

INSTITUTO BOLIVIANO DE METROLOGÍA
IBMETRO



INFORME FINAL
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 Ernesto Morales Alarcon	Fecha:	2023-11-22
Revisado por:	Lic. Jose Luis Gonzales Quino	Fecha:	2023-11-23

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 2 de 18	Vigente desde: 2023-06-25	

ÍNDICE GENERAL

1.	INTRODUCCIÓN.....	3
2.	OBJETIVOS.....	3
3.	ORGANIZACIÓN	3
4.	UNIDAD DE COORDINACIÓN	4
5.	MATERIALES DE REFERENCIA - ITEMS DE ENSAYO	4
6.	VALORES DE REFERENCIA	4
7.	CONFIDENCIALIDAD	5
8.	EVALUACION DE DESEMPEÑO.....	5
9.	RESULTADOS	6
9.1.	Wolfram en Concentrado de Wolfram A.....	6
9.2.	Azufre en Concentrado de Wolfram A.....	8
9.3.	Arsénico en Concentrado de Wolfram A.....	10
9.4.	Estaño en Concentrado de Wolfram A	11
9.5.	Wolfram en Concentrado de Wolfram B.....	13
9.6.	Azufre en Concentrado de Wolfram B.....	14
9.7.	Estaño en Concentrado de Wolfram	16
10	LABORATORIOS PARTICIPANTES	17
11	REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	18

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 3 de 18	Vigente desde: 2023-06-25	

1. INTRODUCCIÓN

El Instituto Boliviano de Metrología a través de la Unidad de Metrología Química viene organizando rondas de Ensayo de Aptitud dirigida a apoyar a los laboratorios que realizan ensayos en el área, para mejorar las capacidades analíticas y de gestión en laboratorios bolivianos.

Es necesario que un laboratorio asegure la confiabilidad de sus resultados. La participación regular en programas de ensayos de aptitud es uno de los medios disponibles para que los laboratorios demuestren su desempeño y aumenten su confiabilidad.

La participación en estos programas es un requisito establecido en las normas de competencia técnica para laboratorios de ensayo. También es un requisito exigido por la Dirección Técnica de Acreditación en Bolivia (DTA-CRI-015) y en algunos casos puede ser un requerimiento establecido en la legislación vigente.

2. OBJETIVOS

- Determinar el desempeño de los laboratorios que realizan ensayos en la determinación de elementos en Concentrados de Wolfram mediante métodos apropiados con la finalidad de mejorar la confiabilidad de sus resultados y contar con criterios objetivos para evaluar su capacidad técnica.
- Promover el uso regular de los ensayos de aptitud como una herramienta para el aseguramiento interno de la calidad en los laboratorios.
- Otorgar criterios objetivos para identificar problemas (por ejemplo, con el desempeño del personal o la calibración del instrumental) e iniciar acciones correctivas.
- Establecer el nivel de exactitud y el grado de comparación en métodos de ensayo y en forma similar, hacer seguimiento a métodos establecidos y proveer confianza adicional a los clientes de los laboratorios.

3. ORGANIZACIÓN



Unidad de Metrología Química - UMQ


Dirección de Metrología Industrial y Científica - IBMETRO

La Paz, Av. Camacho casi esq. Bueno N° 1488

Tel/Fax (591-2) 2147945 – 2372046 int. 340

Celular corp. (+591) 72015382

Web: www.ibmetro.gob.bo

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 4 de 18	Vigente desde: 2023-06-25	

4. UNIDAD DE COORDINACIÓN

COMITÉ CIENTIFICO - TÉCNICO

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

Lic. Jose Luis Gonzales – Supervisor de la Unidad 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

5. MATERIALES DE REFERENCIA - ITEMS DE ENSAYO

Cada participante recibió el ítem de ensayo con las siguientes características descritos en la siguiente tabla:

Matriz	Cantidad de muestra	Parámetros
Concentrado de Wolfram A	Sobre de aprox. 20 g	TOTAL: 4 Parámetros Wolfram, Azufre, Arsénico y Estaño
Concentrado de Wolfram B	Sobre de aprox. 20 g	TOTAL: 3 Parámetros Wolfram, Azufre y Estaño

Tabla 1. Descripciones del ítem de los ítems del Ensayo de Aptitud EQ-0142/2023 .

6. VALORES DE REFERENCIA


Los valores de referencia y sus incertidumbres para los parámetros respectivos en cada matriz fueron tomados en cuenta como referencia por parte del Laboratorio de Química de IBMETRO.

El valor asignado x_{pt} para los diferentes parámetros se obtuvo a partir de la mediana de los resultados, calculada según la siguiente ecuación:

$$Mediana = X_{\frac{n+1}{2}} \quad \text{Si "n" es impar} \quad (1)$$

$$Mediana = \frac{X_{\frac{n}{2}} + X_{\frac{n+1}{2}}}{2} \quad \text{Si "n" es par} \quad (2)$$

Siendo x_i el promedio individual de las mediciones de cada muestra (A y B), el cual fue calculado según la siguiente ecuación:

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 5 de 18	Vigente desde: 2023-06-25	

$$x_i = \frac{Valor_1 + Valor_2}{2} \quad (3)$$

Siendo Valor 1 y Valor 2 los resultados reportados por los laboratorios (para la muestra A y B).

Al tratarse de un Ensayo de Aptitud con un numero reducido de participantes en varios parámetros (menor a 5) El estimador de dispersión se obtuvo del modelo general de Horwitz.

$$\sigma_{pt} = \begin{cases} 0,22c & \text{cuando } c < 1,2 * 10^{-7} \\ 0,02c^{0,8495} & \text{cuando } 1,2 * 10^{-7} \leq c \leq 0,138 \\ 0,01c^{0,5} & \text{cuando } c > 0,138 \end{cases} \quad (4)$$

Donde

c = concentración masica del analíto en interés.

