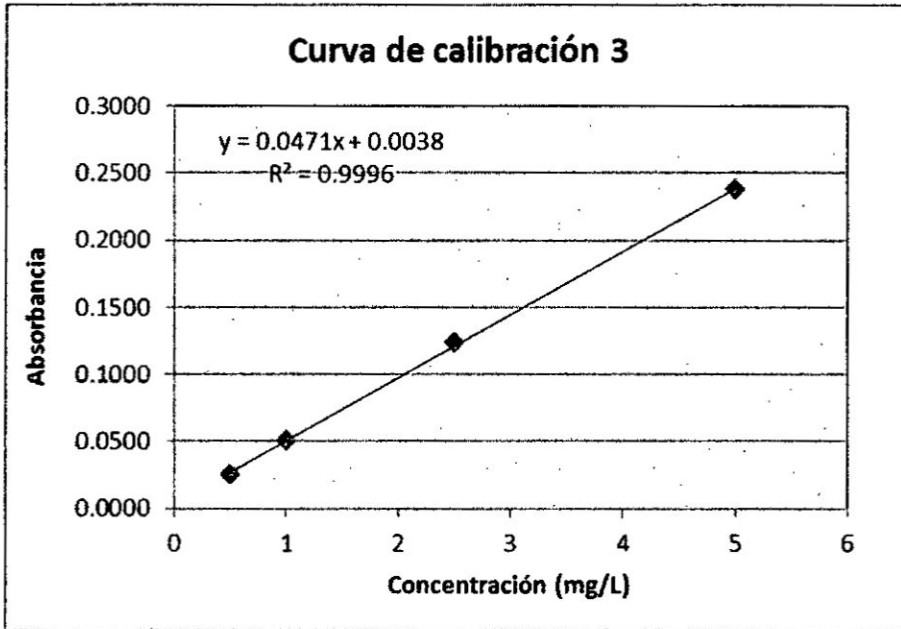
### GRÁFICO N° 29

#### CURVA DE CALIBRACIÓN – 2



Fuente : Elaboración propia

**GRÁFICO Nº 30**  
**CURVA DE CALIBRACIÓN – 3**



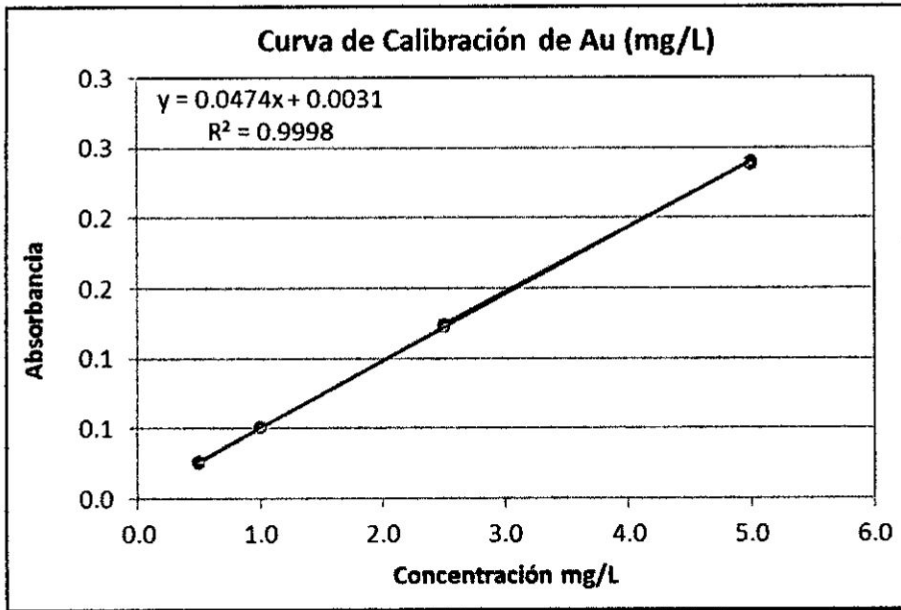
Fuente : Elaboración propia

**TABLA Nº 130**  
**CURVA DE CALIBRACIÓN – GENERAL**

Nº Curva Calibración	Conc. (mg/L)	Absorbancia
1	0,5	0,0262
2	0,5	0,0253
3	0,5	0,0258
1	1,0	0,0506
2	1,0	0,0506
3	1,0	0,0507
1	2,5	0,1225
2	2,5	0,1225
3	2,5	0,1243
1	5,0	0,2402
2	5,0	0,2395
3	5,0	0,2378

Fuente : Elaboración propia

**GRÁFICO N° 31**  
**CURVA DE CALIBRACIÓN DEW Au (mg/L)**



Fuente : Elaboración propia

**7.7.2 ESTADISTICA APLICADA A LOS RESULTADOS**

**7.7.3 ANALISIS DE REGRESIÓN**

Aplicando Minitab :

Regresión Analysis : Absorbancia versus Concentración (mg/L)

La ecuación de regresión es Absorbancia = 0,00326 + 0,0473 Concentración (mg/l)

**TABLA N° 131**

**RESULTADOS DE CURVA DE CALIBRACIÓN – GENERAL**

Predictor	Coef	Coef. De EE	T	P
Constante	0,0032551	0,005828	5,58	0,000
Concentración	0,0473088	0,0002045	231,37	0,000

Fuente : Elaboración propia

S = 0,00123954 R – cuad. = 100,0% R – cuad. (ajustado) = 100,0%

Analysis of Variance

**TABLA N° 132**

**RESULTADOS DE CURVA DE CALIBRACIÓN – GENERAL**

Fuente	GL	SC	MC	F	P
Regresión	1	0,082251	0,082251	53532,81	0,000
Error residual	10	0,000015	0,000002		
Total	11	0,082267			

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 133**

**RESULTADOS DE CURVA DE CALIBRACIÓN – GENERAL**

Resumen

Estadísticas de la regresión	
Coefficiente de correlación múlt	0.99989031
Coefficiente de determinación F	0.999780631
R <sup>2</sup> ajustado	0.999758695
Error típico	0.001344715
Observaciones	12

ANÁLISIS DE VARIANZA					
	G.L.	Suma de cuadrados	Medio de los cuadrados	F	Valor crítico de F
Regresión	1	0.082412084	0.082412084	45575.38866	1.25029E-19
Residuos	10	1.80826E-05	1.80826E-06		
Total	11	0.082430167			

	Coefficientes	Error típico	Estadístico t	Probabilidad	Inferior 95%	Superior 95%	Inferior 95,0%	Superior 95,0%
Intercepción	0.003117687	0.000632286	4.930821164	0.000595219	0.001708867	0.004526507	0.001708867	0.004526507
Concentración(mg/l)	0.047355102	0.00022182	213.4839307	1.25029E-19	0.046860855	0.047849349	0.046860855	0.047849349

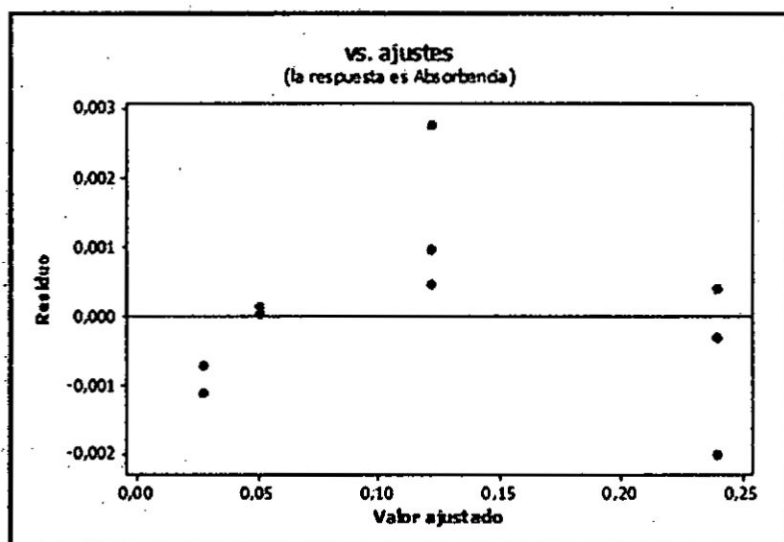
Fuente : Elaboración propia

### 7.7.3.1 RESIDUALES

Aplicando Minitab :

Residuals vs Fits for ABS.

**GRÁFICO N° 32**  
**ANÁLISIS DE RESIDUALES**



Fuente : Elaboración propia

## 7.8 INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES

### 7.8.1 ANÁLISIS DE REGRESIÓN

Curva Calib.	Pendiente	Prom. Pendiente	% RSD	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	CONCLUSIÓN
1	0.0475	0.04737	0.0049	%RSD < 5%	El %RSD de la pendiente es menor al 5%, por lo tanto la variación esta dentro de lo permitido y es indicativo de finesidad
2	0.0475				
3	0.0471				

**TABLA N° 134**

**ESTADÍSTICA DE REGRESIÓN LINEAL**

Coeficiente de Regresión	Resultado	Ecuación
Pendiente	0.0474	$y=0.0474x + 0.0031$
Intercepto	0.0031	

**Fuente :** Elaboración propia

**TABLA N° 135**

**ESTADÍSTICA DE REGRESIÓN LINEAL**

Coef. Determinación $R^2$	Criterio aceptación	CONCLUSIÓN
0.9998	$R^2 > 0.9950$	$R^2$ aceptable

**Fuente :** Elaboración propia

**TABLA N° 136**

**ESTADÍSTICA DE REGRESIÓN LINEAL**

Curva Calib.	Pendiente	Prom. Pendiente	%RSD	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	CONCLUSIÓN
1	0.0475	0.04737	0.0049	%RSD < 5%	El %RSD de la pendiente es menor al 5%, por lo tanto la variación está dentro de lo permitido y es indicativo de linealidad
2	0.0475				
3	0.0471				

**Fuente :** Elaboración propia

Curva Calib.	Pendiente	Prom. Pendiente	%RSD	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	CONCLUSIÓN
1	0.0475	0.04737	0.0049	%RSD < 5%	El %RSD de la pendiente es menor al 5%, por lo tanto la variación está dentro de lo permitido y es indicativo de linealidad
2	0.0475				
3	0.0471				



**TABLA N° 141**

**ABSORBANCIA DE LAS CONCENTRACIONES POR ORO**

CONC. (mg/L)	ABSORBANCIAS									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0.5	0.0262	0.0260	0.0262	0.0255	0.0253	0.0262	0.0256	0.0258	0.0258	0.0256
1.0	0.0503	0.0500	0.0506	0.0505	0.0510	0.0506	0.0506	0.0512	0.0507	0.0505
2.5	0.1225	0.1222	0.1225	0.1225	0.1220	0.1225	0.1232	0.1231	0.1243	0.1370
5.0	0.2414	0.2392	0.2402	0.2400	0.2405	0.2395	0.2393	0.2400	0.2378	0.2389

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 142**

**ANÁLISIS DE REGRESIÓN LINEAL**

Pendientes	0.047816	0.047816	0.047816	0.047882	0.047884	0.047889	0.047414	0.047489	0.047061	0.047816
Intercepto	0.002613	0.002755	0.002983	0.002666	0.002437	0.003142	0.002983	0.003186	0.003762	0.002663
R <sup>2</sup>	0.9999	0.9995	0.9997	0.9999	0.9999	0.9995	0.9999	0.9999	0.9995	0.9995

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 143**

**RESULTADOS DE ANÁLISIS DE REGRESIÓN LINEAL**

Promedio de la Pendiente	0.047490
Desv. Estandar de la Pendiente	0.00021
Lím. Confianza de la Pendiente	0.047061 - 0.047816
Promedio del Intercepto	0.003219

Fuente : Elaboración propia

Conclusión :

La pendiente hallada de la curva de calibración es 0,03706 con un LC de confianza que demuestra que la sensibilidad del método es estable entre 0,047061 – 0,047816 con un 95% de confianza, es decir el 95% de las pendientes estarán dentro estos límites. Dichos valores fueron obtenidos a partir del valor promedio de las pendientes de 10 curvas de calibración.

## **7.10 DETERMINACION DE LA INCERTIDUMBRE**

La estimación de la incertidumbre será desarrollará de acuerdo al procedimiento Estimación de la Incertidumbre de la Medición SGC/PRO/TEC/04

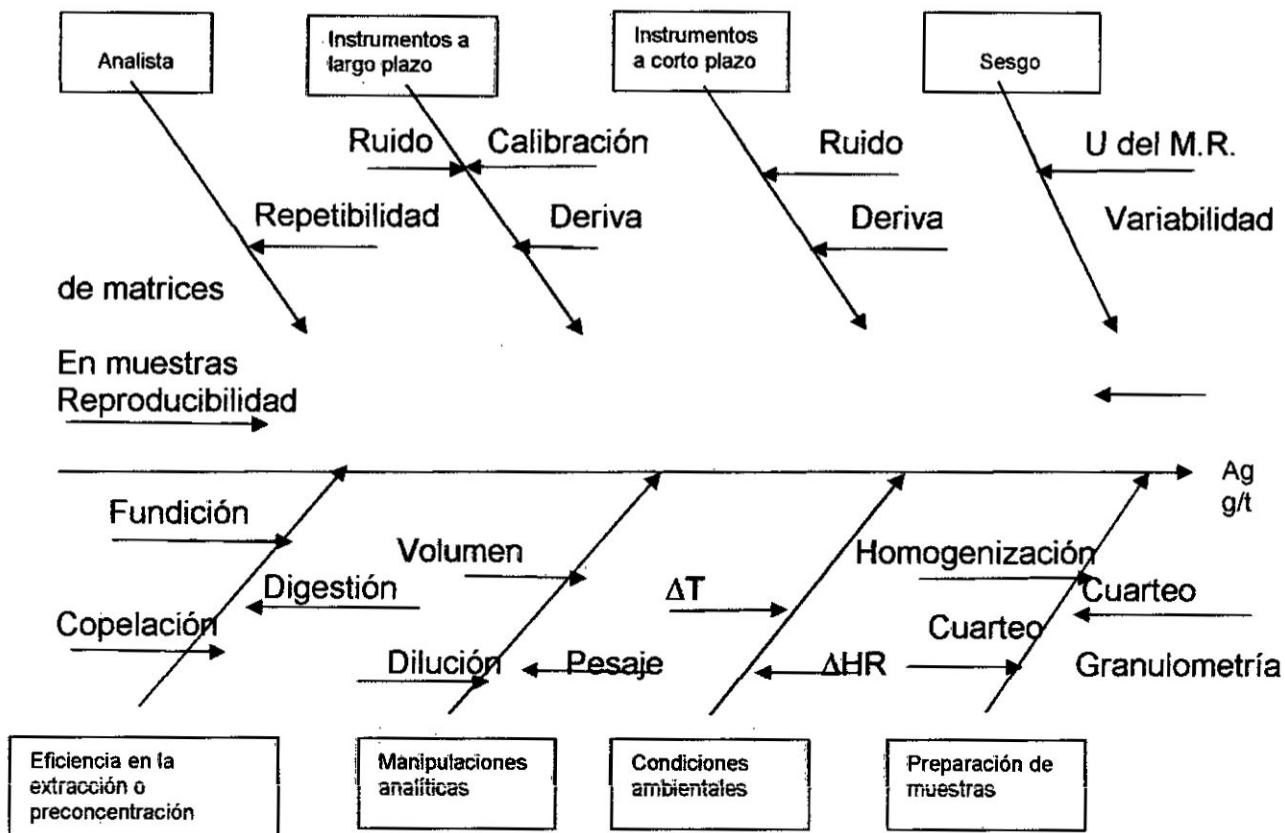
Analito : Plata (Ag)

### **7.10.1 IDENTIFICACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE**

Análisis de Causa – Efecto

## DIAGRAMA N° 1

### ANÁLISIS DE DIAGRAMA DE CAUSA – EFECTO



Fuente : Elaboración propia

### 7.10.2 DESARROLLO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE –

**Ag**

El cálculo de la incertidumbre debido a que el rango de trabajo es amplio se trabajara en tres niveles o rangos de concentración, en cada rango de concentración se estimara la incertidumbre Totalizando la variabilidad en todo el proceso que realiza el laboratorio en base a sus varianzas.

$$VT : VAN + VIC + VIL + VB + VV + VF + VCA + VPM$$

$$S^2_T : S^2_{AN} + S^2_{IC} + S^2_{IL} + S^2_B + S^2_V + S^2_F + S^2_{CA} + S^2_{PM}$$

Donde :

$S^2_T$  : Varianza total

$S^2_{AN}$  : Varianza del analista

$S^2_{IC}$  : Varianza del instrumento a corto plazo

$S^2_{IL}$  : Varianza del instrumento a largo plazo

$S^2_B$  : Varianza del sesgo o bias

$S^2_V$  : Varianza de mediciones volumétricas, pesado y otras manipulaciones analíticas

$S^2_F$  : Varianza en la etapa de pre – concentración del analito por fundición, digestión y otros

$S^2_{CA}$  : Varianza por efecto de las condiciones ambientales

$S^2_{PM}$  : Varianza por preparación de la muestra

La cobertura de las fuentes de incertidumbre por la variabilidad del MRC se observa en la siguiente ecuación :

$$S^2_{MRC} : S^2_{AN} + S^2_{IC} + S^2_{IL} + S^2_B + S^2_V + S^2_F + S^2_{CA}$$

### 7.10.3 CÁLCULO DE LA VARIANZA DEL MRC

El cálculo de la varianza se realizará a tres niveles de concentración debido a que las leyes de plata de las muestras de geología tienen un rango de trabajo amplio.

