

INSTITUTO BOLIVIANO DE METROLOGÍA IBMETRO



PROTOCOLO ENSAYO DE APTITUD

EQ-0142

“DETERMINACION DE ELEMENTOS EN CONCENTRADO DE WOLFRAM”

DIRECCIÓN DE METROLOGÍA
INDUSTRIAL Y CIENTÍFICA – DMIC

Año 2023

Elaborado por:	Lic. Julian Morales	Fecha:	2023-09-13
Revisado y aprobado por:	Lic. Jose Luis Gonzales	Fecha:	2023-09-14

El presente documento ha sido elaborado en la Dirección de Metrología Industrial y Científica del Instituto Boliviano de Metrología

Av. Camacho No. 1488 – Telf./Fax.(+591 2) 2372046, 2310037, 2147945

DMIC-EAQ-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.00	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 2 de 12	Vigente desde: 2023-04-10	

Contenido

1. INTRODUCCIÓN	3
2. ORGANIZACIÓN.....	3
3. UNIDAD DE COORDINACIÓN	3
4. OBJETIVOS	4
5. ALCANCE Y PARTICIPANTES.....	4
6. GENERALIDADES.....	4
6.1 CRONOGRAMA GENERAL	5
6.2 INSCRIPCIÓN DE LOS PARTICIPANTES Y COSTOS	5
6.3 DOCUMENTOS GENERADOS.....	6
7. ÍTEM DE ENSAYO	6
7.1 DESCRIPCIÓN DEL ÍTEM	6
7.2 HOMOGENEIDAD Y ESTABILIDAD DEL ÍTEM DE ENSAYO	7
8. DISTRIBUCION Y REPOSICION DEL ÍTEM DE ENSAYO.....	7
9. MANIPULACION, TRANSPORTE Y ALMACENAMIENTO DEL ÍTEM DE ENSAYO	8
10. MÉTODO DE MEDICIÓN A UTILIZAR Y CONSIDERACIONES DE IMPORTANCIA.....	8
11. REGISTRO DE ENVÍO DE RESULTADOS.....	8
12. EVALUACION DEL DESEMPEÑO DE LOS PARTICIPANTES.....	10
13. CONSIDERACIONES ANTE LA CONNIVENCIA O FALSIFICACIÓN DE RESULTADOS	11
14. PUBLICACION DEL INFORME DE RESULTADOS.....	11
15. OTRAS CONSIDERACIONES	11
16. REFERENCIAS	12

DMIC-EAQ-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.00	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 3 de 12	Vigente desde: 2023-04-10	

1. INTRODUCCIÓN

Los ensayos de aptitud son una herramienta para la determinación del desempeño de los laboratorios a través de comparaciones inter-laboratorios y además, son considerados como indispensables para el aseguramiento de la calidad de los resultados de los ensayos según la NB-ISO/IEC/17025:2018 "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración".

IBMETRO en su calidad de Instituto Nacional de Metrología, es proveedor de Ensayos de Aptitud atendiendo las necesidades de los laboratorios nacionales.

El presente ensayo está dirigido a apoyar a los laboratorios e instituciones en general que realizan el análisis en minerales, además puedan contar con una herramienta mediante la cual puedan evaluar el estado de las mediciones según sus métodos de rutina.

2. ORGANIZACIÓN



Dirección de Metrología Industrial y Científica
Unidad de Metrología Química
Instituto Boliviano de Metrología - IBMETRO
La Paz, Av. Camacho N° 1488
Tel/Fax (591-2) 2147945 – 2372046 int. 340
www.ibmetro.gob.bo

3. UNIDAD DE COORDINACIÓN

COMITÉ CIENTÍFICO - TÉCNICO

Lic. Julian Morales – Coordinador Técnico y Responsable estadístico del ensayo de aptitud

Lic. Jose Luis Gonzales – Supervisor de Metrología Química

Ing. Henry Paco Mariño – Director de Metrología Industrial y Científica

PERSONAL DE APOYO

Ing. Yamil Acho – Colaborador Técnico

Lic. Jimena Torrez – Colaborador Técnico

Lic. Gilda Cruz – Colaborador Técnico

Ing. Maria Gamboa – Colaborador Técnico

ACTIVIDADES SUBCONTRATADAS

Ninguna de las actividades necesarias para el desarrollo del presente ensayo de aptitud será subcontratada por el proveedor.