La incertidumbre estándar de cada uno de los valores asignados ha sido estimada mediante la siguiente expresión:

$$u(x_{pt}) = \frac{1,25 * \sigma^*}{\sqrt{p}} \quad (5)$$

Siendo

σ^* = desviación estandar robusta obtenida mediante la ecuación 4

p = Número de Laboratorios participantes en el parametro


7. CONFIDENCIALIDAD

Los resultados del Ensayo de Aptitud han sido tratados con absoluta confidencialidad, cada participante fue identificado por un codigo individual, que solo es conocido por el laboratorio participante y por la Unidad de Coordinación del ensayo.

8. EVALUACION DE DESEMPEÑO

El tratamiento de los datos para la evaluación del desempeño estará basado en la Norma ISO 13528:2022, "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.

$$Z_i = \frac{y_i - y_{ref}}{\sigma_{pt}}$$

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 6 de 18	Vigente desde: 2023-06-25	

Donde:

y_{ref} = Valor de referencia

y_i = Resultado del laboratorio

σ_{pt} = Estimador de la dispersión de los laboratorios

Se determinó el valor de z-score para cada laboratorio participante. El desempeño ha sido 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.

- Satisfactorios: $|z|$ menor o igual a 2
- Cuestionables: $|z|$ mayor a 2 y menor a 3
- Insatisfactorios: $|z|$ mayor o igual a 3


Cuanto menor sea el valor absoluto de "z", mejor será el desempeño del laboratorio.

9. RESULTADOS

9.1. Wolfram en Concentrado de Wolfram A

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (g/100g)
Wolfram	72,5	0,85	2,1

Tabla 2. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre.

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 7 de 18	Vigente desde: 2023-06-25	

Concentrado de Wolfram A - Wolfram

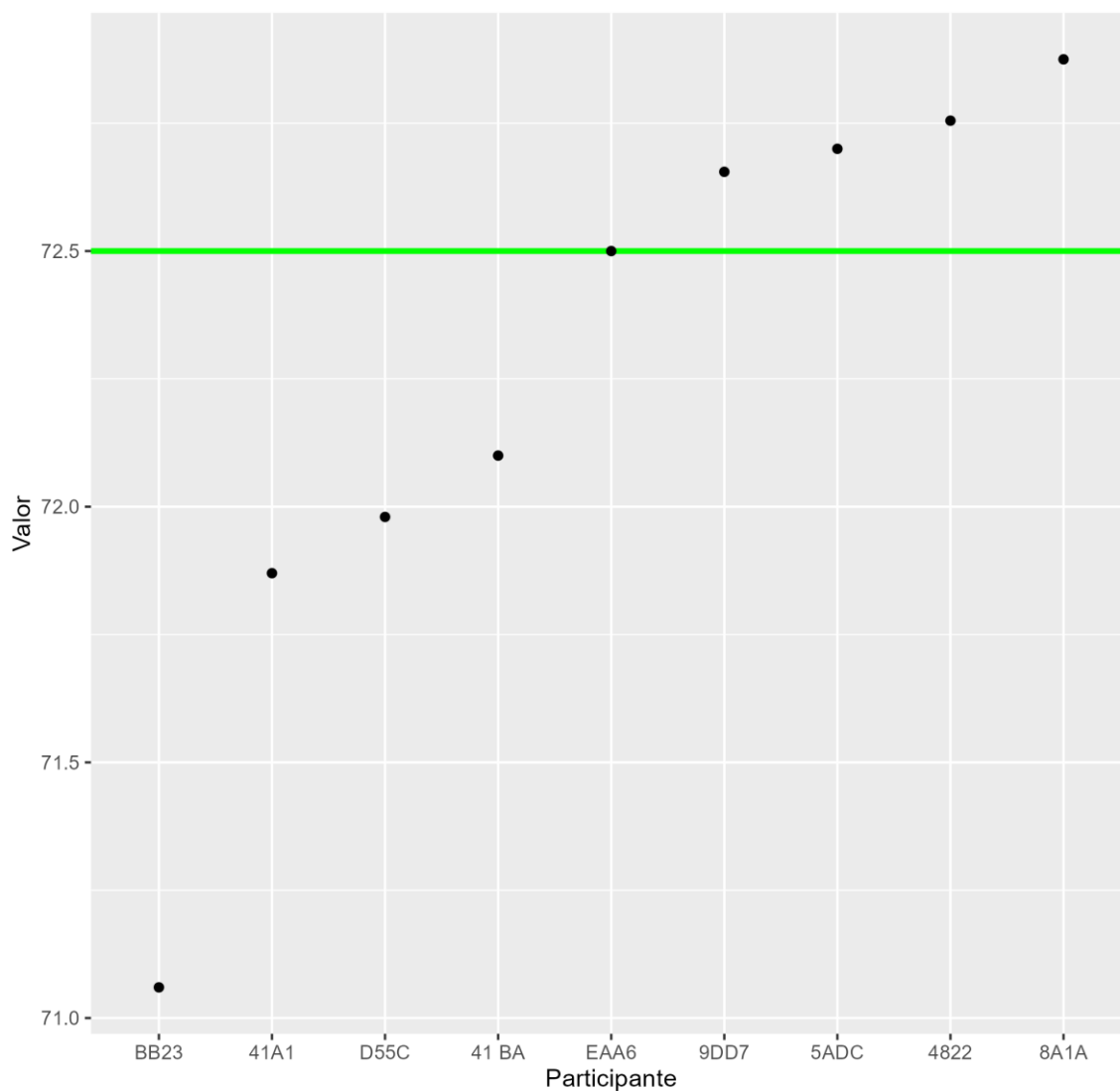


Gráfico 1. Valores reportados por los participantes (puntos negros) y valor asignado (línea verde).