Se utilizaran los resultados obtenidos en el cálculo de la precisión y veracidad de los estándares ME – 1301, TR – 11206 y SE – 1 para tal fin.

NIVEL 1 :

Estándar : ME – 1301

**TABLA N° 144**

**LÍMITES SUPERIOR E INFERIOR DE GRÁFICA DE CONTROL**

N°	OBTENIDO (X1)	TEORICO (X2)	LCI	LCS	(X2 – X1)	(X2 – X1) <sup>2</sup>
1	27,14	26,1	22,8	29,4	– 1,04	1,0815
2	26,66	26,1	22,8	29,4	– 0,56	0,3100
3	26,86	26,1	22,8	29,4	– 0,76	0,5836
4	26,75	26,1	22,8	29,4	– 0,65	0,4206
5	26,67	26,1	22,8	29,4	– 0,57	0,3200
6	27,20	26,1	22,8	29,4	– 1,10	1,2004
7	27,30	26,1	22,8	29,4	– 1,20	1,4289
8	26,93	26,1	22,8	29,4	– 0,83	0,6909
9	26,68	26,1	22,8	29,4	– 0,58	0,3321
10	26,44	26,1	22,8	29,4	– 0,34	0,1137
11	25,36	26,1	22,8	29,4	0,74	0,5432
12	25,95	26,1	22,8	29,4	0,15	0,0232
13	25,42	26,1	22,8	29,4	0,68	0,4576
14	25,46	26,1	22,8	29,4	0,64	0,4033
15	25,72	26,1	22,8	29,4	0,38	0,1417
16	25,70	26,1	22,8	29,4	0,40	0,1627
17	26,03	26,1	22,8	29,4	0,07	0,0055
18	25,74	26,1	22,8	29,4	0,36	0,1291
19	25,12	26,1	22,8	29,4	0,98	0,9568
20	25,84	26,1	22,8	29,4	0,26	0,0664
21	26,52	26,1	22,8	29,4	– 0,42	0,1750
22	26,89	26,1	22,8	29,4	– 0,79	0,6169
23	26,88	26,1	22,8	29,4	– 0,78	0,6022
24	26,55	26,1	22,8	29,4	– 0,45	0,2000
25	26,88	26,1	22,8	29,4	– 0,78	0,6130
26	26,24	26,1	22,8	29,4	– 0,14	0,0198
27	26,33	26,1	22,8	29,4	– 0,23	0,0512
28	26,30	26,1	22,8	29,4	– 0,20	0,0413
29	25,95	26,1	22,8	29,4	0,15	0,0238
30	26,17	26,1	22,8	29,4	– 0,07	0,0043

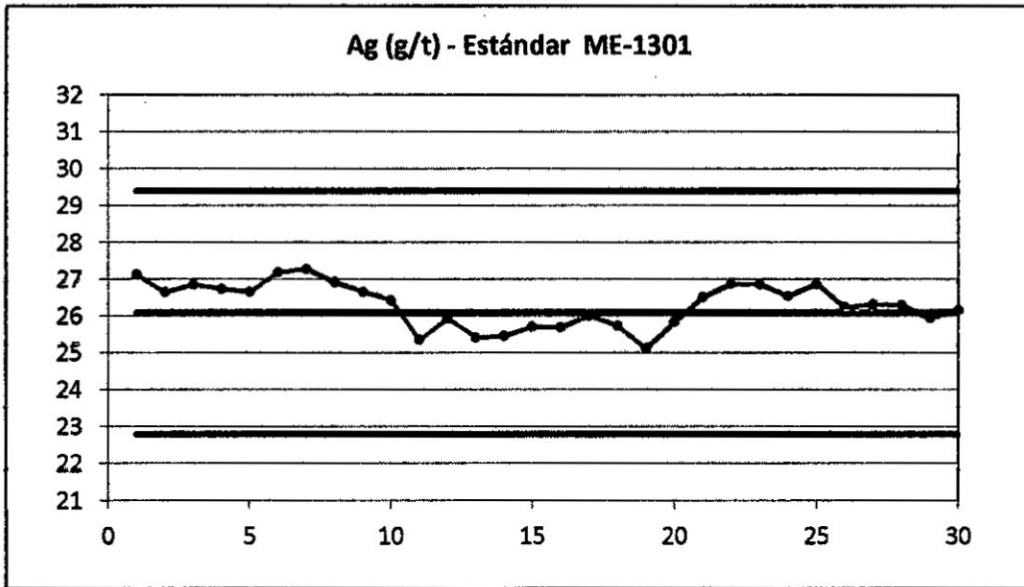
$\Sigma (x2 - x1)^2$	11,72
----------------------	-------

<b>S<sup>2</sup></b>	0,20
<b>S</b>	0,44
<b>% RSD</b>	1,69

Fuente : Elaboración propia

**GRÁFICO N° 33**

**GRÁFICA DE CONTROL – ESTÁNDAR ME – 1301 – Ag**



Fuente : Elaboración propia

NIVEL 2 :

Estándar : TR – 11206

**TABLA N° 145**

**LÍMITE SUPERIOR E INFERIOR DE GRÁFICA DE CONTROL**

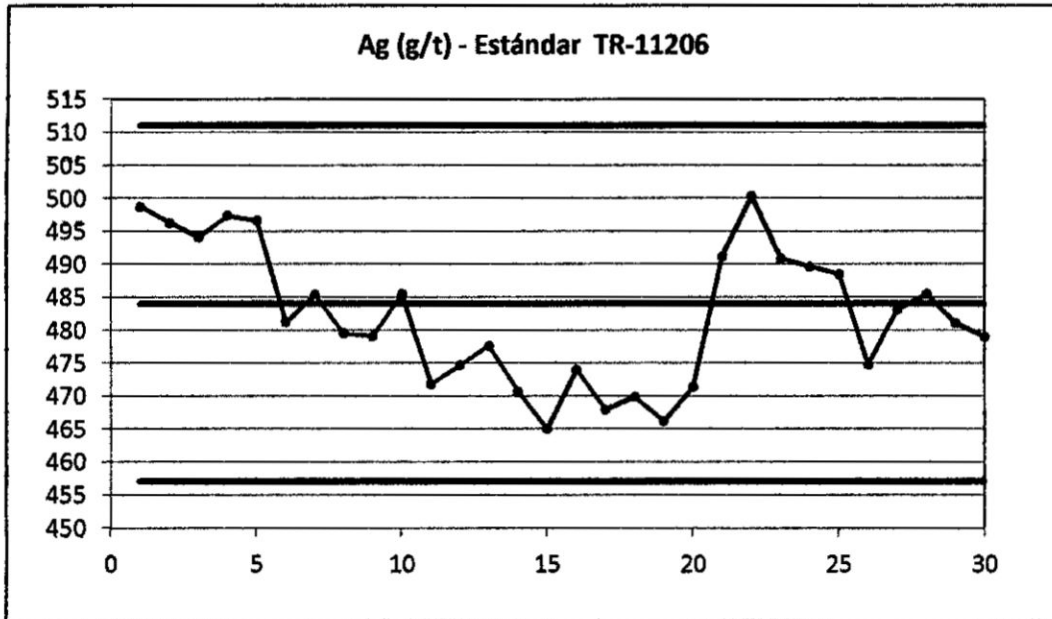
N°	OBTENIDO (X1)	TEORICO (X2)	LCI	LCS	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	498,75	484	457	511	- 14,75	217,6187
2	496,30	484	457	511	- 12,30	151,2921
3	494,15	484	457	511	- 10,15	103,0096
4	497,38	484	457	511	- 13,38	178,9025
5	496,64	484	457	511	- 12,64	159,8758
6	481,22	484	457	511	2,78	7,7046
7	485,44	484	457	511	- 1,44	2,0683
8	479,58	484	457	511	4,42	19,5287
9	479,12	484	457	511	4,88	23,8404
10	485,52	484	457	511	- 1,52	2,3178
11	471,85	484	457	511	12,15	147,5468
12	474,69	484	457	511	9,31	86,7468
13	477,64	484	457	511	6,36	40,4182
14	470,70	484	457	511	13,30	176,7981
15	465,04	484	457	511	18,96	359,5849
16	474,03	484	457	511	9,97	99,4353
17	467,96	484	457	511	16,04	257,1465
18	469,90	484	457	511	14,10	198,7237
19	466,23	484	457	511	17,77	315,7153
20	471,39	484	457	511	12,61	159,0590
21	491,25	484	457	511	- 7,25	52,5391
22	500,37	484	457	511	- 16,37	267,9383
23	490,91	484	457	511	- 6,91	47,7991
24	489,66	484	457	511	- 5,66	32,0196
25	488,53	484	457	511	- 4,53	20,5118
26	474,78	484	457	511	9,22	85,0671
27	483,18	484	457	511	0,82	0,6803
28	485,49	484	457	511	- 1,49	2,2260
29	481,07	484	457	511	2,93	8,6127
30	479,04	484	457	511	4,96	24,6209

$\Sigma (x2 - x1)^2$	3249,35
S <sup>2</sup>	54,16
S	7,36
% RSD	1,52

Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO N° 34

#### GRÁFICA DE CONTROL - ESTÁNDAR TR - 11206 - Ag



NIVEL 3 :

Estándar : SE - 1



**TABLA N° 146**

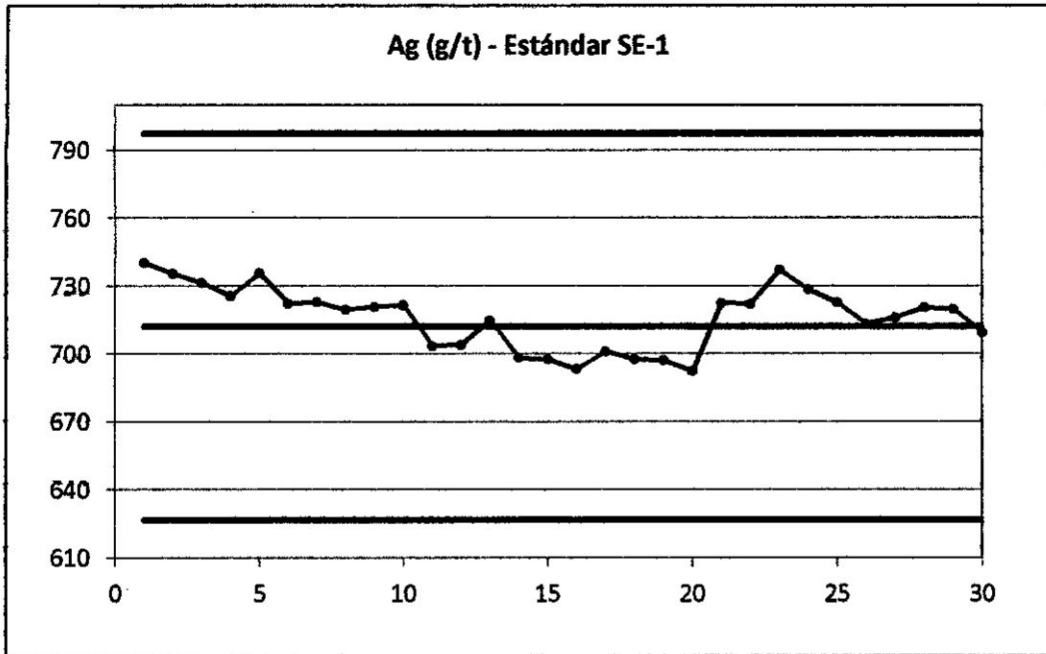
**LÍMITE SUPERIOR E INFERIOR DE GRÁFICA DE CONTROL**

N°	OBTENIDO (X1)	TEORICO (X2)	LCI	LCS	(X2 - X1)	(X2 - X1)²
1	740,32	712,0	626,5	797,5	- 28,32	802,06
2	735,5	712,0	626,5	797,5	- 23,55	554,42
3	731,46	712,0	626,5	797,5	- 19,46	378,68
4	725,61	712,0	626,5	797,5	- 13,61	185,23
5	735,76	712,0	626,5	797,5	- 23,76	564,60
6	722,43	712,0	626,5	797,5	- 10,43	108,71
7	722,97	712,0	626,5	797,5	- 10,97	120,43
8	719,69	712,0	626,5	797,5	- 7,69	59,10
9	720,91	712,0	626,5	797,5	- 8,91	79,38
10	721,54	712,0	626,5	797,5	- 9,54	91,04
11	703,56	712,0	626,5	797,5	8,44	71,17
12	704,06	712,0	626,5	797,5	7,94	63,05
13	714,92	712,0	626,5	797,5	- 2,92	8,52
14	698,44	712,0	626,5	797,5	13,56	183,78
15	697,70	712,0	626,5	797,5	14,30	204,49
16	693,33	712,0	626,5	797,5	18,67	348,69
17	701,17	712,0	626,5	797,5	10,83	117,31
18	697,68	712,0	626,5	797,5	14,32	205,09
19	697,19	712,0	626,5	797,5	14,81	219,44
20	692,51	712,0	626,5	797,5	19,49	380,03
21	722,69	712,0	626,5	797,5	- 10,69	114,27
22	722,10	712,0	626,5	797,5	- 10,10	102,09
23	737,21	712,0	626,5	797,5	- 25,21	635,41
24	728,55	712,0	626,5	797,5	- 16,55	273,80
25	722,73	712,0	626,5	797,5	- 10,73	115,17
26	713,28	712,0	626,5	797,5	- 1,28	1,64
27	716,14	712,0	626,5	797,5	- 4,14	17,11
28	720,56	712,0	626,5	797,5	- 8,56	73,34
29	719,86	712,0	626,5	797,5	- 7,86	61,78
30	709,64	712,0	626,5	797,5	2,36	5,56

$\Sigma (x2 - x1)^2$	6145,41
$S^2$	102,42
<b>S</b>	10,12
<b>% RSD</b>	1,42

Fuente : Elaboración propia

**GRÁFICO N° 35**  
**GRÁFICA DE CONTROL**



Fuente : Elaboración propia

**7.10.4 CÁLCULO DE LA VARIANZA EN LA PREPARACIÓN DE LA MUESTRA ( $S^2_{PM}$ )**

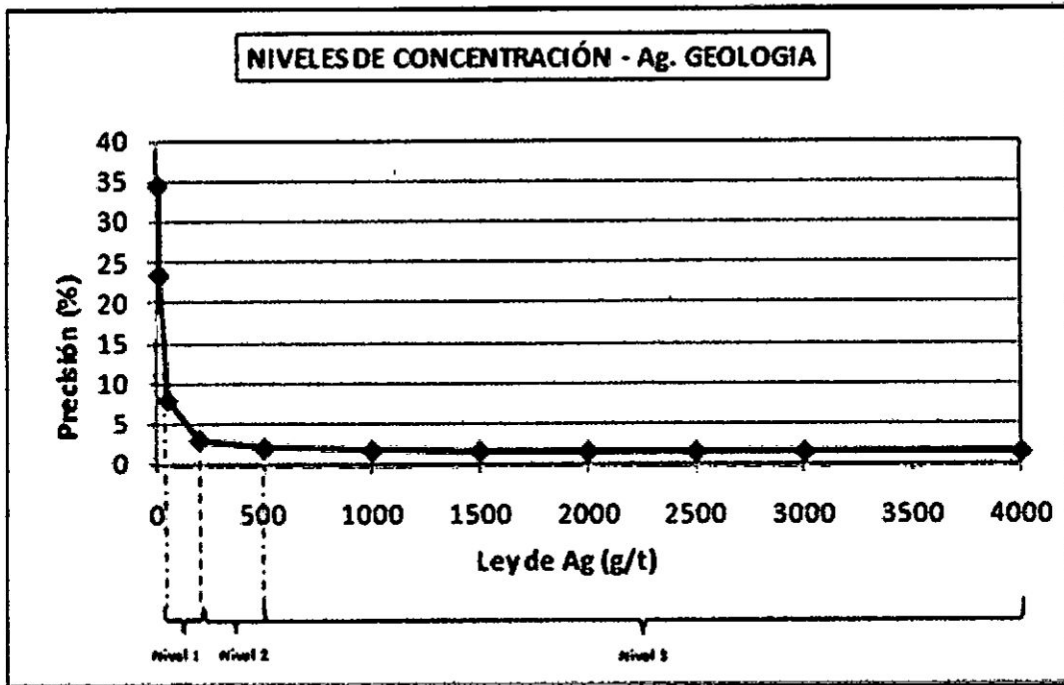
La varianza en la preparación de muestras se determina de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$S^2_{PM} : S^2_{DUP. GRUESOS} - S^2_{DUP. FINOS}$$

Para el cálculo de la varianza en la preparación de la muestra se debe calcular previamente la varianza en el duplicado de finos y gruesos, sin embargo los valores de variabilidad (% error) en los duplicados tienen diferente valor a lo largo del rango de trabajo como se puede observar en el gráfico de Thompson y Howarth.