DMIC-EAQ-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.00	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 4 de 12	Vigente desde: 2023-04-10	

4. OBJETIVOS

- Evaluar el desempeño de los laboratorios e instituciones participantes, proporcionando la oportunidad de realizar comparaciones y tener una valoración independiente de los datos del laboratorio comparados con valores de referencia o con el desempeño de organismos similares en el ensayo propuesto.
- Contribuir en la identificación de problemas de ensayo y/o medición en los organismos, en la implementación, toma y adopción de acciones correctivas.
- Apoyar a los organismos en el cumplimiento de la ISO/IEC 17025 requerido por laboratorios de ensayos.
- Proveer confianza a los clientes de los laboratorios.
- Fortalecer el desarrollo de la infraestructura metrológica boliviana y la confianza de los usuarios de dicha infraestructura.

5. ALCANCE Y PARTICIPANTES

El presente Ensayo de Aptitud tiene la denominación:

Código: EQ-0142
 Ensayo: Determinación de elementos en concentrado de wolfram.
 Matriz: Concentrado de wolfram

Este ensayo de aptitud considera dentro de su alcance a laboratorios de ensayos, acreditados y no acreditados, que realizan ensayos en la matriz de wolfram dentro de su alcance de medición.

6. GENERALIDADES

DMIC-EAQ-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.00	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 5 de 12	Vigente desde: 2023-04-10	

6.1 Cronograma general

Código del ensayo de aptitud	Actividades	Fecha*	
		Inicio	Final
EQ-0142	Fecha de inscripción	2023-09-14	2023-09-29
	Envío y/o recojo del ítem de ensayo	2023-10-02	2023-10-06
	Mediciones y envío de resultados	2023-10-09	2023-11-03
	Publicación del informe preliminar	2023-11-10	
	Observaciones al Informe preliminar	2023-11-13	2023-11-17
	Publicación del Informe Final	2023-11-22	

Tabla 1: Cronograma del presente ensayo de aptitud.

*Las fechas pueden sufrir modificaciones por causas de fuerza mayor.

6.2 Inscripción de los participantes y costos

Para participar es necesario realizar la inscripción a través del formulario DMIC-EAQ-PE-001/F03 que será enviado por correo electrónico a todos los interesados y estará publicado en la página web del IBMETRO, y deberá ser devuelto, una vez completados los datos requeridos a las siguientes direcciones electrónicas: cotizaciones@ibmetro.gob.bo con copia a jmorales@ibmetro.gob.bo. Una vez recibido el formulario en IBMETRO, se enviará la cotización respectiva.

El laboratorio participante recibirá mediante correo electrónico, su certificado de participación con su código de identificación correspondiente para su participación en este ensayo, una vez que haya realizado la facturación por su participación en IBMETRO.

De carácter informativo, presentamos los costos que se generan por la participación en el ensayo de aptitud.

El costo se genera a partir de la cantidad de parámetros a medir y el o los ítem (s) del ensayo, además de otros costos logísticos (sí aplicase). El costo final se debe tomar de la cotización emitida a cada institución participante.

De manera general, se tendría:

a. Por la cantidad de parámetros a participar:

1 Parámetro Bs. 440

2 a 4 parámetros Bs. 550

** la cantidad de parámetros a considerar es la sumatoria de los parámetros de cada ítem*

b. Costo material de referencia (MR), cada ítem a Bs. 200

DMIC-EAQ-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.00	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 6 de 12	Vigente desde: 2023-04-10	

c. Gastos adicionales

Informe Final (Formato Físico) Bs. 50

Informe Final Formato Digital (el informe en formato digital será enviado a todos los participantes de manera gratuita y también estará disponible en la página web del IBMETRO).

Costo de total de participación en ensayos de aptitud = costo por parámetros a participar + costo por ítem de ensayo + gastos adicionales.

En caso de la participación de más de 1 analista por institución, se considera un descuento del 50 %.