En la siguiente figura se muestran la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

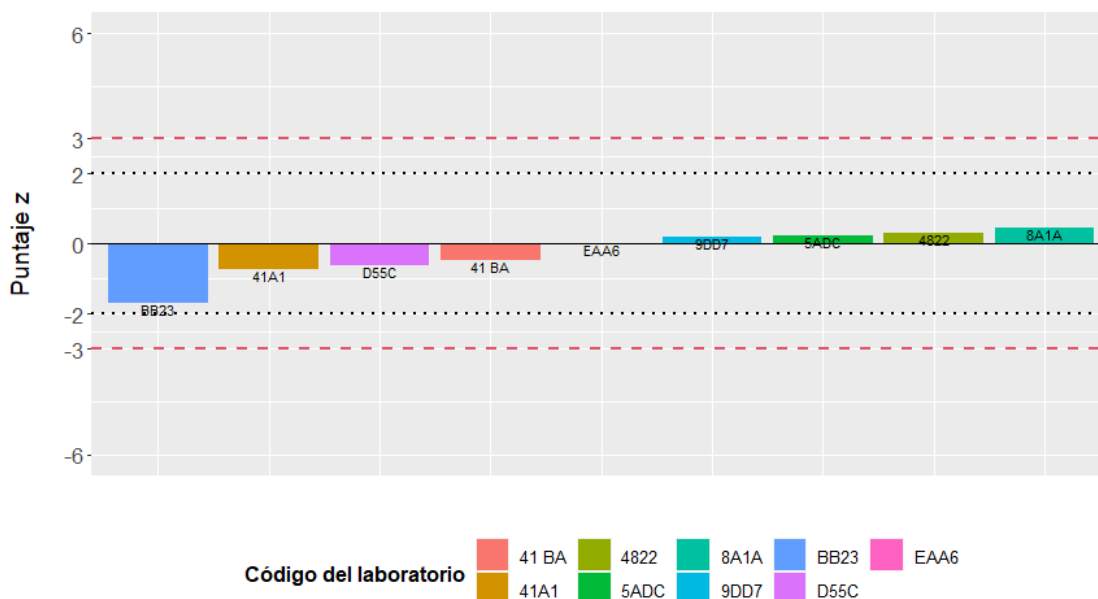


Gráfico 2. Puntaje Z de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.


Participante	Resultado reportado	Puntaje z	Resultado de evaluación
BB23	71,06	-1,69	Satisfactorio
41A1	71,87	-0,74	Satisfactorio
D55C	71,98	-0,61	Satisfactorio
41 BA	72,10	-0,47	Satisfactorio
EAA6	72,50	0,00	Satisfactorio
9DD7	72,66	0,18	Satisfactorio
5ADC	72,70	0,23	Satisfactorio
4822	72,75	0,30	Satisfactorio
8A1A	72,88	0,44	Satisfactorio

Tabla 3. Codigos de participantes, resultados reportados , puntaje z y resultado de la Evaluacion de desempeño

9.2. Azufre en Concentrado de Wolfram A

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (g/100g)
Azufre	0,19	0,01	0,02

Tabla 4. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre.

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 9 de 18	Vigente desde: 2023-06-25	

Concentrado de Wolfram A - Azufre

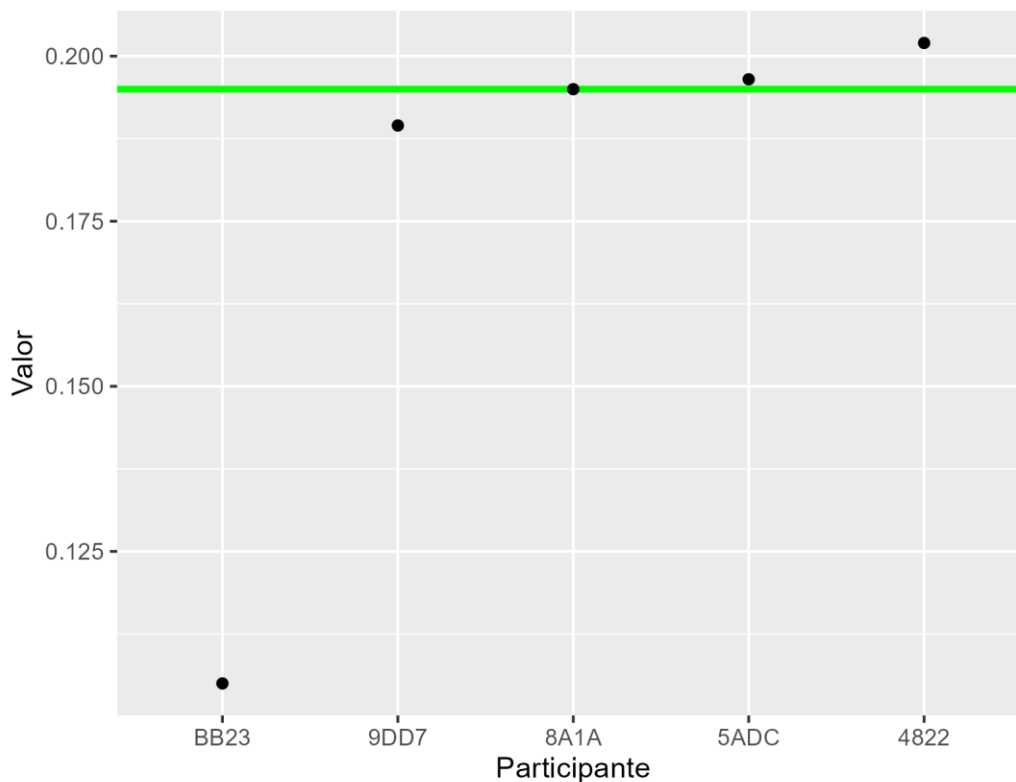


Gráfico 3. Valores reportados por los participantes (puntos negros) y valor asignado (línea verde).

En la siguiente figura se muestran la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

