

INSTITUTO BOLIVIANO DE METROLOGÍA  
IBMETRO



**INFORME FINAL**

ENSAYO DE APTITUD

**EQ-0157**


**“DETERMINACION DE HUMEDAD EN  
MINERALES DE PLOMO Y ZINC DE  
ACUERDO A LA NORMA ISO 10251”**

DIRECCIÓN DE METROLOGÍA  
INDUSTRIAL Y CIENTÍFICA – DMIC

Año 2023


---

Elaborado por:	Julian Ernesto Morales Alarcon	Fecha:	2023-12-20
Revisado por:	Jose Luis Gonzales Quino	Fecha:	2024-01-08

<b>DMIC-EA-PE-001/F06</b>	<b>FORMULARIO</b>	
<b>V.00</b>	<b>INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD</b>	
<b>Página 2 de 12</b>	<b>Vigente desde: 2023-06-25</b>	

## 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 .....	7
9.1.	Humedad en Concentrado de Zinc .....	7
9.2.	Humedad en Concentrado de Plomo .....	9
10	LABORATORIOS PARTICIPANTES .....	10
11	CONCLUSIONES .....	11
12	REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	11

<b>DMIC-EA-PE-001/F06</b>	<b>FORMULARIO</b>	
<b>V.00</b>	<b>INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD</b>	
<b>Página 3 de 12</b>	<b>Vigente desde: 2023-06-25</b>	

## 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 de humedad en minerales de acuerdo a la Norma ISO 10251:2006, para mejorar las capacidades analíticas y de gestión en laboratorios bolivianos.

Cabe resaltar que para que un laboratorio asegure la confiabilidad de sus resultados debe participar regularmente en programas de ensayos de aptitud los cuales son uno de los medios disponibles para que los laboratorios demuestren su desempeño.

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 del Humedad en Minerales mediante el método de la norma ISO 10251 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](http://www.ibmetro.gob.bo)

<b>DMIC-EA-PE-001/F06</b>	<b>FORMULARIO</b>	
<b>V.00</b>	<b>INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD</b>	
<b>Página 4 de 12</b>	<b>Vigente desde: 2023-06-25</b>	

#### 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 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:

<b>Matriz</b>	<b>Cantidad de muestra</b>	<b>Parámetros</b>
Concentrado de Zinc	2 Sobres de aprox. 1 kg	TOTAL: 1 Parámetro Humedad
Concentrado de Plomo	2 Sobres de aprox. 1 kg	TOTAL: 1 Parámetro Humedad

**Tabla 1. Descripciones del ítem de los ítems del Ensayo de Aptitud EQ-0157/2023 .**

#### 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:

<b>DMIC-EA-PE-001/F06</b>	<b>FORMULARIO</b>	
<b>V.00</b>	<b>INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD</b>	
<b>Página 5 de 12</b>	<b>Vigente desde: 2023-06-25</b>	

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

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

Para cada parámetro la dispersión asignada se calculó como la Mediana de la Dispersión Absoluta (MAD), calculada de la siguiente manera:

$$\sigma_{pt} = MAD = 1,4826 * Me | x_i - Me_{x_i} | \quad (4)$$

Dónde:

$Me$ =valor de la mediana

$x_i$ =resultados de cada Laboratorio

$Me_{x_i}$ =mediana de los resultados de cada Laboratorio

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

$\sigma^*$  = desviación estandar robusta (MAD) 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.

$$z_i = \frac{y_i - y_{ref}}{\sigma_{pt}} \quad (6)$$

<b>DMIC-EA-PE-001/F06</b>	<b>FORMULARIO</b>	
<b>V.00</b>	<b>INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD</b>	
<b>Página 6 de 12</b>	<b>Vigente desde: 2023-06-25</b>	

Donde:

$y_{ref}$  = Valor de referencia

$y_i$  = Resultado del laboratorio

$\sigma_{pt}$  = 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.