### GRÁFICO Nº 36

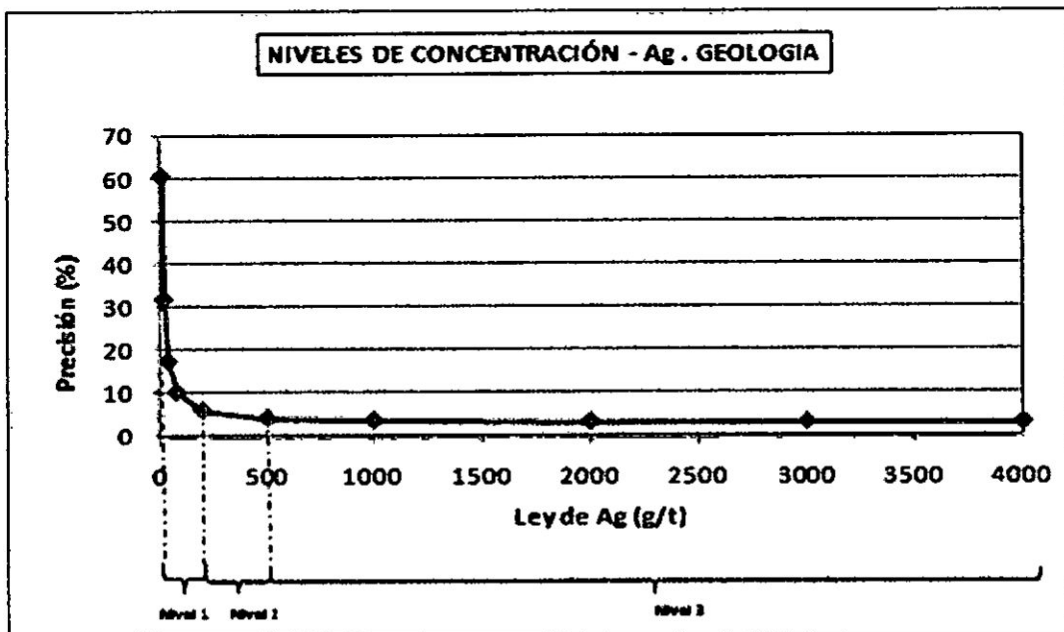
#### GRÁFICO DE PRECISIÓN DE THOMPSON Y HOWARTH – DUPLICADO DE FINOS



Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO Nº 37

#### GRÁFICO DE PRECISIÓN DE THOMPSON Y HOWARTH – DUPLICADO DE GRUESOS



Fuente : Elaboración propia

Según las gráficas se evaluará la varianza de los duplicados de finos y gruesos a tres rangos o niveles de concentración :

- Nivel 1 : LC – 200 g/t  
 Nivel 2 : 200 g/t – 500 g/t  
 Nivel 3 : > 500 g/t

Los datos usados para el cálculo de la varianza de los duplicados de finos y gruesos se han obtenido a partir de los controles realizados a las muestras de geología QA/QC de los meses de mayo y parte de junio. Los datos de duplicado de finos y gruesos se observan en las Tablas N° 147 y N° 148

**TABLA N° 147**  
**DUPLICADO DE FINOS**

N°	X1	X2	% Error	% Error T y H	CONFORMIDAD	NIVEL
1	302,69	303,80	0,37	1,85	CONFORME	Nivel 2
2	400,54	397,65	0,72	1,72	CONFORME	Nivel 2
3	317,97	317,12	0,27	1,83	CONFORME	Nivel 2
4	412,07	430,35	4,34	1,70	NO CONFORME	Nivel 2
5	281,60	276,81	1,72	1,90	CONFORME	Nivel 2
6	387,41	386,70	0,18	1,73	CONFORME	Nivel 2
7	244,12	244,51	0,16	1,99	CONFORME	Nivel 2
8	186,43	192,84	3,38	2,19	NO CONFORME	Nivel 1
9	64,32	64,19	0,20	3,91	CONFORME	Nivel 1
10	2606,04	2600,96	0,20	1,36	CONFORME	Nivel 3
11	24,98	26,32	5,22	7,85	CONFORME	Nivel 1
12	54,00	52,61	2,61	4,45	CONFORME	Nivel 1
13	2798,21	2803,62	0,19	1,36	CONFORME	Nivel 3
14	57,05	57,98	1,62	4,22	CONFORME	Nivel 1
15	440,94	437,99	0,67	1,68	CONFORME	Nivel 2
16	240,71	240,78	0,03	2,00	CONFORME	Nivel 2
17	149,32	150,64	0,88	2,42	CONFORME	Nivel 1
18	21,89	21,53	1,66	9,04	CONFORME	Nivel 1
19	281,90	280,78	0,40	1,90	CONFORME	Nivel 2
20	733,47	733,38	0,01	1,53	CONFORME	Nivel 3
21	769,95	787,50	2,25	1,52	NO CONFORME	Nivel 3

22	1051,29	1049,51	0,17	1,46	CONFORME	Nivel 3
23	84,11	83,72	0,46	3,30	CONFORME	Nivel 1
24	4601,69	4600,97	0,02	1,34	CONFORME	Nivel 3
25	414,76	422,90	1,94	1,70	NO CONFORME	Nivel 2
26	128,02	129,03	0,79	2,61	CONFORME	Nivel 1
27	91,66	89,92	1,92	3,15	CONFORME	Nivel 1
28	136,77	138,19	1,03	2,52	CONFORME	Nivel 1
29	25,78	26,32	2,07	7,75	CONFORME	Nivel 1
30	1005,24	1010,47	0,52	1,47	CONFORME	Nivel 3
31	414,30	413,37	0,22	1,71	CONFORME	Nivel 2
32	430,53	431,73	0,28	1,69	CONFORME	Nivel 2
33	113,55	114,55	0,88	2,77	CONFORME	Nivel 1
34	806,89	796,98	1,24	1,51	CONFORME	Nivel 3
35	27,54	27,46	0,29	7,41	CONFORME	Nivel 1
36	21,88	22,46	2,62	8,88	CONFORME	Nivel 1
37	27,97	26,42	5,70	7,48	CONFORME	Nivel 1
38	234,79	231,60	1,37	2,02	CONFORME	Nivel 2
39	18,40	18,68	1,51	10,36	CONFORME	Nivel 1
40	23,84	22,19	7,17	8,60	CONFORME	Nivel 1
41	20,06	19,98	0,40	9,69	CONFORME	Nivel 1
42	327,04	332,91	1,78	1,81	CONFORME	Nivel 2
43	101,04	106,34	5,11	2,92	NO CONFORME	Nivel 1
44	428,68	418,07	2,51	1,70	NO CONFORME	Nivel 2
45	898,13	899,48	0,15	1,49	CONFORME	Nivel 3
46	246,52	231,81	6,15	2,00	NO CONFORME	Nivel 2
47	1694,16	1703,28	0,54	1,40	CONFORME	Nivel 3
48	127,70	130,43	2,12	2,60	CONFORME	Nivel 1
49	168,80	167,88	0,55	2,30	CONFORME	Nivel 1
50	938,17	935,71	0,26	1,48	CONFORME	Nivel 3
51	68,32	69,75	2,07	3,73	CONFORME	Nivel 1
52	2371,09	2414,64	1,82	1,37	NO CONFORME	Nivel 3
53	15,26	16,50	7,81	11,88	CONFORME	Nivel 1
54	330,87	333,13	0,68	1,81	CONFORME	Nivel 2
55	680,59	679,25	0,20	1,55	CONFORME	Nivel 3
56	19,10	17,45	9,03	10,49	CONFORME	Nivel 1
57	2407,11	2390,73	0,68	1,37	CONFORME	Nivel 3
58	205,09	205,74	0,32	2,12	CONFORME	Nivel 2
59	26,27	25,98	1,11	7,73	CONFORME	Nivel 1
61	104,45	102,12	2,26	2,93	CONFORME	Nivel 1
62	28,71	28,90	0,66	7,13	CONFORME	Nivel 1
63	1105,04	1128,10	2,07	1,45	NO CONFORME	Nivel 3
64	158,68	155,64	1,93	2,37	CONFORME	Nivel 1
65	275,82	271,64	1,53	1,91	CONFORME	Nivel 2
66	808,54	818,7	1,25	1,51	CONFORME	Nivel 3
67	17,42	18,15	4,10	10,75	CONFORME	Nivel 1
68	3252,03	3312,93	1,86	1,35	NO CONFORME	Nivel 3
69	149,48	150,13	0,43	2,42	CONFORME	Nivel 1
70	44,64	44,85	0,47	5,05	CONFORME	Nivel 1

71	611,48	618,82	1,19	1,57	CONFORME	Nivel 3
72	27,28	26,04	4,65	7,60	CONFORME	Nivel 1
73	16,89	16,79	0,59	11,28	CONFORME	Nivel 1
74	148,36	146,45	1,30	2,44	CONFORME	Nivel 1
75	355,83	383,12	7,39	1,75	NO CONFORME	Nivel 2
76	10,12	11,08	9,06	17,15	CONFORME	Nivel 1
77	1199,02	1205,57	0,54	1,44	CONFORME	Nivel 3
78	32,56	32	1,73	6,50	CONFORME	Nivel 1
79	173,01	179,44	3,65	2,25	NO CONFORME	Nivel 1
80	405,03	407,75	0,67	1,71	CONFORME	Nivel 2
81	306,39	305,5	0,29	1,85	CONFORME	Nivel 2
82	139,93	144,12	2,95	2,48	NO CONFORME	Nivel 1
83	28,1	30,33	7,63	7,05	NO CONFORME	Nivel 1
84	241,38	242,26	0,36	1,99	CONFORME	Nivel 2
85	137,39	135,06	1,71	2,53	CONFORME	Nivel 1
86	598,43	589,91	1,43	1,58	CONFORME	Nivel 3
87	140,54	132,97	5,54	2,53	NO CONFORME	Nivel 1
88	52,3	50,76	2,99	4,56	CONFORME	Nivel 1
89	315,51	323,78	2,59	1,83	NO CONFORME	Nivel 2
90	45,24	43,72	3,42	5,08	CONFORME	Nivel 1
91	478,35	477,36	0,21	1,65	CONFORME	Nivel 2
92	448,12	450,66	0,57	1,67	CONFORME	Nivel 2
93	528,7	521,02	1,46	1,62	CONFORME	Nivel 3
94	427,68	429,29	0,38	1,69	CONFORME	Nivel 2
95	1599,51	1584,54	0,94	1,41	CONFORME	Nivel 3
96	392	408,16	4,04	1,72	NO CONFORME	Nivel 2
97	130,74	133,15	1,83	2,57	CONFORME	Nivel 1
98	19,15	19,35	1,04	10,03	CONFORME	Nivel 1
99	154,55	153,37	0,77	2,39	CONFORME	Nivel 1
100	16,58	15,78	4,94	11,68	CONFORME	Nivel 1
101	756,43	752,88	0,47	1,52	CONFORME	Nivel 3

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 148**

**DUPLICADO DE GRUESOS**

N°	X1	X2	% Error	% Error T y H	CONFORMIDAD	NIVEL
1	1051,98	1032,22	1,90	5,39	CONFORME	Nivel 3
2	96,39	96,18	0,22	10,02	CONFORME	Nivel 1
3	147,42	138,84	5,99	8,35	CONFORME	Nivel 1
4	466,88	457,19	2,10	5,98	CONFORME	Nivel 2
5	935,69	933,53	0,23	5,45	CONFORME	Nivel 3
6	178,81	172,02	3,87	7,72	CONFORME	Nivel 1
7	61,69	59,22	4,09	13,04	CONFORME	Nivel 1
8	286,65	280,70	2,10	6,65	CONFORME	Nivel 2
9	1470,46	1445,42	1,72	5,26	CONFORME	Nivel 3

10	40,56	40,81	0,61	16,99	CONFORME	Nivel 1
11	647,46	649,93	0,38	5,68	CONFORME	Nivel 3
12	458,74	461,84	0,67	5,99	CONFORME	Nivel 2
13	34,83	36,32	4,19	18,72	CONFORME	Nivel 1
14	2731,08	2770,75	1,44	5,10	CONFORME	Nivel 3
15	606,89	658,48	8,15	5,70	NO CONFORME	Nivel 3
16	411,17	410,81	0,09	6,11	CONFORME	Nivel 2
17	729,67	757,90	3,80	5,58	CONFORME	Nivel 3
18	760,94	766,66	0,75	5,56	CONFORME	Nivel 3
19	366,93	366,88	0,01	6,26	CONFORME	Nivel 2
20	54,87	55,93	1,91	13,78	CONFORME	Nivel 1
21	11,61	11,54	0,60	47,35	CONFORME	Nivel 1
22	574,79	529,97	8,11	5,81	NO CONFORME	Nivel 3
23	294,11	287,43	2,30	6,61	CONFORME	Nivel 2
24	27,61	27,32	1,06	22,80	CONFORME	Nivel 1
25	289,87	288,48	0,48	6,62	CONFORME	Nivel 2
26	23,72	23,53	0,80	25,71	CONFORME	Nivel 1
27	4174,84	4244,40	1,65	5,04	CONFORME	Nivel 3
28	882,19	880,67	0,17	5,48	CONFORME	Nivel 3
29	380,76	410,12	7,42	6,16	NO CONFORME	Nivel 2
30	2168,42	2185,35	0,78	5,15	CONFORME	Nivel 3
31	340,32	337,34	0,88	6,37	CONFORME	Nivel 2
32	110,57	102,27	7,80	9,53	CONFORME	Nivel 1
33	129,83	119,75	8,08	8,86	CONFORME	Nivel 1
34	13,10	13,69	4,40	41,58	CONFORME	Nivel 1
35	18,28	19,88	8,39	30,66	CONFORME	Nivel 1
36	76,04	78,95	3,76	11,26	CONFORME	Nivel 1
37	25,90	25,31	2,30	24,10	CONFORME	Nivel 1
38	87,98	85,97	2,31	10,57	CONFORME	Nivel 1
39	8182,14	8202,19	0,24	4,98	CONFORME	Nivel 3
40	23,73	22,62	4,79	26,11	CONFORME	Nivel 1
41	42,81	43,00	0,44	16,37	CONFORME	Nivel 1
42	1317,31	1333,64	1,23	5,29	CONFORME	Nivel 3
43	643,24	590,68	8,52	5,72	NO CONFORME	Nivel 3
44	561,64	561,16	0,09	5,79	CONFORME	Nivel 3
45	983,42	1007,84	2,45	5,41	CONFORME	Nivel 3
46	266,06	270,24	1,56	6,75	CONFORME	Nivel 2
47	945,38	886,63	6,41	5,46	NO CONFORME	Nivel 3
48	89,54	96,65	7,64	10,20	CONFORME	Nivel 1
49	72,24	76,21	5,35	11,54	CONFORME	Nivel 1
50	134,13	136,25	1,57	8,55	CONFORME	Nivel 1
51	32,15	32,04	0,34	20,22	CONFORME	Nivel 1
52	284,16	284,59	0,15	6,65	CONFORME	Nivel 2
53	3220,43	3225,35	0,15	5,07	CONFORME	Nivel 3
54	32,72	33,36	1,94	19,78	CONFORME	Nivel 1
55	16,19	15,51	4,29	35,90	CONFORME	Nivel 1
56	66,18	67,48	1,95	12,27	CONFORME	Nivel 1
57	310,06	307,43	0,85	6,51	CONFORME	Nivel 2

58	188,18	188,52	0,18	7,53	CONFORME	Nivel 1
59	915,07	929,38	1,55	5,45	CONFORME	Nivel 3
60	176,41	177,89	0,84	7,69	CONFORME	Nivel 1
61	178,11	180,31	1,23	7,66	CONFORME	Nivel 1
62	33,22	35,17	5,70	19,28	CONFORME	Nivel 1
63	23,14	22,15	4,37	26,61	CONFORME	Nivel 1
64	371,84	380,21	2,23	6,23	CONFORME	Nivel 2
65	304,69	314,19	3,07	6,51	CONFORME	Nivel 2
66	31,67	27,58	13,81	21,50	CONFORME	Nivel 1
67	463,64	457,45	1,34	5,99	CONFORME	Nivel 2
68	112,09	109,95	1,93	9,34	CONFORME	Nivel 1
69	1379,08	1382,74	0,27	5,28	CONFORME	Nivel 3
70	541,14	530,51	1,98	5,84	CONFORME	Nivel 3
71	272,81	272,75	0,02	6,72	CONFORME	Nivel 2
72	70,14	66,52	5,30	12,11	CONFORME	Nivel 1
73	10,87	11,01	1,28	49,81	CONFORME	Nivel 1
74	842,97	879,5	4,24	5,49	CONFORME	Nivel 3
75	193,08	193,09	0,01	7,46	CONFORME	Nivel 1
76	485,23	480,93	0,89	5,94	CONFORME	Nivel 2
77	1220,53	1214,91	0,46	5,32	CONFORME	Nivel 3
78	118,48	116,93	1,32	9,09	CONFORME	Nivel 1
79	21,19	22,34	5,28	27,48	CONFORME	Nivel 1
80	100,57	106,2	5,45	9,67	CONFORME	Nivel 1
81	29,65	27,58	7,23	22,08	CONFORME	Nivel 1
82	243,91	266,19	8,74	6,85	NO CONFORME	Nivel 2
83	243,91	266,19	8,74	6,85	NO CONFORME	Nivel 2
84	286,61	294,59	2,75	6,61	CONFORME	Nivel 2
85	228,93	231,42	1,08	7,05	CONFORME	Nivel 2
86	88,6	89,77	1,31	10,43	CONFORME	Nivel 1
87	402,52	406,34	0,94	6,13	CONFORME	Nivel 2
88	1529	1534,17	0,34	5,24	CONFORME	Nivel 3
89	218,17	210,38	3,64	7,21	CONFORME	Nivel 2
90	461,58	445,94	3,45	6,00	CONFORME	Nivel 2
91	483,56	493,05	1,94	5,93	CONFORME	Nivel 2
92	82,67	86,55	4,59	10,72	CONFORME	Nivel 1
93	288,59	286,52	0,72	6,63	CONFORME	Nivel 2
94	203,47	194,48	4,52	7,39	CONFORME	Nivel 1
95	1530,03	1550,16	1,31	5,24	CONFORME	Nivel 3
96	104,16	103,59	0,55	9,65	CONFORME	Nivel 1
97	441,26	437,51	0,85	6,04	CONFORME	Nivel 2
98	14,69	13,57	7,93	39,68	CONFORME	Nivel 1
99	213,66	208,85	2,28	7,24	CONFORME	Nivel 2