6.1 Documentos generados

Los documentos generados en el presente ensayo son:

- | | |
|--|---------------------|
| ○ Protocolo del Ensayo de Aptitud | DMIC-EAQ-PE-001/F02 |
| ○ Formulario de inscripción | DMIC-EAQ-PE-001/F03 |
| ○ Formulario de Recepción del Ítem de Ensayo | DMIC-EAQ-PE-001/F04 |
| ○ Certificado de participación | LP-CEQ-0XXX-2023 |
| ○ Formulario de reporte de resultados | DMIC-EAQ-PE-001/F05 |
| ○ Informe de resultados (preliminar) | DMIC-EAQ-PE-001/F06 |
| ○ Informe de resultados (final) | DMIC-EAQ-PE-001/F06 |

NOTA. Toda la documentación generada por los laboratorios participantes, a solicitud de la unidad de coordinación debe ser remitida al correo electrónico: jmorales@ibmetro.gob.bo en las fechas previstas.

7. ÍTEM DE ENSAYO

7.1 Descripción del Ítem

Cada laboratorio participante recibirá el ítem de ensayo según inscripción y detalle de matriz y analitos presentados a continuación:

DMIC-EAQ-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.00	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 7 de 12	Vigente desde: 2023-04-10	

Identificación	Matriz	Cantidad de muestra	Parámetros
EQ-0142 Wolfram A	Concentrado de Wolfram A	Aprox. 20 g	Wolfram (71,5% - 74,5%) Azufre (0,1% - 0,5%) Arsénico (0,01% - 0,1%) Estaño (0,1% - 1%)
EQ-0142 Wolfram B	Concentrado de Wolfram B	Aprox. 20 g	Wolfram (74,5% - 77,5%) Azufre (0,01% - 0,1%) Estaño (0,01% - 0,1%)

Tabla 2: Descripción del presente ítem de ensayo de aptitud.

Los valores de referencia y su incertidumbre serán asignados por consenso entre los laboratorios participantes siguiendo los requisitos de la norma ISO/IEC 17043 e ISO/IEC 13528.

7.2 Homogeneidad y estabilidad del ítem de ensayo

Los estudios de homogeneidad y estabilidad serán realizados por IBMETRO siguiendo los requisitos establecidos en la Norma ISO 13528:2022 "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons".

8. DISTRIBUCION Y REPOSICION DEL ITEM DE ENSAYO

Se informara a los laboratorios inscritos, vía correo electrónico sobre el recojo de los ítems de ensayo. Los ítems de ensayo serán entregados a los participantes en las instalaciones de IBMETRO, respetando el cronograma definido. Los ítems serán inspeccionados visualmente por el personal de IBMETRO al momento de entregarlo al participante. Si el laboratorio participante enviará a un tercero para recoger la muestra, por ejemplo un servicio de courier, debe informar de esto al coordinador técnico por correo electrónico para embalar adecuadamente el ítem de ensayo para su envío. Si el laboratorio participante enviará un courier para el recojo de si ítem de ensayo debe enviar al Coordinador Técnico los siguientes datos:

- Nombre del consignatario.
- Nombre del laboratorio o empresa.
- Dirección
- Numero de celular o teléfono de contacto.

Los participantes deberá informar a la Unidad de Coordinación la recepción del ítem de ensayo a través del Formulario DMIC-EAQ-PE-001/F04 vía correo electrónico al coordinador técnico del Ensayo de Aptitud en un plazo máximo de 5 días hábiles después de la entrega/envío del ítem de ensayo.

DMIC-EAQ-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.00	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 8 de 12	Vigente desde: 2023-04-10	

En relación con la reposición de ítems de ensayo dañados o perdidos en le presente ensayo de aptitud se consideran los siguientes aspectos:

- En caso que el formulario DMIC-EAQ-PE-001/F04 no sea completado al recibir los ítems de ensayo, el proveedor se reservará el derecho de reponer ítems de ensayo.
- Al momento de la entrega, en caso que durante la inspección visual revele que algún ítem de ensayo no se encuentra debidamente sellado o presenta algún tipo de daño se debe informar al personal del IBMETRO para su inmediata reposición.
- En caso de presentarse algún problema con algún ítem de ensayo luego de ser entregado, el participante podrá informar la situación al proveedor a través del correo electrónico jmorales@ibmetro.gob.bo. En dichos casos, se evaluará la posibilidad de una reposición dependiendo de la disponibilidad de ítems en custodia. El proveedor no se hace responsable de problemas o daños presentados en el ítem por mala disposición o manejo inadecuado del mismo por parte del participante después de su entrega.