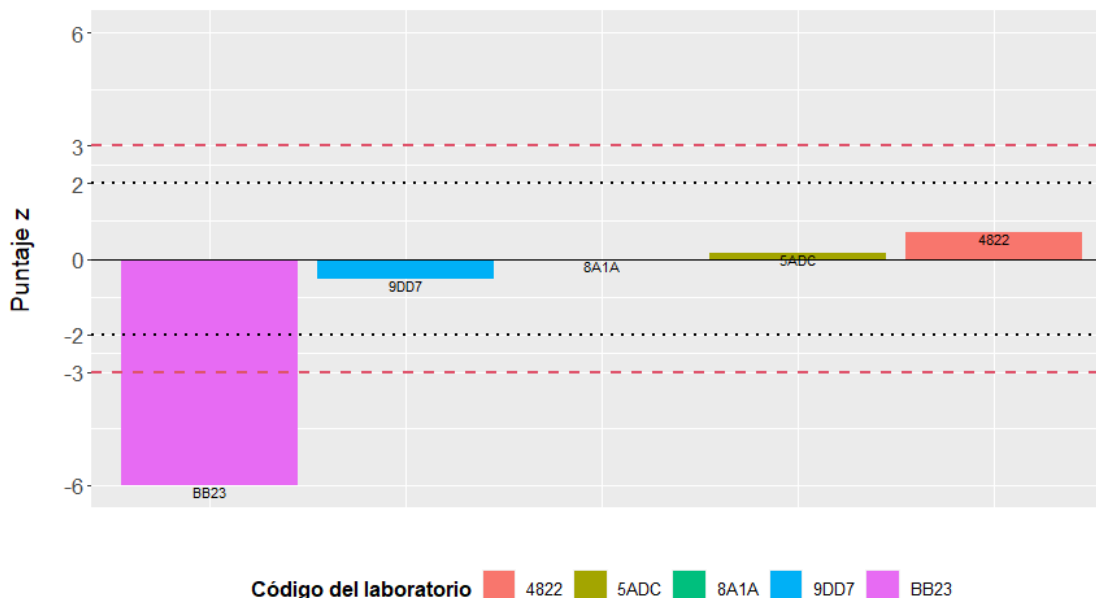


Gráfico 4. Puntaje Z de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Participante	Resultado reportado	Puntaje z	Resultado de evaluación
BB23	0,105	-9,00	Insatisfactorio
9DD7	0,190	-0,55	Satisfactorio
8A1A	0,195	0,00	Satisfactorio
5ADC	0,196	0,15	Satisfactorio
4822	0,202	0,70	Satisfactorio

Tabla 5. Códigos de participantes, resultados reportados, puntaje z y resultado de la Evaluación de desempeño

9.3. Arsénico en Concentrado de Wolfram A

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (g/100g)
Arsénico	0,042	0,0027	0,007

Tabla 6. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre.

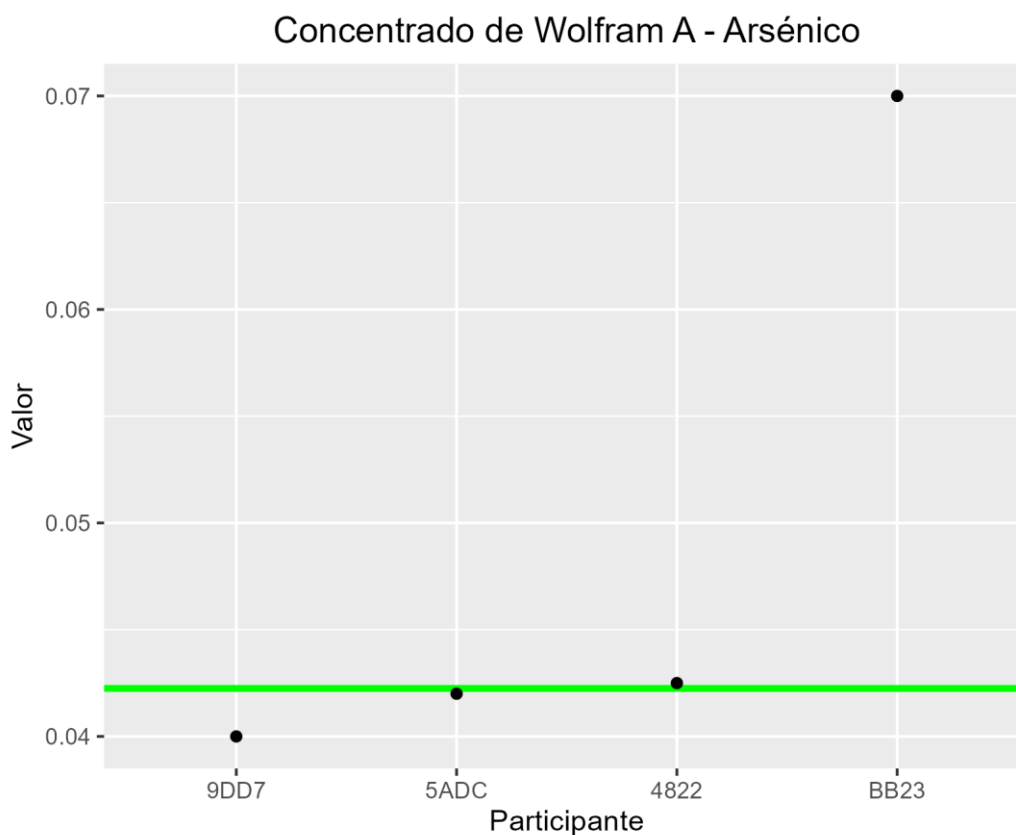


Gráfico 5. Valores reportados por los participantes (puntos negros) y valor asignado (línea verde).

En la siguiente figura se muestran la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