Fuente : Elaboración propia



NIVEL 1: DUPLICADO DE FINOS

TABLA N° 149

DUPLICADO DE FINOS

N°	X1	X2	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	186,43	192,84	6,41	41,0881
2	64,32	64,19	- 0,13	0,0169
3	24,98	26,32	1,34	1,7956
4	54	52,61	- 1,39	1,9321
5	57,05	57,98	0,93	0,8649
6	149,32	150,64	1,32	1,7424
7	21,89	21,53	- 0,36	0,1296
8	84,11	83,72	- 0,39	0,1521
9	128,02	129,03	1,01	1,0201
10	91,66	89,92	- 1,74	3,0276
11	136,77	138,19	1,42	2,0164
12	25,78	26,32	0,54	0,2916
13	113,55	114,55	1,00	1,0000
14	27,54	27,46	- 0,08	0,0064
15	21,88	22,46	0,58	0,3364
16	18,4	18,68	0,28	0,0784
17	23,84	22,19	- 1,65	2,7225
18	20,06	19,98	- 0,08	0,0064
19	101,04	106,34	5,30	28,0900
20	127,7	130,43	2,73	7,4529
21	168,8	167,88	- 0,92	0,8464
22	68,32	69,75	1,43	2,0449
23	15,26	16,5	1,24	1,5376
24	19,1	17,45	- 1,65	2,7225
25	26,27	25,98	- 0,29	0,0841
26	104,45	102,12	- 2,33	5,4289
27	28,71	28,9	0,19	0,0361
28	158,68	155,64	- 3,04	9,2416
29	17,42	18,15	0,73	0,5329
30	149,48	150,13	0,65	0,4225
31	44,64	44,85	0,21	0,0441
32	27,28	26,04	- 1,24	1,5376
33	16,89	16,79	- 0,10	0,0100
34	148,36	146,45	- 1,91	3,6481
35	10,12	11,08	0,96	0,9216
36	32,56	32	- 0,56	0,3136
37	173,01	179,44	6,43	41,3449
38	139,93	144,12	4,19	17,5561
39	28,1	30,33	2,23	4,9729
40	137,39	135,06	- 2,33	5,4289
41	140,54	132,97	- 7,57	57,3049
42	52,3	50,76	- 1,54	2,3716

43	45,24	43,72	- 1,52	2,3104
44	130,74	133,15	2,41	5,8081
45	19,15	19,35	0,20	0,0400
46	154,55	153,37	- 1,18	1,3924
48	16,58	15,78	- 0,80	0,6400

$\Sigma (x_2 - x_1)^2$	262,31
$S^2$	2,73
$S$	1,65
% RSD	2,18

Fuente : Elaboración propia

NIVEL 1 : DUPLICADO DE GRUESOS

TABLA N° 150

DUPLICADO DE GRUESOS

N°	X1	X2	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	96,39	96,18	- 0,21	0,0441
2	147,42	138,84	- 8,58	73,6164
3	178,81	172,02	- 6,79	46,1041
4	61,69	59,22	- 2,47	6,1009
5	40,56	40,81	0,25	0,0625
6	34,83	36,32	1,49	2,2201
7	54,87	55,93	1,06	1,1236
8	11,61	11,54	- 0,07	0,0049
9	27,61	27,32	- 0,29	0,0841
10	23,72	23,53	- 0,19	0,0361
11	110,57	102,27	- 8,30	68,8900
12	129,83	119,75	- 10,08	101,6064
13	13,1	13,69	0,59	0,3481
14	18,28	19,88	1,60	2,5600
15	76,04	78,95	2,91	8,4681
16	25,9	25,31	- 0,59	0,3481
17	87,98	85,97	- 2,01	4,0401
18	23,73	22,62	- 1,11	1,2321
19	42,81	43	0,19	0,0361
20	89,54	96,65	7,11	50,5521
21	72,24	76,21	3,97	15,7609
22	134,13	136,25	2,12	4,4944
23	32,15	32,04	- 0,11	0,0121
24	32,72	33,36	0,64	0,4096

25	16,19	15,51	- 0,68	0,4624
26	66,18	67,48	1,30	1,6900
27	188,18	188,52	0,34	0,1156
28	176,41	177,89	1,48	2,1904
29	178,11	180,31	2,20	4,8400
30	33,22	35,17	1,95	3,8025
31	23,14	22,15	- 0,99	0,9801
32	31,67	27,58	- 4,09	16,7281
33	112,09	109,95	- 2,14	4,5796
34	70,14	66,52	- 3,62	13,1044
35	10,87	11,01	0,14	0,0196
36	193,08	193,09	0,01	0,0001
37	118,48	116,93	- 1,55	2,4025
38	21,19	22,34	1,15	1,3225
39	100,57	106,2	5,63	31,6969
40	29,65	27,58	- 2,07	4,2849
41	88,6	89,77	1,17	1,3689
42	82,67	86,55	3,88	15,0544
43	203,47	194,48	- 8,99	80,8201
44	104,16	103,59	- 0,57	0,3249
45	14,69	13,57	- 1,12	1,2544

$\Sigma (x_2 - x_1)^2$	575,20
$S^2$	6,39
<b>S</b>	2,53
<b>% RSD</b>	3,33

Fuente : Elaboración propia

NIVEL 2 : DUPLICADO DE FINOS

**TABLA N° 151**  
**DUPLICADO DE FINOS**

N°	X1	X2	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	302,69	303,80	1,11	1,2321
2	400,54	397,65	- 2,89	8,3521
3	317,97	317,12	- 0,85	0,7225
4	412,07	430,35	18,28	334,1584
5	281,60	276,81	- 4,79	22,9441
6	387,41	386,70	- 0,71	0,5041
7	244,12	244,51	0,39	0,1521
8	440,94	437,99	- 2,95	8,7025
9	240,71	240,78	0,07	0,0049
10	281,90	280,78	- 1,12	1,2544

11	414,76	422,90	8,14	66,2596
12	414,30	413,37	- 0,93	0,8649
13	430,53	431,73	1,20	1,4400
14	234,79	231,60	- 3,19	10,1761
15	327,04	332,91	5,87	34,4569
16	428,68	418,07	- 10,61	112,5721
17	246,52	231,81	- 14,71	216,3841
18	330,87	333,13	2,26	5,1076
19	205,09	205,74	0,65	0,4225
20	275,82	271,64	- 4,18	17,4724
21	355,83	383,12	27,29	744,7441
22	405,03	407,75	2,72	7,3984
23	306,39	305,50	- 0,89	0,7921
24	241,38	242,26	0,88	0,7744
25	315,51	323,78	8,27	68,3929
26	478,35	477,36	- 0,99	0,9801
27	448,12	450,66	2,54	6,4516
28	427,68	429,29	1,61	2,5921
29	392,00	408,16	16,16	261,1456

$\Sigma (x_2 - x_1)^2$	1936,45
$S^2$	33,39
$S$	5,78
% RSD	1,67

Fuente : Elaboración propia

NIVEL 2 : DUPLICADO DE GRUESOS

TABLA N° 152

DUPLICADO DE FINOS

N°	X1	X2	(X2 - X 1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	466,88	457,19	- 9,69	93,8961
2	458,74	461,84	3,10	9,6100
3	411,17	410,81	- 0,36	0,1296
4	366,93	366,88	- 0,05	0,0025
5	294,11	287,43	- 6,68	44,6224
6	289,87	288,48	- 1,39	1,9321
7	380,76	410,12	29,36	862,0096
8	340,32	337,34	- 2,98	8,8804
9	266,06	270,24	4,18	17,4724
10	284,16	284,59	0,43	0,1849
11	310,06	307,43	- 2,63	6,9169
12	371,84	380,21	8,37	70,0569

13	304,69	314,19	9,50	90,2500
14	463,64	457,45	- 6,19	38,3161
15	272,81	272,75	- 0,06	0,0036
16	485,23	480,93	- 4,30	18,4900
17	243,91	266,19	22,28	496,3984
18	243,91	266,19	22,28	496,3984
19	286,61	294,59	7,98	63,6804
20	228,93	231,42	2,49	6,2001
21	402,52	406,34	3,82	14,5924
22	218,17	210,38	- 7,79	60,6841
23	461,58	445,94	- 15,64	244,6096
24	483,56	493,05	9,49	90,0601
25	288,59	286,52	- 2,07	4,2849
26	441,26	437,51	- 3,75	14,0625
27	213,66	208,85	- 4,81	23,1361

$\Sigma (x_2 - x_1)^2$	2776,88
$S^2$	51,42
$S$	7,17
% RSD	2,08

Fuente : Elaboración propia

NIVEL 3 : DUPLICADO DE FINOS

**TABLA N° 153**  
**DUPLICADO DE FINOS**

N°	X1	X2	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	2606,04	2600,96	- 5,08	25,81
2	2798,21	2803,62	5,41	29,27
3	733,47	733,38	- 0,09	0,01
4	769,95	787,50	17,55	308,00
5	1051,29	1049,51	- 1,78	3,17
6	4601,69	4600,97	- 0,72	0,52
7	1005,24	1010,47	5,23	27,35
8	806,89	796,98	- 9,91	98,21
9	898,13	899,48	1,35	1,82
10	1694,16	1703,28	9,12	83,17
11	938,17	935,71	- 2,46	6,05
12	680,59	679,25	- 1,34	1,80
13	2407,11	2390,73	- 16,38	268,30
14	808,54	818,70	10,16	103,23
15	3252,03	3312,93	60,90	3708,81
16	611,48	618,82	7,34	53,88

17	1199,02	1205,57	6,55	42,90
18	598,43	589,91	- 8,52	72,59
19	528,70	521,02	- 7,68	58,98
20	756,43	752,88	- 3,55	12,60

$\Sigma (x_2 - x_1)^2$	4906,47
$S^2$	122,66
$S$	11,08
% RSD	1,00

Fuente : Elaboración propia

NIVEL 3 : DUPLICADO DE GRUESOS

TABLA N° 154

DUPLICADO DE GRUESOS

N°	X1	X2	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	935,69	933,53	- 2,16	4,67
2	647,46	649,93	2,47	6,10
3	273,108	2770,75	39,67	1573,71
4	606,89	658,48	51,59	2661,53
5	729,67	757,90	28,23	796,93
6	760,94	766,66	5,72	32,72
7	574,79	529,97	- 44,82	2008,83
8	4174,84	4244,40	69,56	4838,59
9	882,19	880,67	- 1,52	2,31
10	2168,42	2185,35	16,93	286,62
11	8182,14	8202,19	20,05	402,00
12	1317,31	1333,64	16,33	266,67
13	643,24	590,68	- 52,56	2762,55
14	561,64	561,16	- 0,48	0,23
15	983,42	1007,84	24,42	596,34
16	945,38	886,63	- 58,75	3451,56
17	3220,43	3225,35	4,92	24,21
18	915,07	929,38	14,31	204,78
19	1379,08	1382,74	3,66	13,40
20	541,14	530,51	- 10,63	113,00
21	842,97	879,50	36,53	1334,44
22	1220,53	1214,91	- 5,62	31,58
23	1529,00	1534,17	5,17	26,73
24	1530,03	1550,16	20,13	405,22

$\Sigma (x_2 - x_1)^2$	21844,72
$S^2$	455,10
<b>S</b>	21,33
<b>% RSD</b>	1,47

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 155**  
**DUPLICADO DE GRUESOS**

Nivel	Rango de concentración	$S^2T$	<b>S</b>	<b>K</b>	<b>U</b>
1	L.C. – 200 g/t	3,86	1,96	2	3,93
2	200 g/t – 500 g/t	72,19	8,50	2	16,99
3	> 500 g/t	434,86	20,85	2	41,71

Fuente : Elaboración propia

Calculando la varianza en la preparación de muestra por cada nivel se tiene :

Para el nivel 1 :

$$S^2_{PM \text{ (Nivel 1)}} : S^2_{DUP. GRUESOS \text{ (Nivel 1)}} - S^2_{DUP. FINOS \text{ (Nivel 1)}}$$

$$S^2_{PM \text{ (Nivel 1)}} : 6,39 - 2,73 = 3,66$$

Para el nivel 2 :

$$S^2_{PM \text{ (Nivel 2)}} : S^2_{DUP. GRUESOS \text{ (Nivel 2)}} - S^2_{DUP. FINOS \text{ (Nivel 2)}}$$

$$S^2_{PM \text{ (Nivel 2)}} : 51,42 - 33,39 = 18,03$$

Para el nivel 3 :

$$S^2_{PM \text{ (Nivel 3)}} : S^2_{DUP. GRUESOS \text{ (Nivel 3)}} - S^2_{DUP. FINOS \text{ (Nivel 3)}}$$

$$S^2_{PM \text{ (Nivel 3)}} : 455,10 - 122,66 = 332,44$$

### 7.10.5 CÁLCULO DE LA VARIANZA TOTAL

La varianza total para cada nivel se calcula mediante la siguiente ecuación :

$$S^2_T : S^2_{PM} + S^2_{MRC}$$

Para el nivel 1 :

$$S^2_{T \text{ (Nivel 1)}} : S^2_{MRC \text{ (ME - 1301)}} + S^2_{PM \text{ (Nivel 1)}}$$

$$S^2_{T \text{ (Nivel 1)}} : 0,20 + 3,66 = 3,86$$

Para el nivel 2 :

$$S^2_{T \text{ (Nivel 2)}} : S^2_{MRC \text{ (TR - 11206)}} + S^2_{PM \text{ (Nivel 2)}}$$

$$S^2_{T \text{ (Nivel 2)}} : 54,16 + 18,03 = 72,19$$

Para el nivel 3 :

$$S^2_{T \text{ (Nivel 3)}} : S^2_{MRC \text{ (SE - 1)}} + S^2_{PM \text{ (Nivel 3)}}$$

$$S^2_{T \text{ (Nivel 3)}} : 102,42 + 332,44 = 434,86$$



Conclusiones :

TABLA N° 156

RESULTADOS DE LA VARIANZA TOTAL E INCERTIDUMBRE

Nivel	Rango de concentración	S <sup>2</sup> T	S	K	U
1	L.C. – 200 g/t	3,86	1,96	2	3,93
2	200 g/t – 500 g/t	72,19	8,50	2	16,99
3	> 500 g/t	434,86	20,85	2	41,71

Fuente : Elaboración propia

ANALITO : Oro (Au)

### 7.11 IDENTIFICACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE

En el Diagrama N° 4 de Causa y Efecto para la identificación de las fuentes de incertidumbre en la determinación de Au.

