



---

**INFORME DE ANALISIS  
MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO**

**IN-S162-01**





## INDICE

1. Descripción del Material de Referencia.....	3
2. Uso Esperado.....	3
3. Instrucciones para la Estabilidad, Transporte y Almacenamiento.....	3
4. Instrucciones para el uso correcto del material de referencia.....	3
5. Método de Preparación del Material de Referencia.....	3
6. Estado de Homogeneidad.....	4
7. Métodos de Análisis.....	4
8. Valores Asignados.....	4-5
9. Trazabilidad.....	6
10. Período de Validez.....	6
11. Advertencia Legal.....	6
12. Responsables.....	6

## 1. Descripción del material de referencia

El producto corresponde a una muestra de Caliche que posee dentro de sus constituyentes: Na, Ca,  $H_3BO_3$ ,  $Na_2SO_4$ ,  $NaNO_3$ ,  $I_2$ ,  $Na_2CO_3$ , NaCl, N y Mg, los cuales serán cuantificados mediante técnicas analíticas y estadísticas señaladas más adelante.

## 2. Uso esperado

Adecuado para asegurar la comparabilidad de los resultados entre diferentes ensayos y/o laboratorios, para la validación y verificación de metodologías analíticas y en la preparación de materiales de referencia secundarios de similar composición, entre otros.

## 3. Instrucciones para la estabilidad, transporte y almacenamiento

Evitar que el material de referencia sea expuesto a condiciones no controladas de temperatura, luz y exposición a la atmósfera con tal de eliminar procesos de óxido-reducción.

El tipo y tamaño de los envases para su transporte y almacenamiento está de acuerdo a la cantidad del material de referencia preparado, privilegiando en todo momento sus propiedades de manera tal que permitan su óptimo manejo.

## 4. Instrucciones para el uso correcto del material de referencia

Cerrar inmediatamente después de su uso.

Mantener bajo condiciones de temperatura controlada ( $20 \pm 2^\circ C$ )

Mantener en todo momento el MR en lugar exento de polvo y humedad.

Evitar devolver restos de material al envase original.

## 5. Método de preparación del material de referencia

La preparación del material de referencia, está de acuerdo a procedimiento IN-PT-5301; "Preparación de Materiales de Referencia Certificado", el cual asegura la selección, identificación, preparación y análisis de un material sólido para la producción de un material de referencia homogéneo y estable, por medio del control en cada una de las etapas en el proceso de INTEM bajo Guía-ISO 34; "General requirements for the competence of reference material producers".

En la etapa de preparación la muestra es secada a  $105^\circ C \pm 5$  hasta peso constante, pulverizado con granulometría tal que se encuentre 100%  $< 100 \mu m$  (N°100 ASTM), homogeneizado, dividido y finalmente envasado.

## 6. Estado de homogeneidad

Para el test de homogeneidad se seleccionó 27 muestras representativas del lote, de acuerdo a norma ASTM E122-07; "Standard Practice for Calculating Sample Size to Estimate, With Specified Precision, the Average for a Characteristic of a Lot or Process" y Norma NCh 43.Of61; "Selección de muestras al azar".

La evaluación de homogeneidad se basa en la norma ASTM E 826-85; "Testing Homogeneity Of Materials For The Development Of Reference Materials". Se considera determinar mediante test estadístico, si la distribución del elemento Sodio (Na) es homogénea en todo el lote. Se utilizó como técnica instrumental la espectroscopia de absorción atómica de llama.

A partir de los resultados obtenidos se realizó un estudio de variabilidad entre y dentro de las muestras ensayadas. El test de homogeneidad indica que no hay diferencias significativas, por lo cual se concluye que a un nivel de confianza del 95%, existe una distribución homogénea del elemento Na presente en el material de referencia.

## 7. Métodos de análisis

Los métodos de análisis de una ronda interlaboratorios, deben ser consistentes con los procedimientos de rutina usados en sus laboratorios o bien se opta por metodologías normalizadas aceptadas nacional o internacionalmente y deben haber sido validadas por un procedimiento apropiado.

El análisis de Ca, Na y Mg se realizó mediante la técnica instrumental de espectroscopia de absorción atómica de llama.

La determinación de  $H_3BO_3$  y  $NaNO_3$  se realizó mediante la técnica instrumental UV-Visible.

La determinación de  $I_2$ ,  $NaCl$  y  $Na_2CO_3$ , se realizó mediante método volumétrico.

La determinación de  $NaSO_4$  considera el método gravimétrico.

Finalmente, la metodología para analizar Nitrógeno corresponde a la Volumetría Kjeldahl.

## 8. Valores Asignados

Los criterios de evaluación empleados para la asignación del valor de referencia, se basan en norma ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results Part 2: Basic method for the determinación of repeatability and reproducibility of a standard measurement method y ISO GUIA 35:2012; "Certification of reference materials- General and statistical principles".

El test de consistencia para estudiar los resultados aplica la técnica numérica de los tests de Cochran y test de Grubs. Finalmente, se utiliza el análisis de varianza (conocido como ANOVA, Analisis of variance), el cual permite separar y estimar las causas posibles de variación.

### 8.1 Valores asignados e incertidumbre asociada

Material de Referencia IN-S162-01			
Parámetro Analítico	Unidad	Valor Nominal	Incertidumbre expandida (K=2)
Na	%	5.37	0.13
Ca	%	1.96	0.09
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	%	0.60	0.02
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	%	11.85	0.14
NaNO <sub>3</sub>	%	8.08	0.19
I <sub>2</sub>	%	0.041	0.002
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	%	0.10	0.01
NaCl	%	6.19	0.04
N total	%	1.63	0.02
Mg (*)	%	0.53	---

Tabla N°1

### 8.2 Valores asignados $\pm 2$ DS

Material de Referencia IN-S162-01					
Parámetro Analítico	Unidad	Valor Nominal	2 DS (95%)	Min.	Máx
Na	%	5.37	0.30	5.07	5.67
Ca	%	1.96	0.18	1.78	2.14
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	%	0.60	0.07	0.53	0.67
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	%	11.85	0.45	11.40	12.30
NaNO <sub>3</sub>	%	8.08	0.40	7.68	8.48
I <sub>2</sub>	%	0.041	0.005	0.036	0.046
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	%	0.10	0.03	0.07	0.13
NaCl	%	6.19	0.12	6.07	6.31
N total	%	1.63	0.03	1.60	1.66
Mg (*)	%	0.53	---	---	---

Tabla N°2

**Nota 1** : Las desviaciones estándares informadas corresponden a las desviaciones obtenidas del tratamiento estadístico de los laboratorios participantes (Tabla N°2).

**Nota 2** : Considérese hoja final para su impresión y alcance del usuario.

**Nota 3** : (\*) Valor estimativo.

**9. Trazabilidad**

Los valores citados en el presente informe se basan en los valores de consenso a partir del análisis estadístico de los datos de una ronda interlaboratorios y los estándares usados por los laboratorios individuales.

**10. Periodo de validez**

Los valores asignados son válidos hasta 30 de Abril de 2021, siempre que el material sea manipulado y almacenado de acuerdo a las instrucciones dadas en el presente informe.

**11. Advertencia legal**

INTEM, no se hace responsable por el uso y manipulación del material de referencia una vez recepcionado por el cliente.

**12. Responsables**



**Víctor Anabalón Escobedo**  
Gerente Técnico  
INTEM



**Verónica Dubó Almendares**  
Jefe Control de Procesos  
INTEM