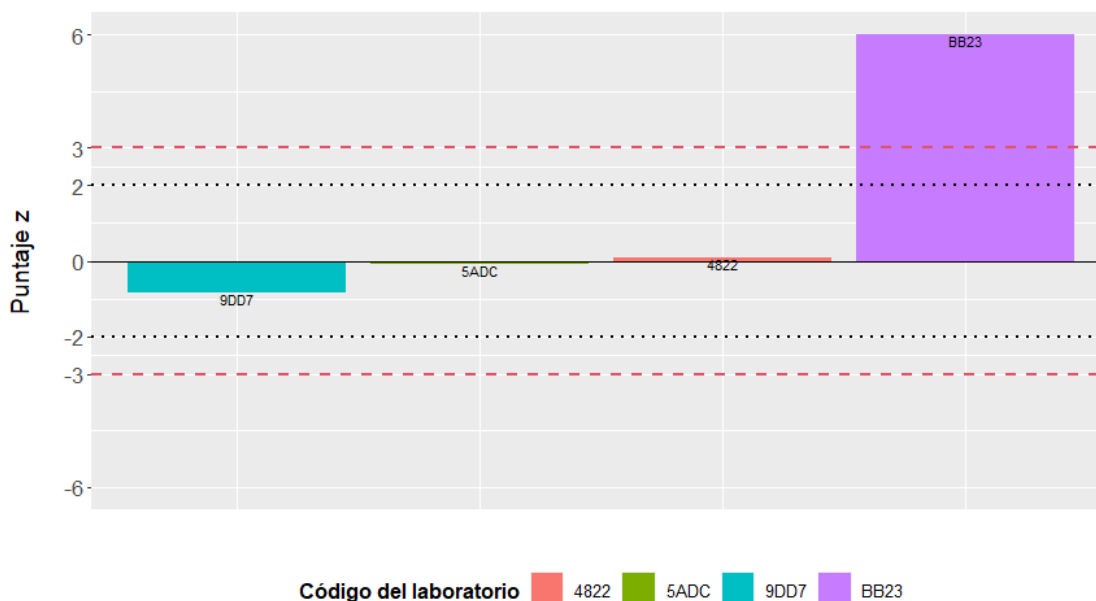


Gráfico 6. Puntaje Z de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Participante	Resultado reportado	Puntaje z	Resultado de evaluación
9DD7	0,040	-0,83	Satisfactorio
5ADC	0,042	-0,09	Satisfactorio
4822	0,043	0,09	Satisfactorio
BB23	0,070	10,28	Insatisfactorio

Tabla 7. Codigos de participantes, resultados reportados , puntaje z y resultado de la Evaluacion de desempeño

9.4. Estaño en Concentrado de Wolfram A

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (g/100g)
Estaño	0,531	0,0234	0,058

Tabla 8. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre.

Concentrado de Wolfram A - Estaño

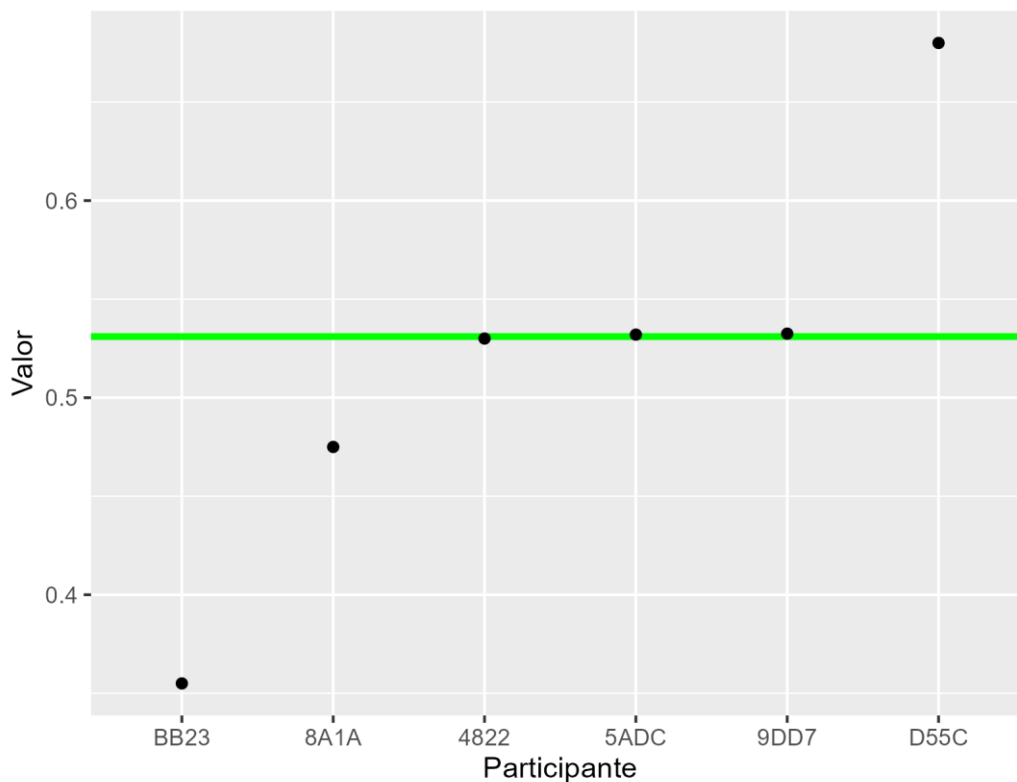


Gráfico 7. Valores reportados por los participantes (puntos negros) y valor asignado (línea verde).

En la siguiente figura se muestran la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

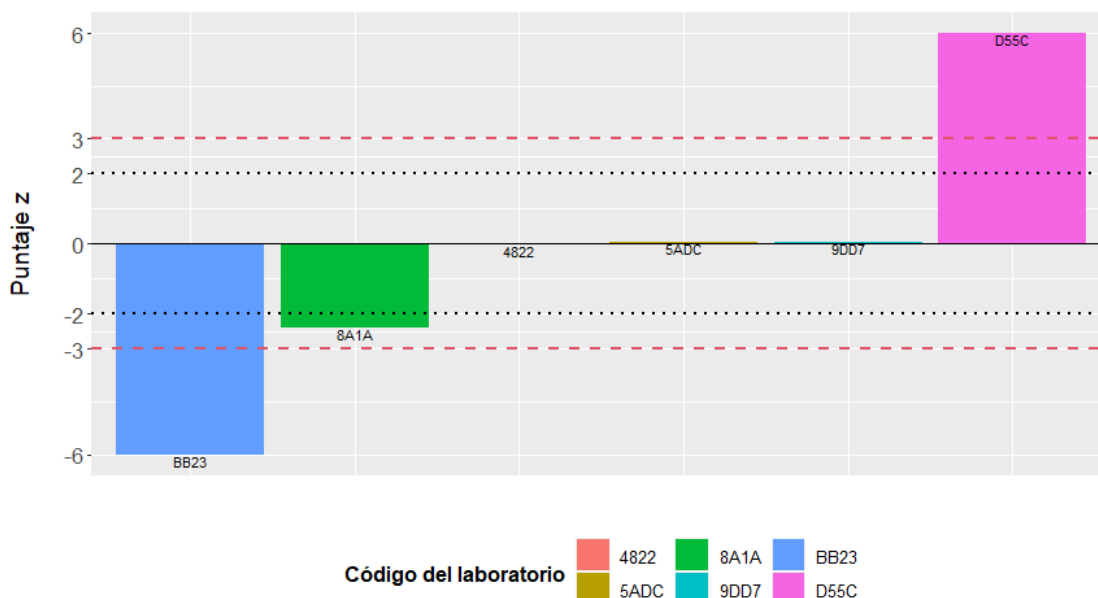


Gráfico 8. Puntaje Z de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Participante	Resultado reportado	Puntaje z	Resultado de evaluación
BB23	0,355	-7,52	Insatisfactorio
8A1A	0,475	-2,39	Cuestionable
4822	0,530	-0,04	Satisfactorio
5ADC	0,532	0,04	Satisfactorio
9DD7	0,532	0,06	Satisfactorio
D55C	0,680	6,37	Insatisfactorio