Asimismo, el proveedor se reserva el derecho de limitar la cantidad de ítems de ensayo de aptitud que pueden ser adquiridos por laboratorio en caso de que no hayan suficientes unidades en stock para asegurar la participación de una mayor cantidad de laboratorios.

9. MANIPULACION, TRANSPORTE Y ALMACENAMIENTO DEL ITEM DE ENSAYO

Los ítems de ensayos deben permanecer cerrados durante el transporte y el almacenamiento previo a las mediciones por parte de los participantes, a una temperatura de $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ y preferiblemente sin exposición a radiación solar ni a golpes. No hay requisitos especiales para la manipulación de los mismos, por lo que el proceso de manipulación puede realizarse de igual forma que se tratan las muestras de análisis rutinario.

10. MÉTODO DE MEDICIÓN A UTILIZAR Y CONSIDERACIONES DE IMPORTANCIA

Las mediciones se realizaran mínimamente por duplicado en los parámetros. Los participantes de este ensayo de aptitud pueden utilizar los metodos de medición que habitualmente emplean para realizar los analisis de este tipo de ítems de ensayo (muestras de de mineral de antimonio).

11.REGISTRO DE ENVÍO DE RESULTADOS

Los laboratorios deberan realizar los registros de las mediciones en el formulario de registro de resultados DMIC-EAQ-PE-001/F05. Los formularios deberan ser enviados via correo electrónico en la fecha programada para el envío de los items de ensayo. **No se aceptarán formularios enviados después del plazo establecido.**

DMIC-EAQ-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.00	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 9 de 12	Vigente desde: 2023-04-10	

Una vez recibidos los resultados de los participantes, la unidad de coordinación enviará un correo solicitando confirmar los valores reportados en el formulario DMIC-EAQ-PE-001/F05, una vez que el laboratorio participante confirme los valores reportados en dicho formulario, **no se aceptarán solicitudes de cambio de los valores reportados.**

El informe final en su versión preliminar se enviará por correo electrónico a todos los laboratorios participantes para la revisión de sus datos y posibles errores de transcripción, ya que éstos se usarán para preparar el informe final.

Los laboratorios participantes deben revisar el informe final en su versión preliminar y hacer llegar cualquier observación a la unidad de coordinación antes de la fecha indicada en el cronograma del Ensayo de Aptitud. Posterior a esta fecha no se recibirán observaciones.

El laboratorio debe llenar el formulario DMIC-EAQ-PE-001/F05, se debe incluir la siguiente información:

- Código del participante.
- Fechas de medición
- Valor reportado
- Incertidumbre expandida
- Factor de cobertura
- Numero de mediciones (replicas)
- Detalle de técnicas analíticas utilizadas para cada mensurando
- Detalle de la trazabilidad de los resultados para cada mensurando
- Observaciones adicionales

Toda esta información debe ser reportada en los formularios de presentación de resultados o en documentos adicionales.

Los procedimientos para la estimación de la incertidumbre de medida asociada a los resultados de los ensayos utilizados por los laboratorios pueden estar basados en:

- Guía para la expresión de la incertidumbre de medición JCGM 100:2008 (GUM).
- Datos obtenidos durante la validación y verificación de un método de ensayo antes de su aplicación en las condiciones del ensayo.