#### 7.11.1 DESARROLLO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE – Au

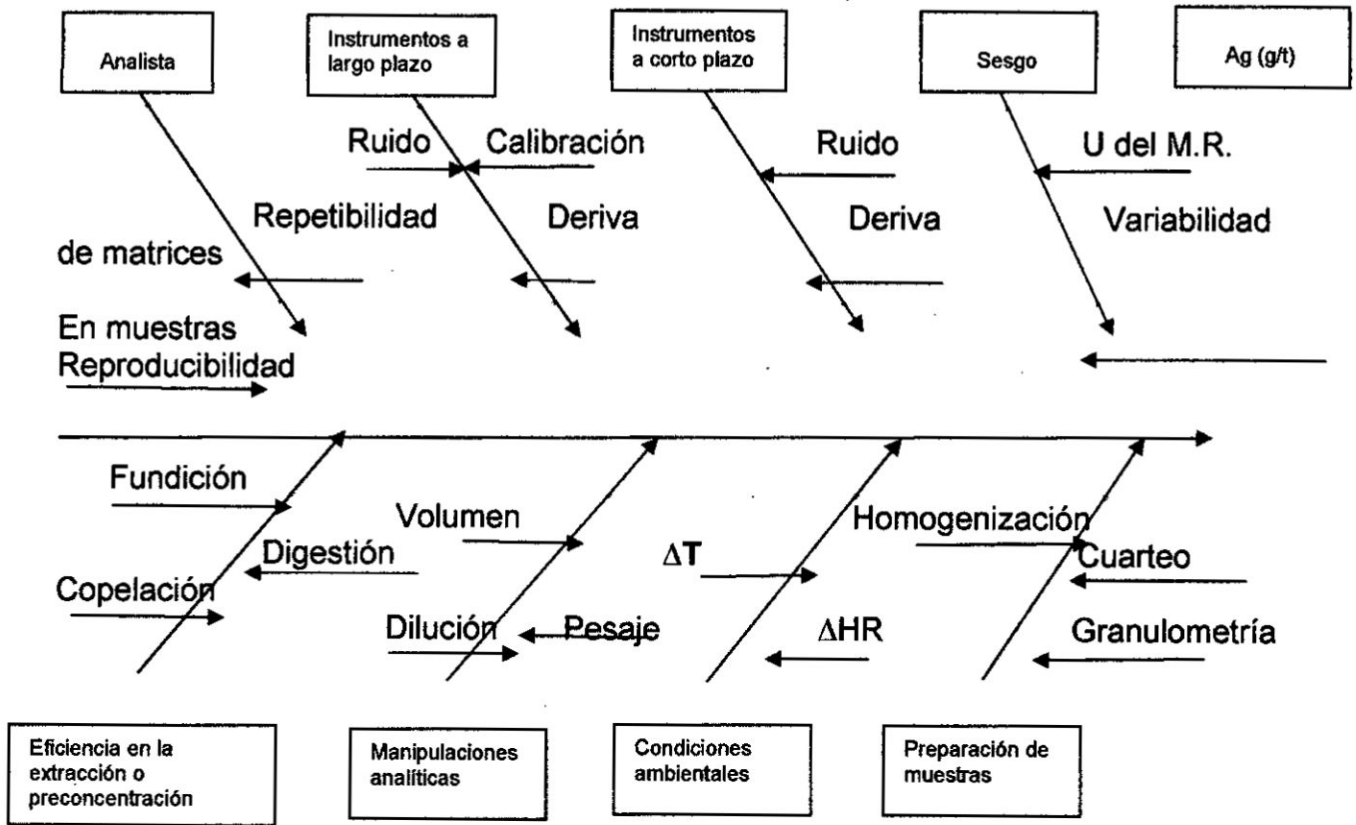
El cálculo de la incertidumbre debido a que el rango de trabajo es amplio se trabajara en tres niveles o rangos de concentración, en cada rango de concentración se estimara la incertidumbre Totalizando la variabilidad en todo el proceso que realiza el laboratorio en base a sus varianzas :

$$V_T : V_{AN} + V_{IC} + V_{IL} + V_B + V_V + V_F + V_{CA} + V_{PM}$$

$$S^2_T : S^2_{AN} + S^2_{IC} + S^2_{IL} + S^2_B + S^2_V + S^2_F + S^2_{CA} + S^2_{PM}$$

## DIAGRAMA N° 2

### ANÁLISIS DE DIAGRAMA CAUSA - EFECTO



Fuente : Elaboración propia

Donde :

$S^2_T$  : Varianza total

$S^2_{AN}$  : Varianza del analista

$S^2_{IC}$  : Varianza del instrumento a corto plazo

$S^2_{IL}$  : Varianza del instrumento a largo plazo

$S^2_B$  : Varianza del sesgo o bias

$S^2_V$  : Varianza de mediciones volumétricas, pesado y otras manipulaciones analíticas.

- $S^2_F$  : Varianza en la etapa de pre - concentración del analito por fundición, digestión y otros
- $S^2_{CA}$  : Varianza por efecto de las condiciones ambientales
- $S^2_{PM}$  : Varianza por preparación de la muestra

La cobertura de las fuentes de incertidumbre por la variabilidad del MRC se observa en la siguiente ecuación :

$$S^2_{MRC} : S^2_{AN} + S^2_{IC} + S^2_{IL} + S^2_B + S^2_V + S^2_F + S^2_{CA}$$

### 7.11.2 CÁLCULO DE LA VARIANZA DEL MRC

El cálculo de la varianza se realizará a tres niveles de concentración debido a que las leyes de plata de las muestras de geología tienen un rango de trabajo amplio. Se utilizaran los resultados obtenidos en el cálculo de la precisión y veracidad de los estándares ME - 1301, TR - 11 206 y SE - 1 para tal fin.

NIVEL 1 :

Estándar : ME - 130

**TABLA N° 157**

#### LÍMITES SUPERIOR E INFERIOR DE GRÁFICA DE CONTROL

N°	OBTENIDO (X1)	TEORICO (X2)	LCI	LCS	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	0,429	0,437	0,371	0,503	0,01	0,0001
2	0,445	0,437	0,371	0,503	-0,01	0,0001
3	0,452	0,437	0,371	0,503	-0,02	0,0002
4	0,426	0,437	0,371	0,503	0,01	0,0001
5	0,436	0,437	0,371	0,503	0,00	0,0000
6	0,418	0,437	0,371	0,503	0,02	0,0004

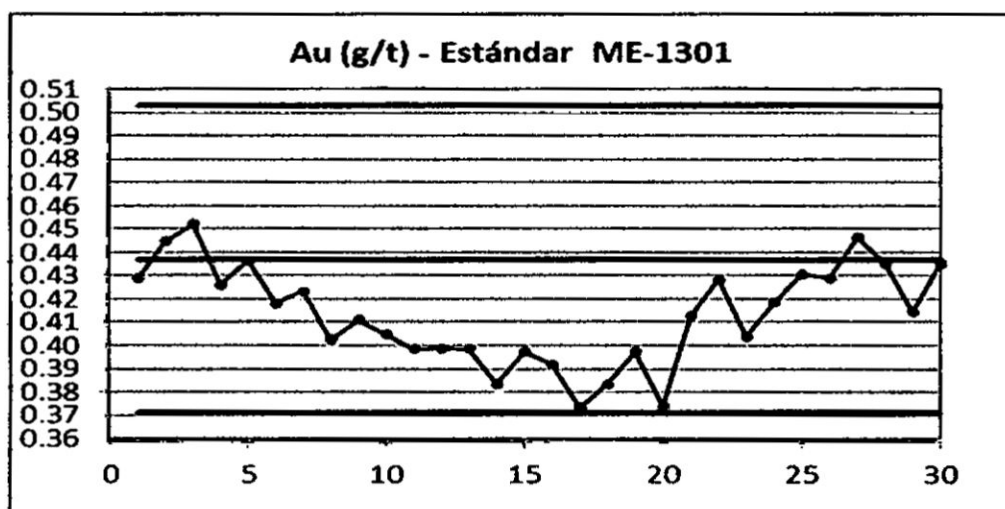
7	0,423	0,437	0,371	0,503	0,01	0,0002
8	0,402	0,437	0,371	0,503	0,03	0,0012
9	0,411	0,437	0,371	0,503	0,03	0,0007
10	0,405	0,437	0,371	0,503	0,03	0,0010
11	0,398	0,437	0,371	0,503	0,04	0,0015
12	0,399	0,437	0,371	0,503	0,04	0,0015
13	0,398	0,437	0,371	0,503	0,04	0,0015
14	0,383	0,437	0,371	0,503	0,05	0,0029
15	0,397	0,437	0,371	0,503	0,04	0,0016
16	0,392	0,437	0,371	0,503	0,05	0,0020
17	0,373	0,437	0,371	0,503	0,06	0,0041
18	0,383	0,437	0,371	0,503	0,05	0,0029
19	0,397	0,437	0,371	0,503	0,04	0,0016
20	0,374	0,437	0,371	0,503	0,06	0,0040
21	0,413	0,437	0,371	0,503	0,02	0,0006
22	0,428	0,437	0,371	0,503	0,01	0,0001
23	0,404	0,437	0,371	0,503	0,03	0,0011
24	0,418	0,437	0,371	0,503	0,02	0,0003
25	0,431	0,437	0,371	0,503	0,01	0,0000
26	0,429	0,437	0,371	0,503	0,01	0,0001
27	0,446	0,437	0,371	0,503	-0,01	0,0001
28	0,435	0,437	0,371	0,503	0,00	0,0000
29	0,414	0,437	0,371	0,503	0,02	0,0005
30	0,435	0,437	0,371	0,503	0,00	0,0000

<b>S<sup>2</sup></b>	0,00050
<b>S</b>	0,02
<b>%RSD</b>	5,13

Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO N° 38

#### GRÁFICO DE CONTROL - ESTÁNDAR ME - 1301 - Au



Fuente : Elaboración propia

NIVEL 2 :

Estándar: SE - 1

TABLA N° 158

LÍMITES SUPERIOR E INFERIOR DE GRÁFICA DE CONTROL

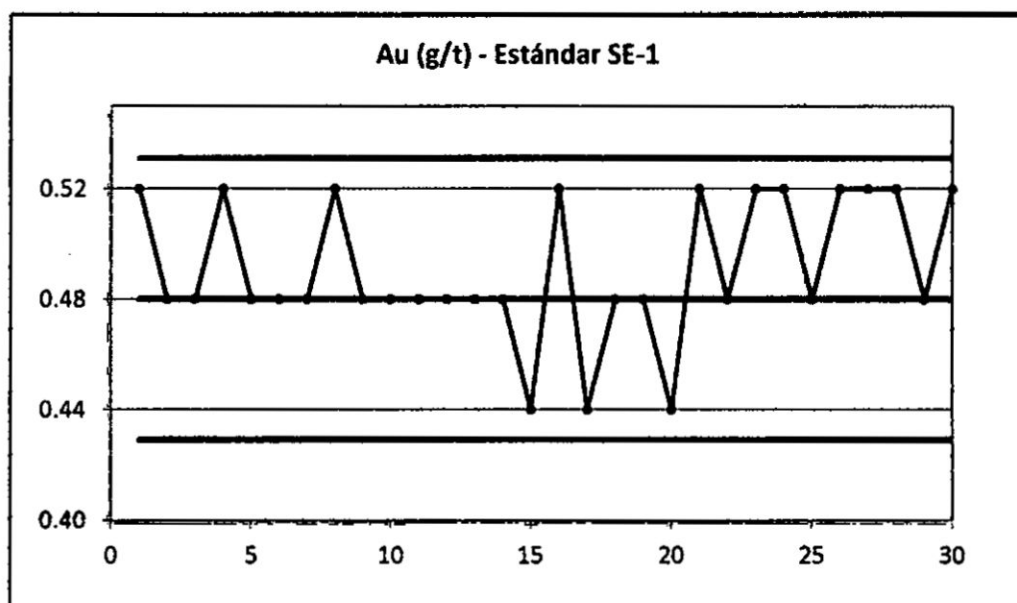
N°	OBTENIDO (X1)	TEORICO (X2)	LCI	LCS	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	0,520	0,48	0,429	0,531	- 0,04	0,0016
2	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
3	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
4	0,520	0,48	0,429	0,531	- 0,04	0,0016
5	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
6	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
7	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
8	0,520	0,48	0,429	0,531	- 0,04	0,0016
9	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
10	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
11	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
12	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
13	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
14	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
15	0,440	0,48	0,429	0,531	0,04	0,0016
16	0,520	0,48	0,429	0,531	- 0,04	0,0016
17	0,440	0,48	0,429	0,531	0,04	0,0016
18	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
19	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
20	0,440	0,48	0,429	0,531	0,04	0,0016
21	0,520	0,48	0,429	0,531	- 0,04	0,0016
22	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
23	0,520	0,48	0,429	0,531	- 0,04	0,0016
24	0,520	0,48	0,429	0,531	- 0,04	0,0016
25	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
26	0,520	0,48	0,429	0,531	- 0,04	0,0016
27	0,520	0,48	0,429	0,531	- 0,04	0,0016
28	0,520	0,48	0,429	0,531	- 0,04	0,0016
29	0,480	0,48	0,429	0,531	0,00	0,0000
30	0,520	0,48	0,429	0,531	- 0,04	0,0016

$\Sigma (x2 - x1)^2$	0,03018
S <sup>2</sup>	0,00050
S	0,02
% RSD	5,13

Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO N° 39

#### GRÁFICO DE CONTROL – ESTÁNDAR SE – 1 – Au



Fuente : Elaboración propia

NIVEL 3 :

Estándar : TR – 11206

### TABLA N° 159

#### LÍMITES SUPERIOR E INFERIOR DE GRÁFICA DE CONTROL

N°	OBTENIDO (X1)	TEORICO (X2)	LCI	LCS	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	1,240	1,16	1,05	1,27	-0,08	0,0069
2	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
3	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
4	1,240	1,16	1,05	1,27	-0,08	0,0069
5	1,240	1,16	1,05	1,27	-0,08	0,0069
6	1,240	1,16	1,05	1,27	-0,08	0,0069
7	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
8	1,160	1,16	1,05	1,27	0,00	0,0000
9	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
10	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
11	1,240	1,16	1,05	1,27	-0,08	0,0069
12	1,240	1,16	1,05	1,27	-0,08	0,0069
13	1,160	1,16	1,05	1,27	0,00	0,0000
14	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
15	1,160	1,16	1,05	1,27	0,00	0,0000

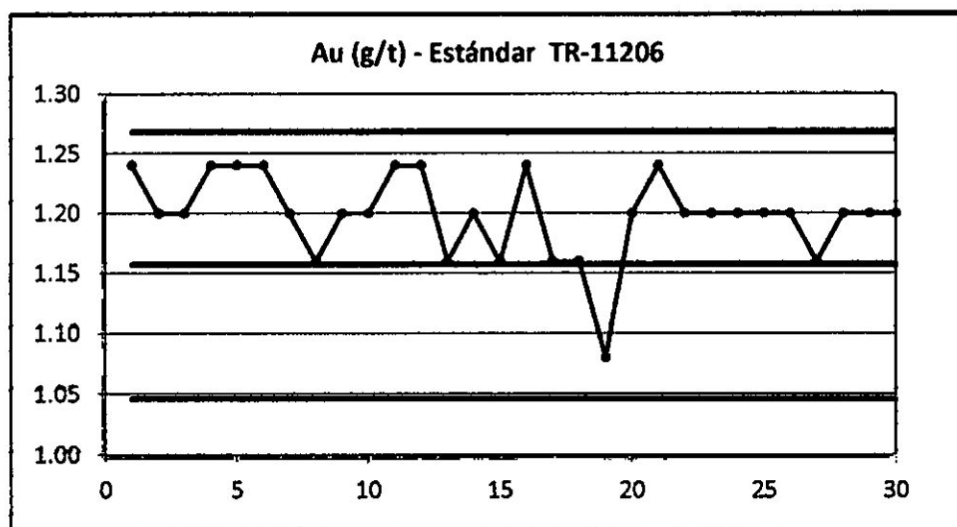
16	1,240	1,16	1,05	1,27	-0,08	0,0069
17	1,160	1,16	1,05	1,27	0,00	0,0000
18	1,160	1,16	1,05	1,27	0,00	0,0000
19	1,080	1,16	1,05	1,27	0,08	0,0059
20	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
21	1,240	1,16	1,05	1,27	-0,08	0,0069
22	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
23	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
24	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
25	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
26	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
27	1,160	1,16	1,05	1,27	0,00	0,0000
28	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
29	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018
30	1,200	1,16	1,05	1,27	-0,04	0,0018

$\Sigma (x_2 - x_1)^2$	0,08883
$S^2$	0,00148
$S$	0,03848
% RSD	3,33

Fuente : Elaboración propia

### GRÁFICO N° 40

#### GRÁFICO DE CONTROL – ESTÁNDAR TR – 11206 – Au



Fuente : Elaboración propia

### 7.11.3 CÁLCULO DE LA VARIANZA EN LA PREPARACIÓN DE LA MUESTRA ( $S^2_{PM}$ )

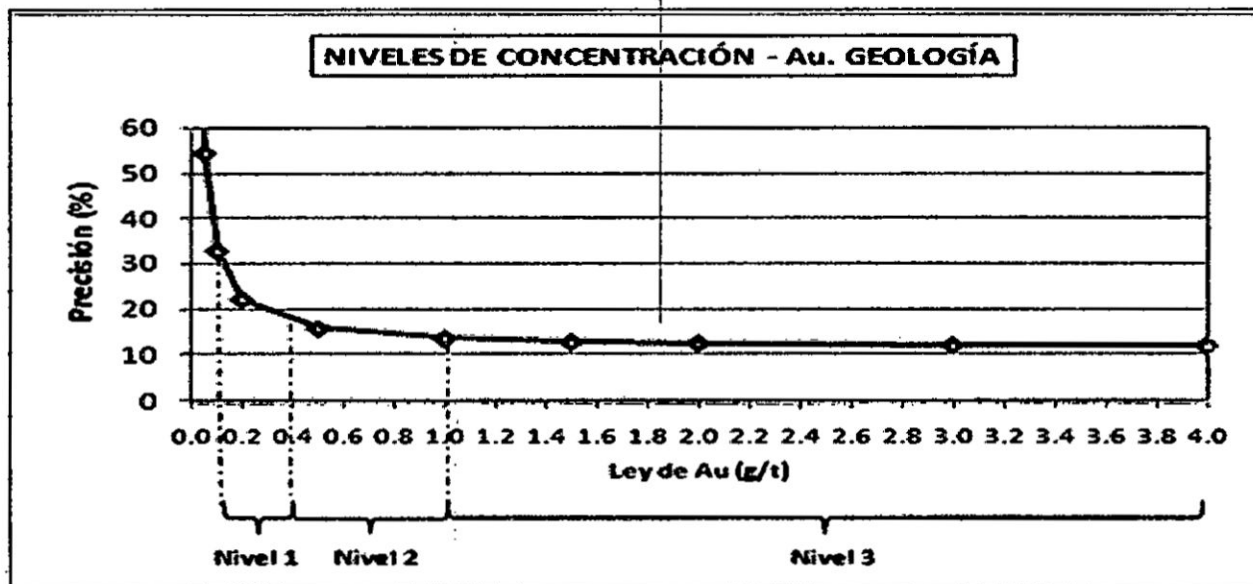
La varianza en la preparación de muestras se determina de acuerdo a la siguiente ecuación :

$$S^2_{PM} : S^2_{DUP. GRUESOS} - S^2_{DUP. FINOS}$$

Para el cálculo de la varianza en la preparación de la muestra se debe calcular previamente la varianza en el duplicado de finos y gruesos, sin embargo, los valores de variabilidad (% error) en los duplicados tienen diferente valor a lo largo del rango de trabajo como se puede observar en el gráfico de Thompson y Howarth.