Para los parámetros en los que la incertidumbre sea significativa respecto al estimador de la dispersión de los laboratorios y se cumpla que:

$$u(x_{pt}) > 0,3 * \sigma_{pt} \quad (7)$$

Se considerara la incertidumbre para expandir el denominador del estadístico de desempeño. Este estadístico se llama  $z'$  y se calcula de la siguiente manera:

$$z'_i = \frac{y_i - y_{ref}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}} \quad (8)$$

Donde:

$y_{ref}$  = Valor de referencia

$y_i$  = Resultado del laboratorio

$\sigma_{pt}$  = Estimador de la dispersión de los laboratorios

$u(x_{pt})$  = Incertidumbre estándar del valor asignado

Para el calculo de la incertidumbre expandida se considera un factor de cobertura  $k=2$ .

$$U(x_{pt}) = k * u(x_{pt}) \quad (9)$$

## 9. RESULTADOS

### 9.1. Humedad en Concentrado de Zinc

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión ( $\sigma_{pt}$ )	Incertidumbre Expandida (g/100g)
Humedad	6,41	0,04	0,03

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

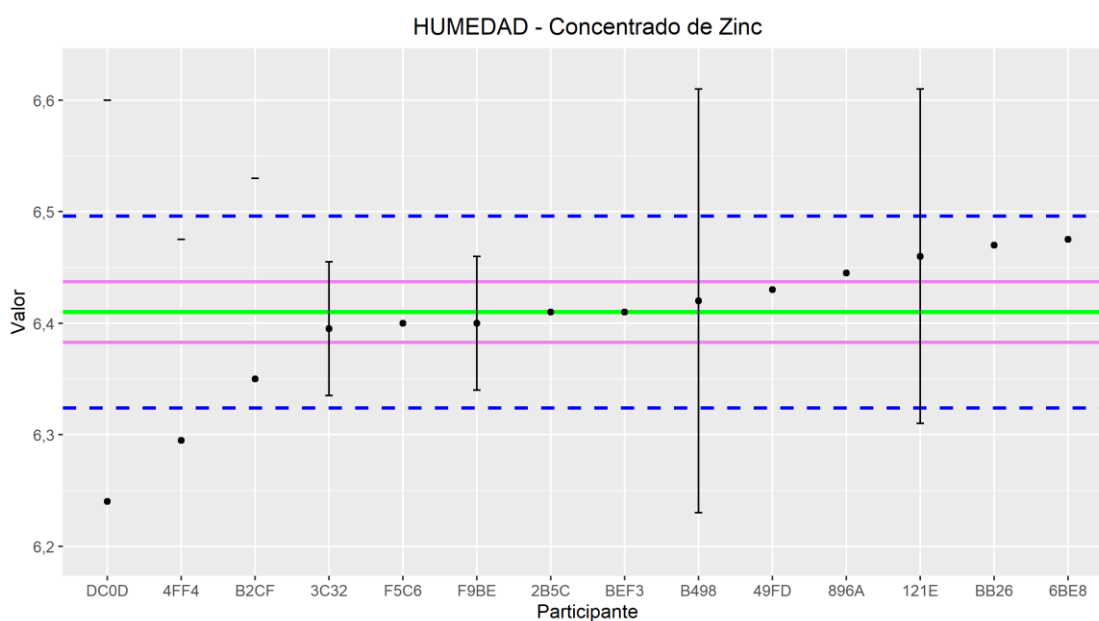
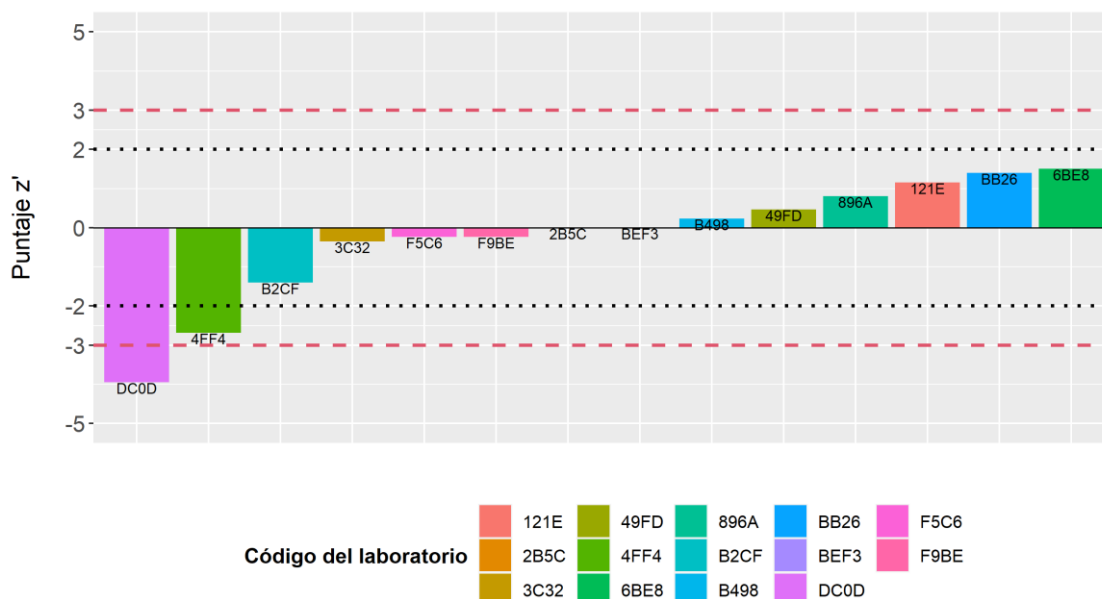