DMIC-EAQ-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.00	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 10 de 12	Vigente desde: 2023-04-10	

- Estudios de comparaciones interlaboratorios para conocer las características de los métodos de ensayo conforme a la Norma ISO 5725 o equivalente.
- Datos sobre el control interno de la calidad de los procedimientos de ensayo o medida.
- Datos obtenidos de ensayos de aptitud.
- Remitirse a datos o procedimientos descritos en las normas de ensayo aplicables.
- Combinar las anteriores posibilidades

12. EVALUACION DEL DESEMPEÑO DE LOS PARTICIPANTES

El tratamiento de los datos para la evaluación del desempeño estará basado en la Norma ISO 13528:2015, "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons". El desempeño de cada laboratorio participante en el Ensayo de Aptitud será evaluado mediante el z-score.

$$Z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

Donde

x_i = Resultado del laboratorio i

x_{pt} = Valor de referencia

σ_{pt} = Estimador de la dispersión de los laboratorios, fijada en base a la norma ISO 17043, para cada uno de los parámetros del ensayo.

Se determinará el valor de z-score para cada laboratorio participante. El desempeño será clasificado como **SATISFACTORIO, CUESTIONABLE, INSATISFACTORIO**, a partir de la interpretación de este parámetro. A menor valor absoluto de "Z" mejor es el desempeño del laboratorio.

$ z \leq 2$	Satisfactorio
$2 < z < 3$	Cuestionable
$ z \geq 3$	Insatisfactorio

El IBMETRO se reserva el derecho de cambiar el criterio de evaluación de este ensayo de aptitud para garantizar que la evaluación del desempeño de los laboratorios sea la más adecuada. Si el IBMETRO decide cambiar el criterio de evaluación esta será comunicada a los participantes justificando su decisión.

DMIC-EAQ-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.00	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 11 de 12	Vigente desde: 2023-04-10	

13. CONSIDERACIONES ANTE LA CONNIVENCIA O FALSIFICACIÓN DE RESULTADOS

Como aspectos más relevantes del manejo de la confidencialidad de la información del presente ensayo de aptitud se consideran:

- La totalidad del personal del proveedor cuenta con un compromiso de confidencialidad firmado.
- Toda información entregada por los participantes será confidencial, sólo conocida por el proveedor y el mismo participante.
- La identidad de los participantes será protegida mediante el uso de un código numérico en sus resultados, que será enviado al participante vía correo electrónico. Es responsabilidad de cada participante preservar la confidencialidad del código individualizado asignado por el proveedor.
- Los informes de resultados, en los que se muestran los resultados y las conclusiones del ensayo de aptitud, son públicos, respetando el código confidencial asignado a los participantes.
- En caso que una parte interesada (por ejemplo una autoridad reglamentaria) solicite los resultados del ensayo de aptitud, los participantes serán notificados sobre dicha solicitud.

14. PUBLICACION DEL INFORME DE RESULTADOS

El informe final del ensayo de aptitud será enviado a cada participante vía correo electrónico y sera publicado en la pagina web del IBMETRO. Para evitar posibles cambios y/o adulteraciones el documento se encontrará protegido.

El Informe Final impreso puede ser solicitado con la inscripción del ensayo (el mismo tendrá un costo adicional).

15. OTRAS CONSIDERACIONES

El proveedor del ensayo de aptitud se reserva el derecho de editar la información presentada en este documento y se compromete a informar oportunamente a todos los participantes de cualquier cambio que se genere en dichas ediciones.

El proveedor del ensayo de aptitud se reserva el derecho de utilizar los resultados del presente ensayo de aptitud en publicaciones o labores didácticas, siempre que se respete el anonimato de los participantes.

DMIC-EAQ-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.00	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 12 de 12	Vigente desde: 2023-04-10	

16. REFERENCIAS

- ISO/IEC 17043 (2023). Evaluación de la conformidad – Requisitos generales para los ensayos de aptitud.
- BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP & OIML (2008). Evaluación de datos de medición – Guía para la expresión de la incertidumbre de medida JCGM 100:2008 (GUM 1995 con ligeras correcciones). Edición digital 1 en español realizada por CEM, autorizada por el Comité Conjunto de Guías en Metrología (JCGM).
- ISO 13528 (2022). Métodos estadísticos para utilizar en ensayos de aptitud mediante comparaciones interlaboratorios.
- ISO Guide 35. (2017). Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
- Thompson, Michael; Ellison, Stephen L. R.; Wood, Roger (2006). The International Harmonized Protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories (IUPAC Technical Report). Pure and Applied Chemistry, 78(1), –. doi:10.1351/pac200678010145