GRÁFICO N° 41

GRÁFICO DE PRECISIÓN DE THOMPSON Y HOWARTH - DUPLICADO DE FINOS

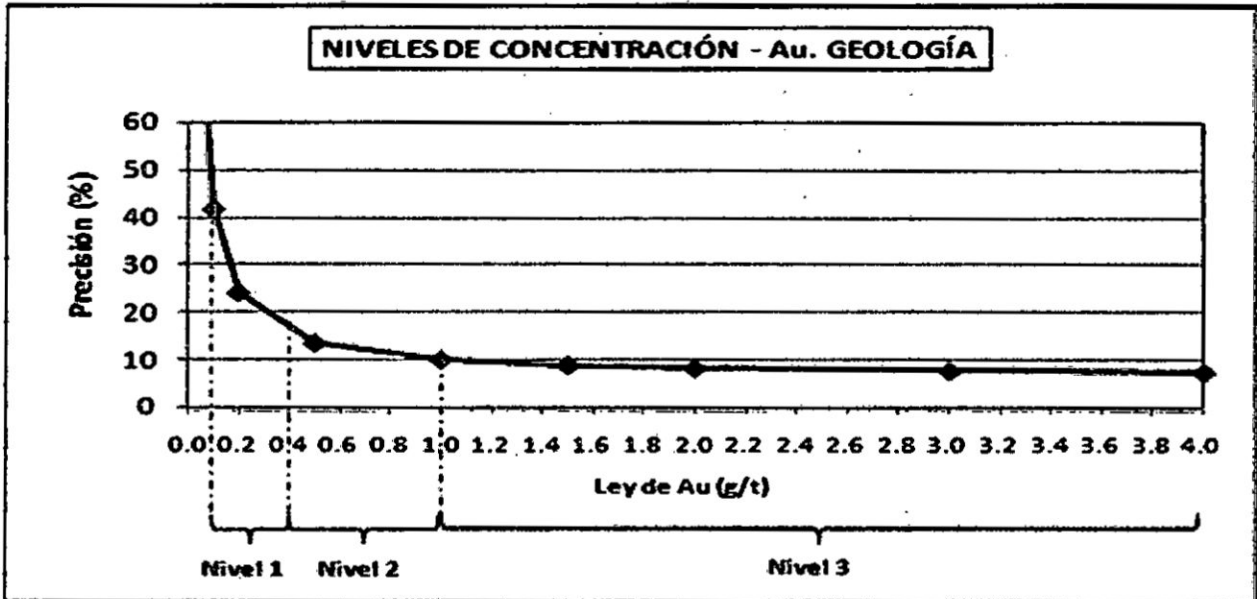


Fuente : Elaboración propia



## GRÁFICO N° 42

### GRÁFICO DE PRECISIÓN DE THOMPSON Y HOWARTH - DUPLICADO DE GRUESOS



Fuente : Elaboración propia

Según las gráficas se evaluará la varianza de los duplicados de finos y gruesos a tres rangos o niveles de concentración :

- Nivel 1 : LC - 0,4 g/t
- Nivel 2 : 0,4 g/t - 1 g/t
- Nivel 3 : > 1 g/t

Los datos usados para el cálculo de la varianza de los duplicados de finos y gruesos se han obtenido a partir de los controles realizados a las muestras de geología QA/QC de los meses de mayo y parte de junio. Los datos de duplicado de finos y gruesos se observan en las Tablas N° 160 y N° 161

TABLA N° 160

DUPLICADO DE FINOS

N°	X1	X2	% Error	% Error T y H	CONFORMIDAD	NIVEL
1	0,88	0,89	1,13	7,87	CONFORME	Nivel 2
2	1,58	1,58	0,00	6,69	CONFORME	Nivel 3
3	0,96	0,97	1,04	7,65	CONFORME	Nivel 2
4	1,78	2,04	13,61	6,43	NO CONFORME	Nivel 3
5	0,76	0,72	5,41	8,40	CONFORME	Nivel 2
6	2,00	1,96	2,02	6,38	CONFORME	Nivel 3
7	0,36	0,38	5,41	11,61	CONFORME	Nivel 1
8	0,41	0,40	2,47	11,06	CONFORME	Nivel 2
9	6,60	6,54	0,91	5,54	CONFORME	Nivel 3
10	13,52	13,63	0,81	5,36	CONFORME	Nivel 3
11	0,45	0,43	4,55	10,59	CONFORME	Nivel 2
12	1,60	1,56	2,53	6,69	CONFORME	Nivel 3
13	0,53	0,53	0,00	9,67	CONFORME	Nivel 2
14	0,92	0,93	1,08	7,75	CONFORME	Nivel 2
15	0,47	0,47	0,00	10,24	CONFORME	Nivel 2
16	1,40	1,44	2,82	6,86	CONFORME	Nivel 3
17	3,27	3,44	5,07	5,89	CONFORME	Nivel 3
18	2,36	2,31	2,14	6,20	CONFORME	Nivel 3
19	6,27	6,15	1,93	5,56	CONFORME	Nivel 3
20	1,28	1,36	6,06	6,98	CONFORME	Nivel 3
21	0,45	0,45	0,00	10,47	CONFORME	Nivel 2
22	3,72	3,67	1,35	5,82	CONFORME	Nivel 3
23	1,16	1,16	0,00	7,23	CONFORME	Nivel 3
24	0,96	0,96	0,00	7,66	CONFORME	Nivel 2
25	8,78	8,95	1,92	5,45	CONFORME	Nivel 3
26	3,15	3,04	3,55	5,95	CONFORME	Nivel 3
27	0,31	0,32	3,17	12,74	CONFORME	Nivel 1
28	0,50	0,48	4,08	10,04	CONFORME	Nivel 2
29	0,69	0,74	6,99	8,51	CONFORME	Nivel 2
30	0,62	0,63	1,60	8,99	CONFORME	Nivel 2
31	1,92	1,92	0,00	6,42	CONFORME	Nivel 3
32	2,63	2,68	1,88	6,08	CONFORME	Nivel 3
33	0,43	0,40	7,23	10,91	CONFORME	Nivel 2
34	2,99	3,04	1,66	5,97	CONFORME	Nivel 3
35	0,77	0,80	3,82	8,21	CONFORME	Nivel 2
36	0,99	0,96	3,08	7,62	CONFORME	Nivel 2
37	1,52	1,52	0,00	6,75	CONFORME	Nivel 3
38	0,34	0,34	0,00	12,18	CONFORME	Nivel 1
39	2,15	2,11	1,88	6,30	CONFORME	Nivel 3
40	0,57	0,57	0,00	9,36	CONFORME	Nivel 2
41	0,56	0,60	6,90	9,28	CONFORME	Nivel 2
42	3,43	3,40	0,88	5,88	CONFORME	Nivel 3
43	0,61	0,59	3,33	9,15	CONFORME	Nivel 2

44	0,59	0,59	0,00	9,21	CONFORME	Nivel 2
45	3,71	3,75	1,07	5,82	CONFORME	Nivel 3
46	0,38	0,37	2,67	11,53	CONFORME	Nivel 1
47	0,52	0,52	0,00	9,76	CONFORME	Nivel 2
48	20,20	20,65	2,20	5,30	CONFORME	Nivel 3
49	0,56	0,55	1,80	9,47	CONFORME	Nivel 2
50	0,34	0,36	5,71	11,98	CONFORME	Nivel 1
51	3,55	3,55	0,00	5,85	CONFORME	Nivel 3
52	0,49	0,50	2,02	9,99	CONFORME	Nivel 2
53	0,54	0,56	3,64	9,51	CONFORME	Nivel 2
54	4,35	4,47	2,72	5,72	CONFORME	Nivel 3
55	0,55	0,54	1,83	9,55	CONFORME	Nivel 2
56	1,12	1,16	3,51	7,27	CONFORME	Nivel 3
57	4,71	4,87	3,34	5,68	CONFORME	Nivel 3
58	0,55	0,54	3,45	9,28	CONFORME	Nivel 2
59	0,55	0,54	1,36	8,42	CONFORME	Nivel 2
61	1,16	1,16	0,00	7,23	CONFORME	Nivel 3
62	0,74	0,74	0,00	8,40	CONFORME	Nivel 2
63	1,22	1,25	2,43	7,11	CONFORME	Nivel 3
64	0,32	0,32	0,00	12,62	CONFORME	Nivel 1
65	1,52	1,64	7,59	6,69	NO CONFORME	Nivel 3
66	1,92	1,83	4,80	6,45	CONFORME	Nivel 3
67	0,48	0,48	0,00	10,14	CONFORME	Nivel 2
68	0,92	0,92	0,00	7,77	CONFORME	Nivel 2
69	4,15	4,26	2,62	5,75	CONFORME	Nivel 3
70	0,49	0,49	0,00	10,04	CONFORME	Nivel 2
71	1,63	1,64	0,61	6,64	CONFORME	Nivel 3
72	0,49	0,46	6,32	10,19	CONFORME	Nivel 2
73	0,52	0,52	0,00	9,76	CONFORME	Nivel 2
74	1,16	1,12	3,51	7,27	CONFORME	Nivel 3
75	0,57	0,56	1,77	9,39	CONFORME	Nivel 2
76	0,78	0,78	0,00	8,23	CONFORME	Nivel 2
77	0,52	0,48	8,00	9,94	CONFORME	Nivel 2
78	0,4	0,4	0,00	11,13	CONFORME	Nivel 2
79	1,08	1,08	0,00	7,38	CONFORME	Nivel 3
80	1,24	1,2	3,28	7,13	CONFORME	Nivel 3
81	0,92	0,92	0,00	7,77	CONFORME	Nivel 2
82	0,31	0,3	3,28	12,98	CONFORME	Nivel 1
83	1	1,08	7,69	7,47	NO CONFORME	Nivel 3
84	1,2	1,16	3,39	7,20	CONFORME	Nivel 3
85	0,84	0,81	3,64	8,06	CONFORME	Nivel 2
86	3,08	3,39	9,58	5,92	NO CONFORME	Nivel 3
87	0,57	0,61	6,78	9,21	CONFORME	Nivel 2
88	0,52	0,53	1,90	9,71	CONFORME	Nivel 2
89	2,08	2,12	1,90	6,31	CONFORME	Nivel 3
90	1,67	1,64	1,81	6,62	CONFORME	Nivel 3
91	1,2	1,22	1,65	7,15	CONFORME	Nivel 3
92	0,69	0,69	0,00	8,63	CONFORME	Nivel 2

93	0,48	0,45	6,45	10,30	CONFORME	Nivel 2
94	3,43	3,52	2,59	5,86	CONFORME	Nivel 3
95	1,99	1,95	2,03	6,39	CONFORME	Nivel 3
96	0,32	0,32	0,00	12,62	CONFORME	Nivel 1
97	1,56	1,52	2,60	6,73	CONFORME	Nivel 3
98	0,98	0,93	5,24	7,67	CONFORME	Nivel 2
99	3,28	3,15	4,04	5,92	CONFORME	Nivel 3
100	0,36	0,36	0,00	11,79	CONFORME	Nivel 1

Fuente : Elaboración propia

**TABLA N° 161**

**DUPLICADO DE GRUESOS**

N°	X1	X2	% Error	% Error T y H	CONFORMIDAD	NIVEL
1	3,32	3,28	1,21	9,22	CONFORME	Nivel 3
2	0,37	0,39	5,26	12,57	CONFORME	Nivel 1
3	0,44	0,40	9,52	12,21	CONFORME	Nivel 2
4	0,80	0,84	4,88	10,54	CONFORME	Nivel 2
5	0,57	0,60	5,13	11,24	CONFORME	Nivel 2
6	0,66	0,72	8,70	10,87	CONFORME	Nivel 2
7	4,96	4,72	4,96	9,08	CONFORME	Nivel 3
8	1,20	1,24	3,28	9,96	CONFORME	Nivel 3
9	1,24	1,28	3,17	9,92	CONFORME	Nivel 3
10	2,40	2,43	1,24	9,38	CONFORME	Nivel 3
11	1,52	1,60	5,13	9,70	CONFORME	Nivel 3
12	1,12	1,16	3,51	10,04	CONFORME	Nivel 3
13	3,43	3,59	4,56	9,19	CONFORME	Nivel 3
14	1,04	1,08	3,77	10,14	CONFORME	Nivel 3
15	1,88	1,89	0,53	9,54	CONFORME	Nivel 3
16	0,92	0,88	4,44	10,38	CONFORME	Nivel 2
17	0,80	0,76	5,13	10,63	CONFORME	Nivel 2
18	8,97	8,90	0,78	8,94	CONFORME	Nivel 3
19	1,92	1,88	2,11	9,54	CONFORME	Nivel 3
20	0,56	0,55	1,80	11,37	CONFORME	Nivel 2
21	3,67	3,63	1,10	9,17	CONFORME	Nivel 3
22	1,29	1,21	6,40	9,93	CONFORME	Nivel 3
23	0,32	0,30	6,45	13,43	CONFORME	Nivel 1
24	0,39	0,38	2,60	12,52	CONFORME	Nivel 1
25	0,50	0,46	8,33	11,78	CONFORME	Nivel 2
26	0,46	0,45	2,20	11,94	CONFORME	Nivel 2
27	36,35	36,46	0,30	8,82	CONFORME	Nivel 3
28	1,96	2,04	4,00	9,50	CONFORME	Nivel 3
29	3,07	3,03	1,31	9,25	CONFORME	Nivel 3
30	1,36	1,39	2,18	9,83	CONFORME	Nivel 3
31	1,64	1,60	2,47	9,67	CONFORME	Nivel 3
32	1,96	2,04	4,00	9,50	CONFORME	Nivel 3

33	0,32	0,32	0,00	13,28	CONFORME	Nivel 1
34	0,82	0,82	0,00	10,54	CONFORME	Nivel 2
35	5,23	5,19	0,77	9,06	CONFORME	Nivel 3
36	0,30	0,31	3,28	13,50	CONFORME	Nivel 1
37	4,64	4,95	6,47	9,08	CONFORME	Nivel 3
38	3,03	2,95	2,68	9,26	CONFORME	Nivel 3
39	0,54	0,56	3,64	11,40	CONFORME	Nivel 2
40	0,35	0,35	0,00	12,89	CONFORME	Nivel 1
41	0,36	0,37	2,74	12,73	CONFORME	Nivel 1
42	0,73	0,76	4,03	10,71	CONFORME	Nivel 2
43	0,81	0,79	2,50	10,58	CONFORME	Nivel 2
44	1,71	1,76	2,88	10,58	CONFORME	Nivel 3
45	5,43	5,47	0,73	9,04	CONFORME	Nivel 3
46	2,23	2,20	1,35	9,43	CONFORME	Nivel 3
47	0,48	0,48	0,00	11,78	CONFORME	Nivel 2
48	0,73	0,68	7,09	10,82	CONFORME	Nivel 2
49	3,16	3,07	2,89	9,24	CONFORME	Nivel 3
50	2,16	2,24	3,64	9,43	CONFORME	Nivel 3
51	2,56	2,47	3,58	9,35	CONFORME	Nivel 3
52	3,71	3,83	3,18	9,16	CONFORME	Nivel 3
53	2,50	2,47	1,21	9,36	CONFORME	Nivel 3
54	1,10	1,06	3,70	10,11	CONFORME	Nivel 3
55	0,68	0,73	7,09	10,82	CONFORME	Nivel 2
56	0,68	0,73	7,09	10,82	CONFORME	Nivel 2
57	0,90	0,91	1,10	10,37	CONFORME	Nivel 2
58	0,89	0,85	4,60	10,44	CONFORME	Nivel 2
59	0,45	0,49	8,51	11,84	CONFORME	Nivel 2
61	1,16	1,12	3,51	10,04	CONFORME	Nivel 3
62	1,00	1,00	0,00	10,22	CONFORME	
63	1,28	1,24	3,17	9,92	CONFORME	Nivel 3
64	0,80	0,76	5,13	10,63	CONFORME	Nivel 2
65	0,90	0,88	2,25	10,40	CONFORME	Nivel 2
66	0,76	0,72	5,41	10,73	CONFORME	Nivel 2
67	0,58	0,58	0,00	11,26	CONFORME	Nivel 2
68	4,31	4,43	2,75	9,11	CONFORME	Nivel 3
69	1,16	1,12	3,51	10,04	CONFORME	Nivel 3
70	0,34	0,32	6,06	13,14	CONFORME	Nivel 1
71	0,83	0,78	6,21	10,57	CONFORME	Nivel 2
72	1,44	1,41	2,11	9,79	CONFORME	Nivel 3
73	1,31	1,40	6,64	9,84	CONFORME	Nivel 3
74	0,44	0,42	4,65	12,13	CONFORME	Nivel 2
75	6,22	6,22	0,00	9,01	CONFORME	Nivel 3
76	1,68	1,60	4,88	9,66	CONFORME	Nivel 3
77	2,08	2,00	3,92	9,49	CONFORME	Nivel 3
78	1,08	1,09	0,92	10,11	CONFORME	Nivel 3
79	1,76	1,68	4,65	9,62	CONFORME	Nivel 3
80	0,40	0,39	2,53	12,43	CONFORME	Nivel 1
81	4,42	4,51	2,02	9,10	CONFORME	Nivel 3