Tabla 9. Codigos de participantes, resultados reportados , puntaje z y resultado de la Evaluacion de desempeño

9.5. Wolfram en Concentrado de Wolfram B

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (g/100g)
Wolfram	75,56	0,87	2,17

Tabla 10. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre.

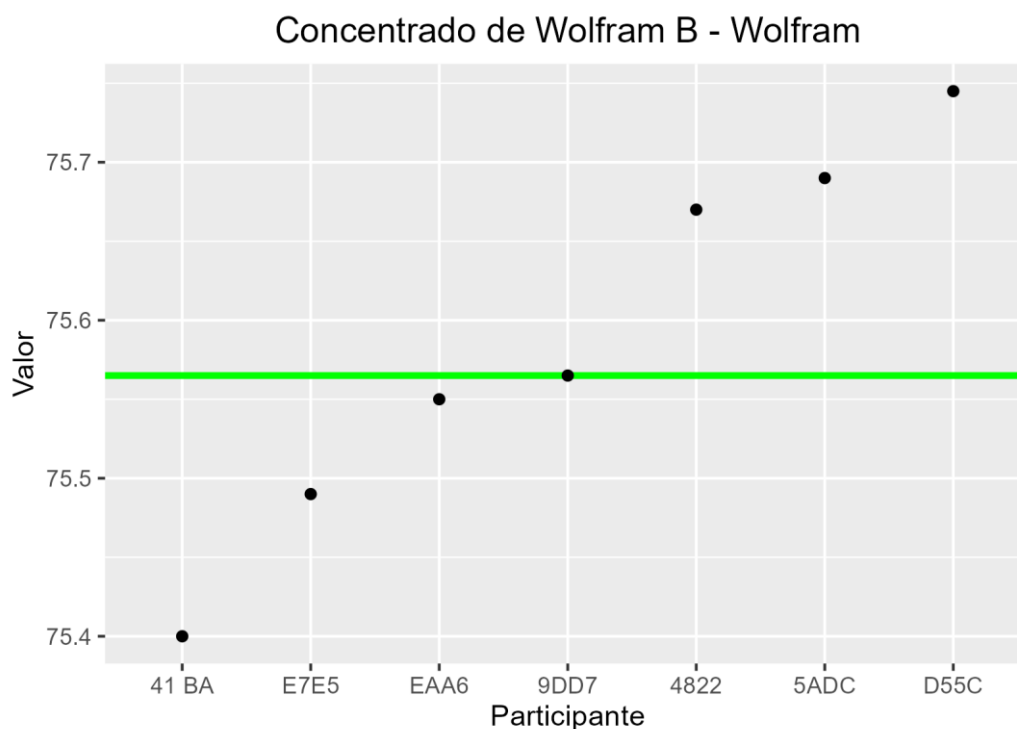


Gráfico 9. Valores reportados por los participantes (puntos negros) y valor asignado (línea verde).

En la siguiente figura se muestran la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

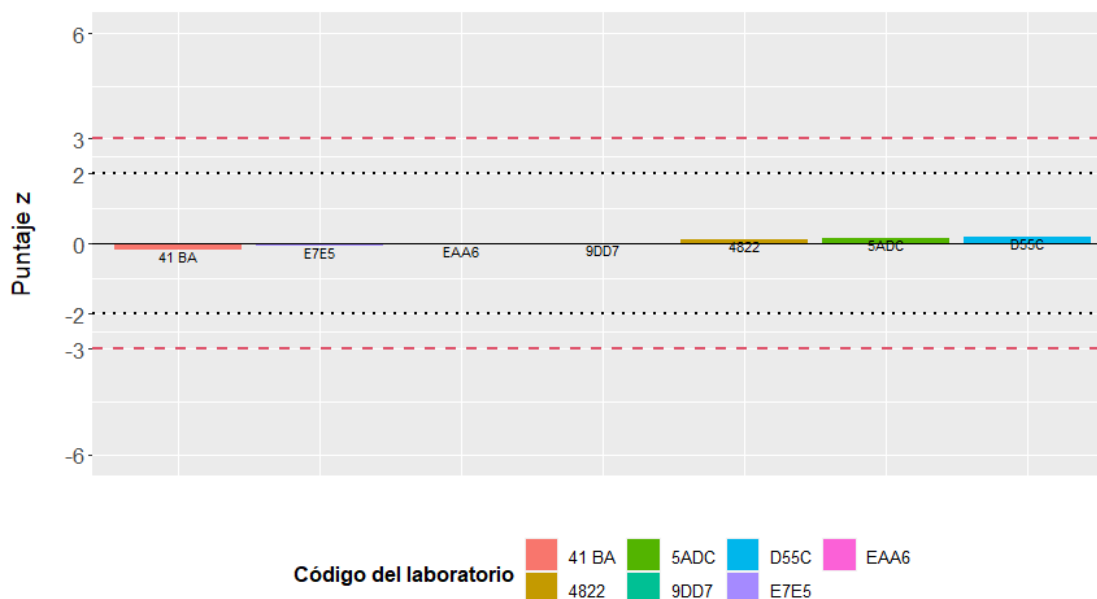


Gráfico 10. Puntaje Z de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Participante	Resultado reportado	Puntaje z	Resultado de evaluación
41 BA	75,40	-0,18	Satisfactorio
E7E5	75,49	-0,08	Satisfactorio
EAA6	75,55	-0,01	Satisfactorio
9DD7	75,56	0,01	Satisfactorio
4822	75,67	0,13	Satisfactorio
5ADC	75,69	0,15	Satisfactorio
D55C	75,75	0,21	Satisfactorio

Tabla 11. Codigos de participantes, resultados reportados , puntaje z y resultado de la Evaluacion de desempeño

9.6. Azufre en Concentrado de Wolfram B

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (g/100g)
Azufre	0,050	0,003	0,008


DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 15 de 18	Vigente desde: 2023-06-25	

Tabla 12. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre.