82	0,31	0,32	3,17	13,35	CONFORME	Nivel 1
83	0,72	0,72	0,00	10,78	CONFORME	Nivel 2
84	3,23	3,31	2,45	9,22	CONFORME	Nivel 3
85	5,36	5,19	3,22	9,05	CONFORME	Nivel 3
86	1,34	1,37	2,21	9,84	CONFORME	Nivel 3
87	9,79	9,64	1,54	8,93	CONFORME	Nivel 3
88	1,00	0,98	2,02	10,23	CONFORME	Nivel 2
89	0,66	0,77	15,38	10,79	NO CONFORME	Nivel 2

Fuente : Elaboración propia

NIVEL 1 : DUPLICADO DE FINOS

**TABLA N° 162**  
**DUPLICADO DE FINOS**

N°	X1	X2	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	0,36	0,38	0,02	0,0004
2	0,31	0,32	0,01	0,0001
3	0,34	0,34	0,00	0,0000
4	0,38	0,37	-0,01	0,0001
5	0,34	0,36	0,02	0,0004
6	0,32	0,32	0,00	0,0000
7	0,31	0,3	-0,01	0,0001
8	0,32	0,32	0,00	0,0000
9	0,36	0,36	0,00	0,0000
10	0,36	0,36	0,00	0,0000

$\Sigma (x2 - x1)^2$	0,0011
S <sup>2</sup>	0,00006
S	0,007
% RSD	2,18

Fuente : Elaboración propia

NIVEL 1 : DUPLICADO DE GRUESOS

**TABLA N° 163**  
**DUPLICADO DE GRUESOS**

N°	X1	X2	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	0,37	0,39	0,02	0,0004
2	0,32	0,30	- 0,02	0,0004
3	0,39	0,38	- 0,01	0,0001
4	0,32	0,32	0,00	0,0000
5	0,30	0,31	0,01	0,0001
6	0,35	0,35	0,00	0,0000
7	0,36	0,37	0,01	0,0001
8	0,34	0,32	- 0,02	0,0004
9	0,40	0,39	- 0,01	0,0001
10	0,31	0,32	0,01	0,0001

$\Sigma (x2 - x1)^2$	0,0017
S <sup>2</sup>	0,00009
S	0,009
% RSD	2,64

Fuente : Elaboración propia

NIVEL 2 : DUPLICADO DE FINOS

**TABLA N° 164**  
**DUPLICADO DE FINOS**

N°	X1	X2	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	0,88	0,89	0,01	0,0001
2	0,96	0,97	0,01	0,0001
3	0,76	0,72	-0,04	0,0016
4	0,41	0,40	-0,01	0,0001
5	0,45	0,43	-0,02	0,0004
6	0,53	0,53	0,00	0,0000
7	0,92	0,93	0,01	0,0001
8	0,47	0,47	0,00	0,0000
9	0,45	0,45	0,00	0,0000
10	0,96	0,96	0,00	0,0000
11	0,50	0,48	-0,02	0,0004
12	0,69	0,74	0,05	0,0025
13	0,62	0,63	0,01	0,0001

14	0,43	0,40	-0,03	0,0009
15	0,77	0,80	0,03	0,0009
16	0,99	0,96	-0,03	0,0009
17	0,57	0,57	0,00	0,0000
18	0,56	0,60	0,04	0,0016
19	0,61	0,59	-0,02	0,0004
20	0,59	0,59	0,00	0,0000
21	0,52	0,52	0,00	0,0000
22	0,56	0,55	-0,01	0,0001
23	0,49	0,50	0,01	0,0001
24	0,54	0,56	0,02	0,0004
25	0,55	0,54	-0,01	0,0001
26	0,55	0,54	-0,01	0,0001
27	0,55	0,54	-0,01	0,0001
28	0,74	0,74	0,00	0,0000
29	0,48	0,48	0,00	0,0000
30	0,92	0,92	0,00	0,0000
31	0,49	0,49	0,00	0,0000
32	0,49	0,46	-0,03	0,0009
33	0,52	0,52	0,00	0,0000
34	0,57	0,56	-0,01	0,0001
35	0,78	0,78	0,00	0,0000
36	0,52	0,48	-0,04	0,0016
37	0,4	0,4	0,00	0,0000
38	0,92	0,92	0,00	0,0000
39	0,84	0,81	-0,03	0,0009
40	0,57	0,61	0,04	0,0016
41	0,52	0,53	0,01	0,0001
42	0,69	0,69	0,00	0,0000
43	0,48	0,45	-0,03	0,0009

$\Sigma (x_2 - x_1)^2$	0,017
$S^2$	0,00020
$S$	0,014
% RSD	2,27

Fuente : Elaboración propia



NIVEL 2 : DUPLICADO DE GRUESOS

**TABLA N° 165**  
**DUPLICADO DE GRUESOS**

N°	X1	X2	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	0,44	0,40	- 0,04	0,0016
2	0,80	0,84	0,04	0,0016
3	0,57	0,60	0,03	0,0009
4	0,66	0,72	0,06	0,0036
5	0,92	0,88	- 0,04	0,0016
6	0,80	0,76	- 0,04	0,0016
7	0,56	0,55	- 0,01	0,0001
8	0,50	0,46	- 0,04	0,0016
9	0,46	0,45	- 0,01	0,0001
10	0,82	0,82	0,00	0,0000
11	0,54	0,56	0,02	0,0004
12	0,73	0,76	0,03	0,0009
13	0,81	0,79	- 0,02	0,0004
14	0,48	0,48	0,00	0,0000
15	0,73	0,68	- 0,05	0,0025
16	0,68	0,73	0,05	0,0025
17	0,68	0,73	0,05	0,0025
18	0,90	0,91	0,01	0,0001
19	0,89	0,85	- 0,04	0,0016
20	0,45	0,49	0,04	0,0016
21	1,00	1,00	0,00	0,0000
22	0,80	0,76	- 0,04	0,0016
23	0,90	0,88	- 0,02	0,0004
24	0,76	0,72	- 0,04	0,0016
25	0,58	0,58	0,00	0,0000
26	0,83	0,78	- 0,05	0,0025
27	0,44	0,42	- 0,02	0,0004
28	0,72	0,72	0,00	0,0000
29	1	0,98	- 0,02	0,0004
30	0,66	0,77	0,11	0,0121

$\Sigma (x2 - x1)^2$	0.044
$S^2$	0.00074
<b>S</b>	0.027
<b>% RSD</b>	3.86

Fuente : Elaboración propia

NIVEL 3 : DUPLICADO DE FINOS

**TABLA N° 166**  
**DUPLICADO DE FINOS**

N°	X1	X2	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	1,58	1,58	0,00	0,00
2	1,78	2,04	0,26	0,07
3	2,00	1,96	-0,04	0,00
4	6,60	6,54	-0,06	0,00
5	13,52	13,63	0,11	0,01
6	1,40	1,44	0,04	0,00
7	3,27	3,44	0,17	0,03
8	2,36	2,31	-0,05	0,00
9	6,27	6,15	-0,12	0,01
10	1,28	1,36	0,08	0,01
11	3,72	3,67	-0,05	0,00
12	1,16	1,16	0,00	0,00
13	8,78	8,95	0,17	0,03
14	3,15	3,04	-0,11	0,01
15	1,92	1,92	0,00	0,00
16	2,63	2,68	0,05	0,00
17	2,99	3,04	0,05	0,00
18	1,52	1,52	0,00	0,00
19	2,15	2,11	-0,04	0,00
20	3,43	3,40	-0,03	0,00
21	3,71	3,75	0,04	0,00
22	20,20	20,65	0,45	0,20
23	3,55	3,55	0,00	0,00
24	4,35	4,47	0,12	0,01
25	1,12	1,16	0,04	0,00
26	4,71	4,87	0,16	0,03
27	1,16	1,16	0,00	0,00
28	1,22	1,25	0,03	0,00
29	1,52	1,64	0,12	0,01
30	1,92	1,83	-0,09	0,01
31	4,15	4,26	0,11	0,01
32	1,63	1,64	0,01	0,00
33	1,16	1,12	-0,04	0,00
34	1,08	1,08	0,00	0,00
35	1,24	1,20	-0,04	0,00
36	1,00	1,08	0,08	0,01
37	1,20	1,16	-0,04	0,00
38	2,08	2,12	0,04	0,00
39	1,67	1,64	-0,03	0,00
40	1,20	1,22	0,02	0,00
41	3,43	3,52	0,09	0,01

42	1,99	1,95	-0,04	0,00
43	3,28	3,15	-0,13	0,02

$\Sigma (x_2 - x_1)^2$	0,512
$S^2$	0,00595
$S$	0,077
% RSD	2,36

Fuente : Elaboración propia

NIVEL 3 : DUPLICADO DE GRUESOS

**TABLA N° 167**

**DUPLICADO DE GRUESOS**

N°	X1	X2	(X2 - X1)	(X2 - X1) <sup>2</sup>
1	3,32	3,28	-0,04	0,00
2	4,96	4,72	-0,24	0,06
3	1,20	1,24	0,04	0,00
4	1,24	1,28	0,04	0,00
5	2,40	2,43	0,03	0,00
6	1,52	1,60	0,08	0,01
7	1,12	1,16	0,04	0,00
8	3,43	3,59	0,16	0,03
9	1,04	1,08	0,04	0,00
10	1,88	1,89	0,01	0,00
11	8,97	8,90	-0,07	0,00
12	1,92	1,88	-0,04	0,00
13	3,67	3,63	-0,04	0,00
14	1,29	1,21	-0,08	0,01
15	36,35	36,46	0,11	0,01
16	1,96	2,04	0,08	0,01
17	3,07	3,03	-0,04	0,00
18	1,36	1,39	0,03	0,00
19	1,64	1,60	-0,04	0,00
20	1,96	2,04	0,08	0,01
21	5,23	5,19	-0,04	0,00
22	1,71	1,76	0,05	0,00
23	5,43	5,47	0,04	0,00
24	2,23	2,20	-0,03	0,00
25	3,16	3,07	-0,09	0,01
26	2,16	2,24	0,08	0,01
27	2,56	2,47	-0,09	0,01
28	3,71	3,83	0,12	0,01
29	2,50	2,47	-0,03	0,00

30	1,10	1,06	-0,04	0,00
31	1,16	1,12	-0,04	0,00
32	1,28	1,24	-0,04	0,00
33	4,31	4,43	0,12	0,01
34	1,16	1,12	-0,04	0,00
35	1,44	1,41	-0,03	0,00
36	6,22	6,22	0,00	0,00
37	1,68	1,60	-0,08	0,01
38	2,08	2,00	-0,08	0,01
39	1,08	1,09	0,01	0,00
40	3,23	3,31	0,08	0,01
41	5,36	5,19	-0,17	0,03
42	1,34	1,37	0,03	0,00
43	9,79	9,64	-0,15	0,02

**Fuente :** Elaboración propia

Calculando la varianza en la preparación de muestra por cada nivel se tiene :

Para el nivel 1 :

$$S^2_{PM \text{ (Nivel 1)}} : S^2_{DUP. GRUESOS \text{ (Nivel 1)}} - S^2_{DUP. FINOS \text{ (Nivel 1)}}$$

$$S^2_{PM \text{ (Nivel 1)}} : 0,00009 - 0,00006 = 0,00003$$

Para el nivel 2 :

$$S^2_{PM \text{ (Nivel 2)}} : S^2_{DUP. GRUESOS \text{ (Nivel 2)}} - S^2_{DUP. FINOS \text{ (Nivel 2)}}$$

$$S^2_{PM \text{ (Nivel 2)}} : 0,00074 - 0,00020 = 0,00054$$

Para el nivel 3 :

$$S^2_{PM \text{ (Nivel 3)}} : S^2_{DUP. GRUESOS \text{ (Nivel 3)}} - S^2_{DUP. FINOS \text{ (Nivel 3)}}$$

$$S^2_{PM \text{ (Nivel 3)}} : 0,00595 - 0,00325 = 0,0027$$

#### 7.11.4 CÁLCULO DE LA VARIANZA TOTAL

La varianza total para cada nivel se calcula mediante la siguiente ecuación :

$$S^2_T : S^2_{MRC} + S^2_{PM}$$

Para el nivel 1 :

$$S^2_{T \text{ (Nivel 1)}} : S^2_{MRC \text{ (ME - 1301)}} + S^2_{PM \text{ (Nivel 1)}}$$

$$S^2_{T \text{ (Nivel 1)}} : 0,00050 + 0,00003 = 0,00053$$

Para el nivel 2 :

$$S^2_{T \text{ (Nivel 2)}} : S^2_{MRC \text{ (SE - 1)}} + S^2_{PM \text{ (Nivel 2)}}$$

$$S^2_{T \text{ (Nivel 2)}} : 0,00037 + 0,00054 = 0,00091$$

Para el nivel 3 :

$$S^2_{T \text{ (Nivel 3)}} : S^2_{MRC \text{ (TR - 11206)}} + S^2_{PM \text{ (Nivel 3)}}$$

$$S^2_{T \text{ (Nivel 3)}} : 0,00148 + 0,0027 = 0,00418$$

Conclusiones :

**TABLA N° 168**

**RESULTADOS DE LA VARIANZA TOTAL E INCERTIDUMBRE**

<b>Nivel</b>	<b>Rango de concentración</b>	<b>S<sup>2</sup>T</b>	<b>S</b>	<b>K</b>	<b>U</b>
1	L.C. - 0,4 g/t	0,00053	0,02	2	0,05
2	0,4 g/t - 1,0 g/t	0,00091	0,03	2	0,06
3	> 1 g/t	0,00418	0,06	2	0,13

**Fuente :** Elaboración propia

## **VIII ACTIVIDADES REALIZADAS EN LA EMPRESA**

### **8.1 ACTIVIDADES COTIDIANAS**

- 1) Elaboración y revisión de los Procedimientos e Instructivos acordes con los métodos de Ensayo.**
- 2) Cumplimiento del procedimiento en la distribución y recepción de las muestras**
- 3) Seguimiento y cumplimiento de los controles de calidad en la preparación de muestras como limpieza de chancadora primaria, secundario y pulverizado con material estéril de cuarzo y colocación por cada lote de muestra un material de cuarzo estéril que pasara por todo el proceso.**
- 4) Seguimiento, verificación de las balanzas con pesas certificadas y condiciones ambientales antes de pesar las muestras.**
- 5) Seguimiento y cumplimiento del pesado de la muestra bajo el entorno del sistema Lims, para asegurar el correcto pesado de las muestras escaneando con código de barras.**
- 6) Seguimiento y cumplimiento del proceso de fundición y copelación de las muestras controlando y verificando todos los controles de temperatura durante el proceso.**

- 7) Seguimiento y cumplimiento de los análisis de Au y Ag ya sea el caso en la determinación del método gravimétrico y método combinado.**
- 8) Seguimiento, verificación de las temperaturas de las planchas de digestión y ataque de las muestras.**
- 9) Seguimiento y cumplimiento del procedimiento de digestión por partición y ataque de dore para la determinación de Au y Ag**
- 10) Seguimiento, verificación de los equipos de Absorción atómica con estándares certificados de Cobre, Oro, Plata y otros metales.**
- 11) Verificar la precisión y la veracidad del método revisando los controles de duplicados de finos, duplicados de gruesos de las muestras y los controles de estándares internos insertados por cada lote de muestra.**
- 12) Revisión del QAQC enviado por nuestro cliente interno Geología.**
- 13) Seguir, controlar, verificar y cumplir todo el proceso del sistema de gestión de Calidad bajo la norma 17025**
- 14) Realizar y hacer cumplir los programas de Mantenimiento preventivo y calibración de los equipos programados durante el año.**
- 15) Revisar los reportes de los resultados de ensayos.**



## **8.2 APORTES REALIZADOS EN BENEFICIO DE LA EMPRESA**

- 1) Mantenimiento y Gestión de laboratorio en tiempo, costo, calidad, recursos y personal.**
- 2) Implementación y desarrollo de nuevos procedimientos.**
- 3) Implementación, desarrollo y adquisición de nuevos equipos.**
- 4) Resultados confiables y veraces en las competencias Interlaboratorios en muestras PTP y muestras externas.**
- 5) Desarrollo e innovación de Indicadores del Sistema de Gestión de la Calidad bajo la norma 17025**
- 6) Validación del Método por Au y Ag por Fire Assay y método combinado y validación de Ag por Absorción Atómica.**
- 7) Desarrollo, Cumplimiento y elaboración en la difusión y capacitación en temas de operación y calidad a todo el personal de laboratorio.**
- 8) Cumplimiento de los objetivos trazados anualmente por la corporación con calificación de excelente.**
- 9) Mantenimiento de la Acreditación de la norma 17025 con el Estándar Council of Canada.**

## X CONCLUSIONES

- 1) El mineral procedente de mina dentro del proceso de preparación de muestras debe de pasar estrictamente las siguientes Etapas : Secado: Las muestras se secan a temperatura de  $130^{\circ}\text{C} \pm 10$ , Chancado primario: el mineral obtenido es de  $\frac{1}{2}$ ", Chancado secundario: El mineral obtenido es a una granulometría de malla 10, Pulverizado: El mineral obtenido es a una granulometría de malla 200
  
- 2) El proceso de fundición consiste en fundir una muestra sólida seca con mezcla fundente, obteniendo un régulo de plomo siendo importante mantener inicialmente la temperatura de  $850^{\circ}\text{C}$ , luego a  $950^{\circ}\text{C}$  y por ultimo mantenerlo a  $1050^{\circ}\text{C} \pm 30^{\circ}$
  
- 3) El proceso de copelación se lleva a cabo a  $950^{\circ}\text{C}$ , lo cual se observa con el relampagueo de la plata resultado de que todo el plomo se ha consumido
  
- 4) Para la determinación de Au y Ag, se optaron por dos métodos si el peso del dore es menor a 10 miligramos el Au se determina por absorción atómica, si el dore es mayor a 10 miligramos tanto la Ag y el Au se determina por gravimetría
  
- 5) Para determinar la validación del método se usó material de referencia certificado, es decir debe tener propiedades conocidas en nivel apropiado para el nivel en el cual se pretende aplicar el método. La matriz debe ser lo más cercano posible al método de medición, en el laboratorio Químico se empleó los siguientes estándares:

<b>Matriz de aplicación</b>	<b>Código</b>	<b>Caracterización por</b>
Relave	ME – 1301	CDN Labs.
Cabeza	TR – 11206	CDN Labs.
Concentrado	SE – 1	CDN Labs.