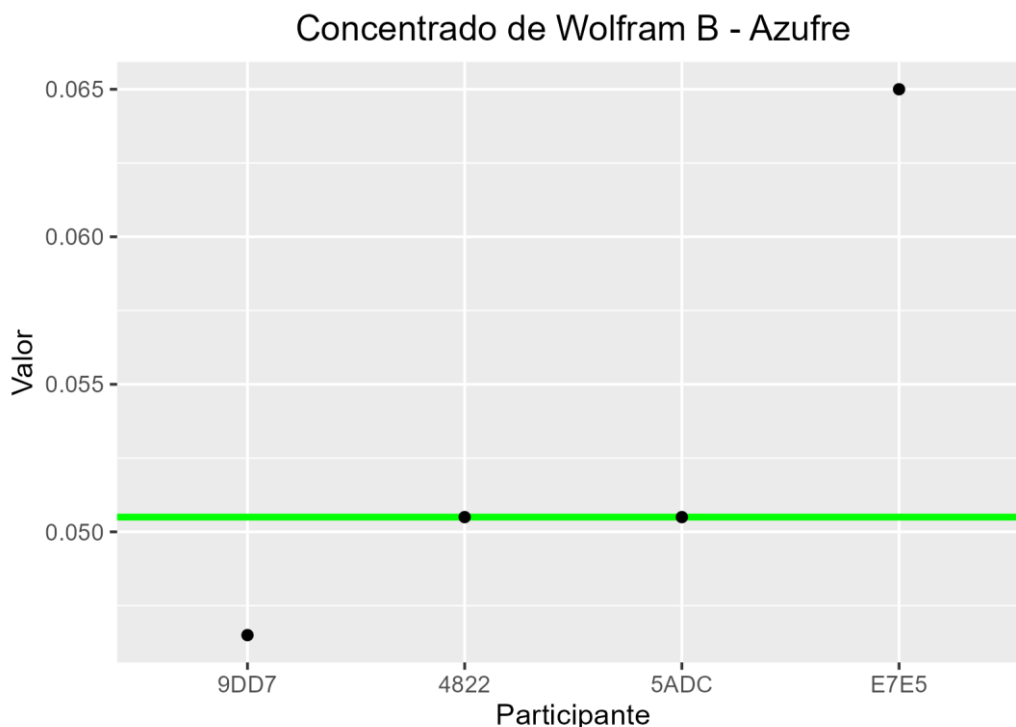


Gráfico 11. Valores reportados por los participantes (puntos negros) y valor asignado (línea verde).

En la siguiente figura se muestran la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

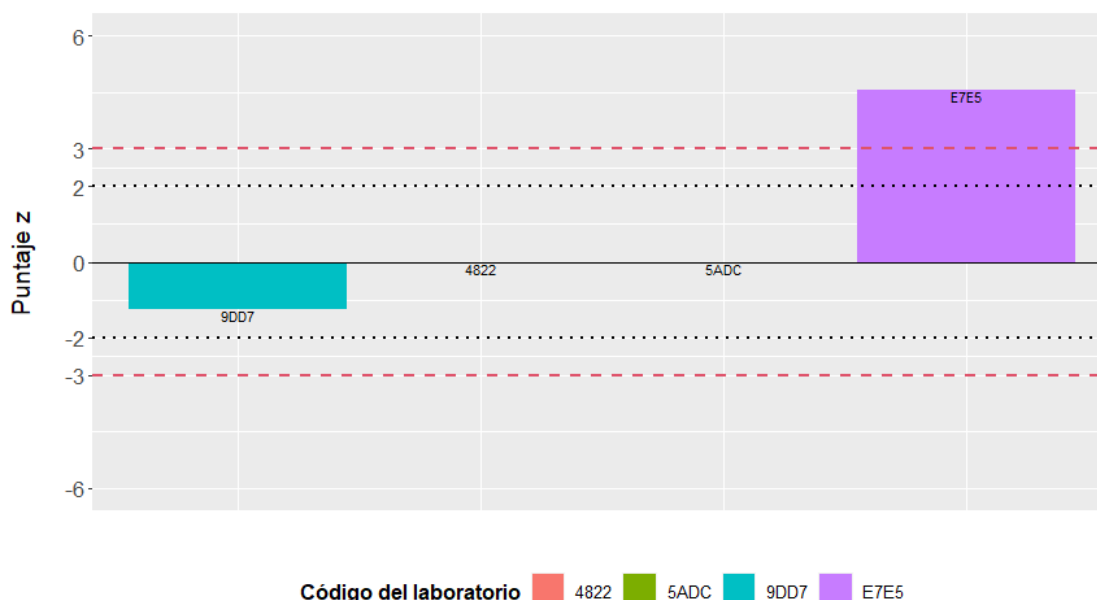


Gráfico 12. Puntaje Z de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Participante	Resultado reportado	Puntaje z	Resultado de evaluación
9DD7	0,046	-1,26	Satisfactorio
4822	0,051	0,00	Satisfactorio
5ADC	0,051	0,00	Satisfactorio
E7E5	0,065	4,57	Insatisfactorio

Tabla 13. Codigos de participantes, resultados reportados , puntaje z y resultado de la Evaluacion de desempeño

9.7. Estaño en Concentrado de Wolfram

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (g/100g)
Estaño	0,055	0,003	0,008

Tabla 14. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre.

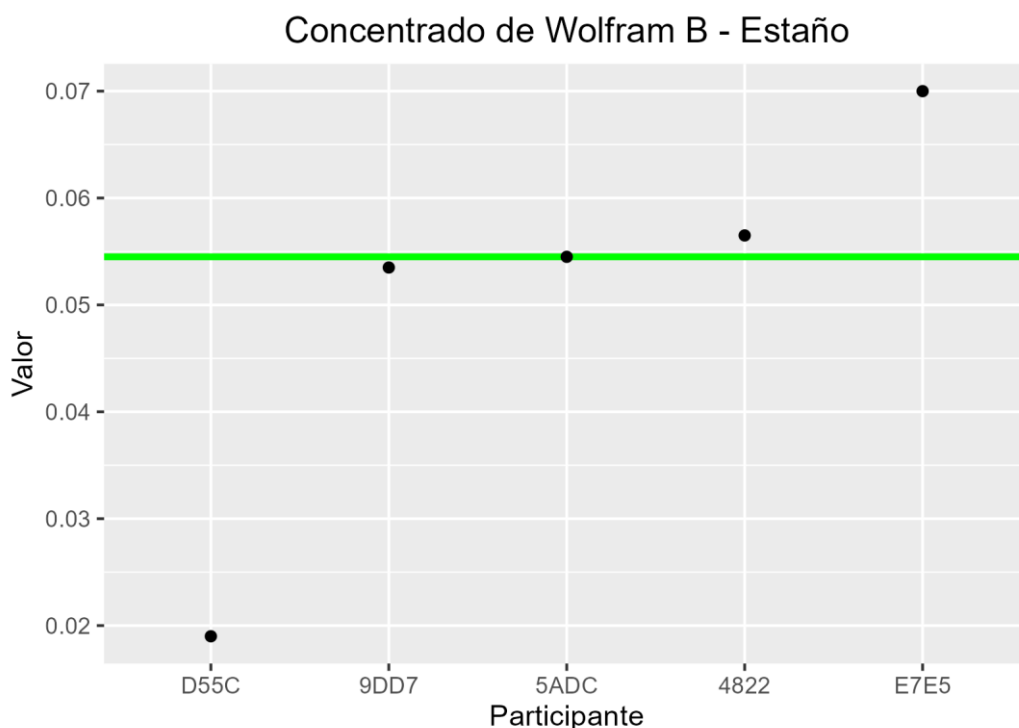


Gráfico 13. Valores reportados por los participantes (puntos negros) y valor asignado (línea verde).

En la siguiente figura se muestran la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

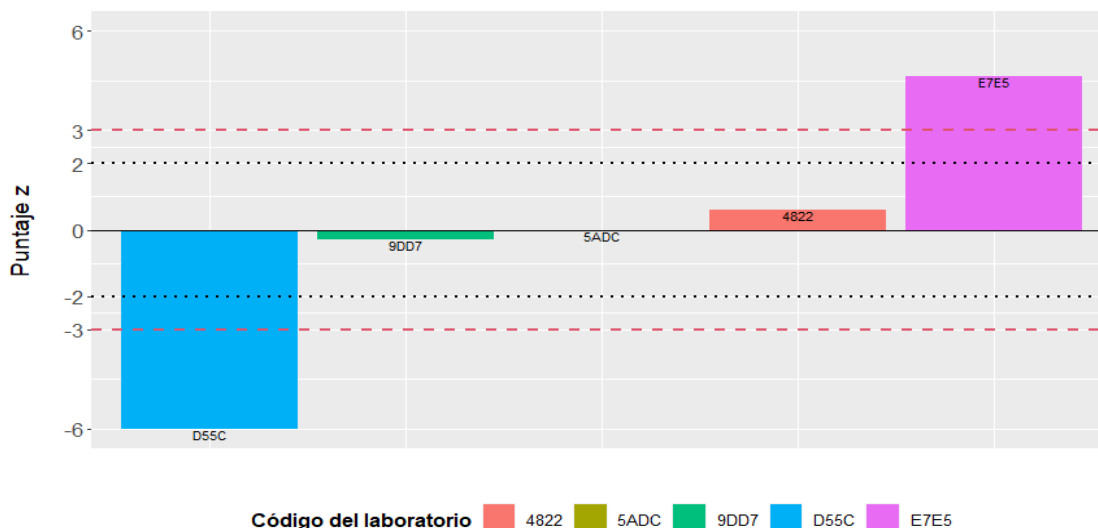


Gráfico 14. Puntaje Z de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Participante	Resultado reportado	Puntaje z	Resultado de evaluación
D55C	0,019	-10,60	Insatisfactorio
9DD7	0,054	-0,30	Satisfactorio
5ADC	0,054	0,00	Satisfactorio
4822	0,056	0,60	Satisfactorio
E7E5	0,070	4,63	Insatisfactorio


Tabla 15. Codigos de participantes, resultados reportados , puntaje z y resultado de la Evaluacion de desempeño

10 LABORATORIOS PARTICIPANTES

Es importante resaltar que la información de la tabla N° 16 es solamente un indicativo del número de laboratorios participantes en el presente ensayo de aptitud, no está asociada a los códigos de participación de los laboratorios.

EMPRESA	DEPARTAMENTO
Laboratorio Químico Conde Morales	Oruro
LABORATORIO KENNAMETAL	La Paz
INSPECCION Y LABORATORIO DE CALIDAD SGLAB SRL	La Paz
TECAP GLOBAL SOLUTIONS SRL	La Paz
LABORATORIO QUIMICO CIMM COMIBOL	Oruro
SPECTROLAB	Oruro

Tabla 16. Participates del Ensayo de aptitud EQ-0154/2023.

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 18 de 18	Vigente desde: 2023-06-25	

11 REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

NB/ISO/IEC 17043:2023. "Evaluación de la Conformidad – Requisitos generales para los Ensayos de Aptitud".

IUPAC Technical Report (2006). The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories.

ISO 13528 (2022). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons

ILAC G13 (2007). Guidelines for the Requirement for the Competence of Providers Proficiency Testing Schemes.

ISO/IEC 17025 (2017). General requirements for the competence of calibration and testing laboratories.

Guía para la expresión de la incertidumbre de medida. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, OIML. Organización Internacional de Normalización, impresa en Suiza, ISBN 92-67-10188-9, primera edición, 1993. Corregida y reimpressa en 1995.

ISO Guide 35:2006 Reference Material – General and Statistical Principles for Certification