- 6) El método es veraz con un valor de Z menor a 2 para los estándares ME-1301 TR 11206 y SE-1

## **XI RECOMENDACIONES**

- 1)** En la preparación de muestras se debe de colocar una muestra estéril que consiste en mineral de cuarzo, de tal manera que evalúa cualquier posible contaminación durante el proceso.
- 2)** Se debe de contar con procedimientos detallados, establecidos y siguiendo lo Establecido en las diferentes etapas del proceso.
- 3)** En el proceso de fundición es importante mantener y verificar la temperaturas de fundición del método, trabajar con reactivos de primera calidad que aseguren un buen resultado de Au y Ag
- 4)** Tanto en el proceso de fundición y copelación es importante colocar títulos de Ag en los cálculos se usa para determinar un factor de perdida como producto de ambos procesos.
- 5)** Todos los equipos usados para la validación del método por Au y Ag deben estar Calibrados por proveedores que tengan certificación 17025
- 6)** Para la validación del método por Au y Ag se debe de analizar muestras de material de Referencia certificado para determinar la veracidad y precisión de método.

## **X BIBLIOGRAFIA**

- 1) ASTM C – 25 – 86 (Técnica)
- 2) ASTM E691 – 87, Practica normalizada para realizar un estudio interlaboratorios, para determinar la precisión de un método de ensayo, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, USA.
- 3) CAN – P – 1629. November 2006. Guidance for the validation of test methods
- 4) CAN – P – 1579. June 2006. Guidelines for the accreditation of mineral analysis testing laboratorios
- 5) EURACHEM/CITAC GUIDE. CG4. Quantifying Uncertainty in Analytical. Measurement. Second Edición 2000
- 6) Exactitud (veracidad y precisión) de los métodos y resultados de medición. NTP – ISO 5725 1 – 6
- 7) GRUBBS, F.E. Y BECK, G. Extensión de tamaños de muestra y puntos de porcentaje para ensayos de significación de observaciones erráticas o atípicas *technometrics*, 14, 1972, pp. 847 – 854
- 8) GRUBBS, F.E. Procedimientos para detectar observaciones erráticas o atípicas en muestras *technometrics*, 11, 1969, pp. 1 – 121
- 9) Guía ISO 33 : 1989, Uso de Materiales de referencia certificados.
- 10) Guía ISO 35 : 1989, Certificación de materiales de referencia – Principios generales Estadísticos
- 11) GUIA EURACHEM. La idoneidad de los métodos analíticos. Una guía de laboratorio
- 12) ISO 3534 – 2 : 1993, Estadística – Vocabulario y símbolos – Parte 2 : Control de calidad estadísticos
- 13) ISO 3435 – 3 : 19853, Estadística – Vocabulario y símbolos – Parte 3 : Diseño de experimentos
- 14) ISO 5725 – 4 : 1999, Exactitud (fidelidad y precisión) de resultados y métodos de medición – Parte 4 : Métodos básicos para la determinación de la fidelidad de un método de medición normalizado
- 15) ISO 5725 – 5 : Exactitud (fidelidad y precisión)de resultados y métodos de medición – Parte 5 : Métodos alternativos para la determinación de la precisión de un método de medición normalizado

- 16) ISO 5725 – 6 : 1994, Exactitud (fidelidad y precisión)de resultados y métodos de medición – Parte 6 : Uso de valores de exactitud en la práctica
- 17) Manual del equipo Perkin Elmer, Aanalyst 400
- 18) Procedimiento de validación de métodos de ensayo. SGC/PRO/TEC/03
- 19) TOMKINS,S.S. Industrial and Engineering Chemistry (Analytical edition),14,1942 pp. 141 – 145

# ANEXOS

TABLA N° 169	VALORES CRITICOS PARA LA PRUEBA DE COCHRAN
TABLA N° 170	VALORES CRITICOS PARA LA PRUEBA DE GRUBBS
TABLA N° 171	INDICADORES PARA LA ESTADISTICASDE h y k de MANDEL EN EL NIVEL DE SIGNIFICACION DE 1%
TABLA N° 172	INDICADORES PARA LA ESTADISTICASDE h y k de MANDEL EN EL NIVEL DE SIGNIFICACION DE 5%

TABLA N° 169

VALORES CRITICOS PARA LA PRUEBA DE COCHRAN

p	n = 2		n = 3		n = 4		n = 5		n = 6	
	1%	5%	1%	5%	1%	5%	1%%	5%	1%	5%
2	-	-	0,995	0,975	0,979	0,939	0,959	0,906	0,937	0,877
3	0,993	0,967	0,942	0,871	0,883	0,798	0,834	0,746	0,793	0,707
4	0,968	0,906	0,864	0,768	0,781	0,684	0,721	0,629	0,676	0,590
5	0,928	0,841	0,788	0,684	0,696	0,598	0,633	0,544	0,588	0,506
6	0,883	0,781	0,722	0,616	0,626	0,532	0,564	0,480	0,520	0,445
7	0,838	0,727	0,664	0,651	0,568	0,480	0,508	0,431	0,466	0,397
8	0,794	0,680	0,615	0,516	0,521	0,438	0,463	0,391	0,423	0,360
9	0,754	0,638	0,573	0,478	0,481	0,403	0,425	0,358	0,387	0,329
10	0,718	0,602	0,536	0,445	0,447	0,373	0,393	0,331	0,357	0,303
11	0,684	0,570	0,504	0,417	0,418	0,348	0,366	0,308	0,332	0,281
12	0,653	0,541	0,475	0,392	0,392	0,326	0,343	0,288	0,310	0,262
13	0,624	0,515	0,450	0,371	0,369	0,307	0,322	0,271	0,291	0,243
14	0,599	0,492	0,427	0,352	0,349	0,291	0,304	0,255	0,274	0,232
15	0,575	0,471	0,407	0,335	0,332	0,276	0,288	0,242	0,259	0,220
16	0,553	0,452	0,388	0,319	0,316	0,262	0,274	0,230	0,246	0,208
17	0,532	0,434	0,372	0,305	0,301	0,250	0,261	0,219	0,234	0,198
18	0,514	0,418	0,356	0,293	0,288	0,240	0,249	0,209	0,223	0,189
19	0,496	0,403	0,343	0,281	0,276	0,230	0,238	0,200	0,214	0,181
20	0,480	0,389	0,330	0,270	0,265	0,220	0,229	0,192	0,205	0,174
21	0,465	0,377	0,318	0,261	0,255	0,212	0,220	0,185	0,197	0,167
22	0,450	0,365	0,307	0,252	0,246	0,204	0,212	0,178	0,189	0,160
23	0,437	0,354	0,297	0,243	0,238	0,197	0,204	0,172	0,182	0,155
24	0,425	0,343	0,287	0,235	0,230	0,191	0,197	0,166	0,176	0,149
25	0,413	0,334	0,278	0,228	0,222	0,185	0,190	0,160	0,170	0,144
26	0,402	0,325	0,270	0,221	0,215	0,179	0,184	0,155	0,164	0,140
27	0,391	0,316	0,262	0,215	0,209	0,173	0,179	0,150	0,159	0,135
28	0,382	0,308	0,255	0,209	0,202	0,168	0,173	0,146	0,154	0,131
29	0,372	0,300	0,248	0,203	0,196	0,164	0,168	0,142	0,150	0,127
30	0,363	0,293	0,241	0,198	0,191	0,159	0,164	0,138	0,145	0,124
31	0,355	0,286	0,235	0,193	0,186	0,155	0,159	0,134	0,141	0,120
32	0,347	0,280	0,229	0,188	0,181	0,151	0,155	0,131	0,138	0,117
33	0,339	0,273	0,224	0,184	0,177	0,147	0,151	0,127	0,134	0,114
34	0,332	0,267	0,218	0,179	0,172	0,144	0,147	0,124	0,131	0,111
35	0,325	0,262	0,213	0,175	0,168	0,140	0,144	0,121	0,127	0,108
36	0,318	0,256	0,208	0,172	0,165	0,137	0,140	0,118	0,124	0,106
37	0,312	0,251	0,204	0,168	0,161	0,134	0,137	0,116	0,121	0,103
38	0,306	0,246	0,200	0,164	0,157	0,131	0,134	0,113	0,119	0,101
39	0,300	0,242	0,196	0,161	0,154	0,129	0,131	0,111	0,116	0,099
40	0,294	0,237	0,192	0,158	0,151	0,126	0,128	0,108	0,114	0,097

Fuente : Valores tomados de la NTP – ISO 5725 – 2



**TABLA N° 170**

**VALORES CRITICOS PARA LA PRUEBA DE GRUBBS**

p	Uno más grande o uno más pequeño		Dos más grandes o dos más pequeños	
	Superior 1%	Superior 5%	Superior 1%	Superior 5%
3	1,155	1,155	-	-
4	1,196	1,481	0,0000	0,0002
5	1,764	1,715	0,0018	0,0090
6	1,973	1,887	0,0116	0,0349
7	2,139	2,020	0,0308	0,0708
8	2,274	2,126	0,0563	0,1101
9	2,387	2,215	0,0851	0,1492
10	2,482	2,290	0,1150	0,1864
11	2,564	2,355	0,1448	0,2213
12	2,636	2,412	0,1738	0,2537
13	2,699	2,462	0,2016	0,2836
14	2,755	2,507	0,2280	0,3112
15	2,806	2,549	0,2530	0,3367
16	2,852	2,585	0,2767	0,3603
17	2,894	2,620	0,2990	0,3822
18	2,932	2,651	0,3200	0,4025
19	2,968	2,681	0,3398	0,4214
20	3,001	2,709	0,3585	0,4391
21	3,031	2,733	0,3761	0,4556
22	3,060	2,758	0,3927	0,4711
23	3,087	2,781	0,4085	0,4857
24	3,112	2,802	0,4234	0,4994
25	3,135	2,822	0,4376	0,5123
26	3,157	2,841	0,4510	0,5245
27	3,178	2,859	0,4638	0,5360
28	3,199	2,876	0,4759	0,5470
29	3,218	2,893	0,4875	0,5574
30	3,236	2,908	0,4985	0,5672
31	3,253	2,924	0,5091	0,5766
32	3,270	2,938	0,5192	0,5856
33	3,286	2,952	0,5288	0,5941
34	3,301	2,965	0,5381	0,6023
35	3,316	2,979	0,5469	0,6101
36	3,330	2,991	0,5554	0,6175
37	3,343	3,003	0,5636	0,6247
38	3,356	3,014	0,5714	0,6316
39	3,369	3,025	0,5789	0,6382
40	3,381	3,036	0,5862	0,6445

Fuente : Valores tomados de la NTP – ISO 5725 – 2

TABLA N° 171

INDICADORES PARA LA ESTADÍSTICA DE  $h$  y  $k$  de MANDEL EN EL NIVEL DE SIGNIFICACION DE 1%

p	h	k								
		n								
		2	3	4	5	6	7	8	9	10
3	1,15	1,71	1,64	1,58	1,53	1,49	1,46	1,43	1,41	1,39
4	1,49	1,91	1,77	1,67	1,60	1,55	1,51	1,48	1,45	1,43
5	1,72	2,05	1,85	1,73	1,65	1,59	1,55	1,51	1,48	1,46
6	1,87	2,14	1,90	1,77	1,68	1,62	1,57	1,53	1,50	1,47
7	1,98	2,20	1,94	1,79	1,70	1,63	1,58	1,54	1,51	1,48
8	2,06	2,25	1,97	1,81	1,71	1,65	1,59	1,55	1,52	1,49
9	2,13	2,29	1,99	1,82	1,73	1,66	1,60	1,56	1,53	1,50
10	2,18	2,32	2,00	1,84	1,74	1,66	1,61	1,57	1,53	1,50
11	2,22	2,34	2,01	1,85	1,74	1,67	1,62	1,57	1,54	1,51
12	2,25	2,36	2,02	1,85	1,75	1,68	1,62	1,58	1,54	1,51
13	2,27	2,38	2,03	1,86	1,76	1,68	1,63	1,58	1,55	1,52
14	2,30	2,39	2,04	1,87	1,76	1,69	1,63	1,58	1,55	1,52
15	2,32	2,41	2,05	1,87	1,76	1,69	1,63	1,59	1,55	1,52
16	2,33	2,42	2,05	1,88	1,77	1,69	1,63	1,59	1,55	1,52
17	2,35	2,44	2,06	1,88	1,77	1,69	1,64	1,59	1,55	1,52
18	2,36	2,44	2,06	1,88	1,77	1,70	1,64	1,59	1,56	1,52
19	2,37	2,44	2,07	1,89	1,78	1,70	1,64	1,59	1,56	1,53
20	2,39	2,45	2,07	1,89	1,78	1,70	1,64	1,60	1,56	1,53
21	2,39	2,46	2,07	1,89	1,78	1,70	1,64	1,60	1,56	1,53
22	2,40	2,46	2,08	1,90	1,78	1,70	1,65	1,60	1,56	1,53
23	2,41	2,47	2,08	1,90	1,78	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
24	2,42	2,47	2,08	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
25	2,42	2,47	2,08	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
26	2,43	2,48	2,09	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
27	2,44	2,48	2,09	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
28	2,44	2,49	2,09	1,91	1,79	1,71	1,65	1,60	1,57	1,53
29	2,45	2,49	2,09	1,91	1,79	1,71	1,65	1,60	1,57	1,53
30	2,45	2,49	2,10	1,91	1,79	1,71	1,65	1,61	1,57	1,53

Fuente : Valores tomados de la NTP – ISO 5725 – 2

TABLA N° 172

INDICADORES PARA LA ESTADÍSTICA DE  $h$  y  $k$  de MANDEL EN EL NIVEL DE SIGNIFICACION DE 5%

p	h	k								
		n								
		2	3	4	5	6	7	8	9	10
3	1,15	1,65	1,53	1,45	1,40	1,37	1,34	1,32	1,30	1,29
4	1,42	1,76	1,59	1,50	1,44	1,40	1,37	1,35	1,33	1,31
5	1,57	1,81	1,62	1,53	1,46	1,42	1,39	1,36	1,34	1,32
6	1,66	1,85	1,64	1,54	1,48	1,43	1,40	1,37	1,35	1,33
7	1,71	1,87	1,66	1,55	1,49	1,44	1,41	1,38	1,36	1,34
8	1,75	1,88	1,67	1,56	1,50	1,45	1,41	1,38	1,36	1,34
9	1,78	1,90	1,68	1,57	1,50	1,45	1,42	1,39	1,36	1,35
10	1,80	1,90	1,68	1,57	1,50	1,46	1,42	1,39	1,37	1,35
11	1,82	1,91	1,69	1,58	1,51	1,46	1,42	1,39	1,37	1,35
12	1,83	1,92	1,69	1,58	1,51	1,46	1,42	1,40	1,37	1,35
13	1,84	1,92	1,69	1,58	1,51	1,46	1,43	1,40	1,37	1,35
14	1,85	1,92	1,70	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,37	1,35
15	1,86	1,93	1,70	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
16	1,86	1,93	1,70	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
17	1,87	1,93	1,70	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
18	1,88	1,93	1,71	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
19	1,88	1,93	1,71	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
20	1,89	1,94	1,71	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
21	1,89	1,94	1,71	1,60	1,52	1,47	1,44	1,41	1,38	1,36
22	1,89	1,94	1,71	1,60	1,52	1,47	1,44	1,41	1,38	1,36
23	1,90	1,94	1,71	1,60	1,53	1,47	1,44	1,41	1,38	1,36
24	1,90	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
25	1,90	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
26	1,90	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
27	1,91	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
28	1,91	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
29	1,91	1,94	1,72	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
30	1,91	1,94	1,72	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36

Fuente : Valores tomados de la NTP – ISO 5725 – 2