Gráfico 1. Valores reportados por los participantes (puntos negros), incertidumbres asociadas (barras negras), valor asignado (línea verde), estadístico de dispersión multiplicado por 2 (línea segmentada azul) e incertidumbre expandida (línea violeta) .

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



**Gráfico 2. Puntaje z' de los participantes.**

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

<b>Participante</b>	<b>Resultado reportado (g/100 g)</b>	<b>Puntaje z'</b>	<b>Resultado de evaluación</b>
DC0D	6,240	-3,95	Insatisfactorio
4FF4	6,295	-2,68	Cuestionable
B2CF	6,350	-1,40	Satisfactorio
3C32	6,395	-0,35	Satisfactorio
F5C6	6,400	-0,23	Satisfactorio
F9BE	6,400	-0,23	Satisfactorio
2B5C	6,410	0,00	Satisfactorio
BEF3	6,410	0,00	Satisfactorio
B498	6,420	0,23	Satisfactorio
49FD	6,430	0,47	Satisfactorio
896A	6,445	0,81	Satisfactorio
121E	6,460	1,16	Satisfactorio
BB26	6,470	1,40	Satisfactorio
6BE8	6,475	1,51	Satisfactorio

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



## 9.2. Humedad en Concentrado de Plomo

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión ( $\sigma_{pt}$ )	Incertidumbre Expandida (g/100g)
Humedad	6,37	0,074	0,05

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

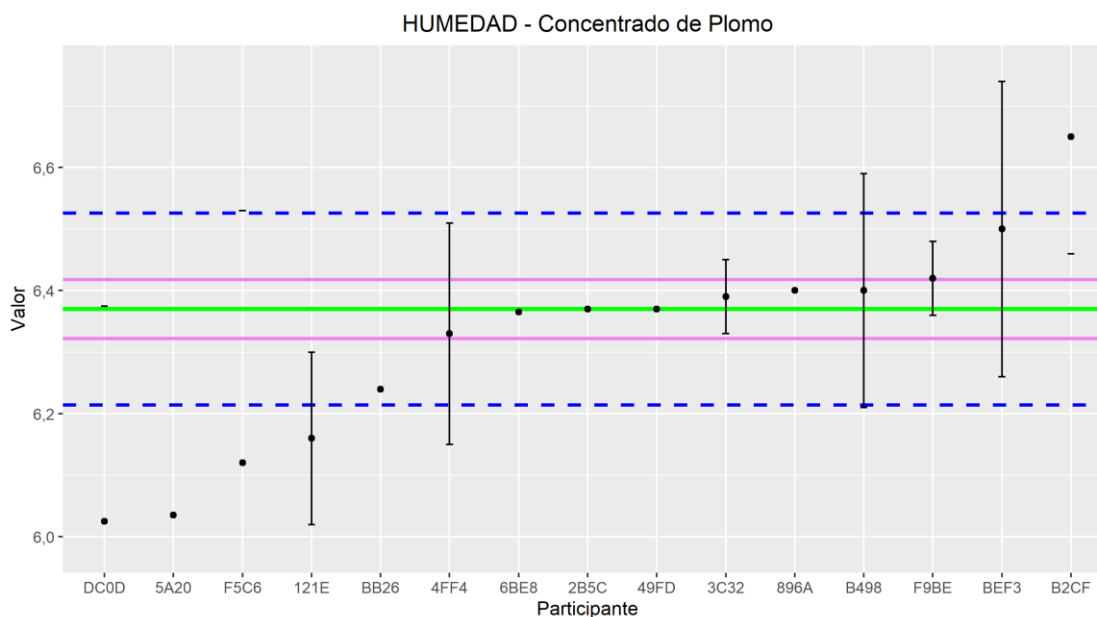
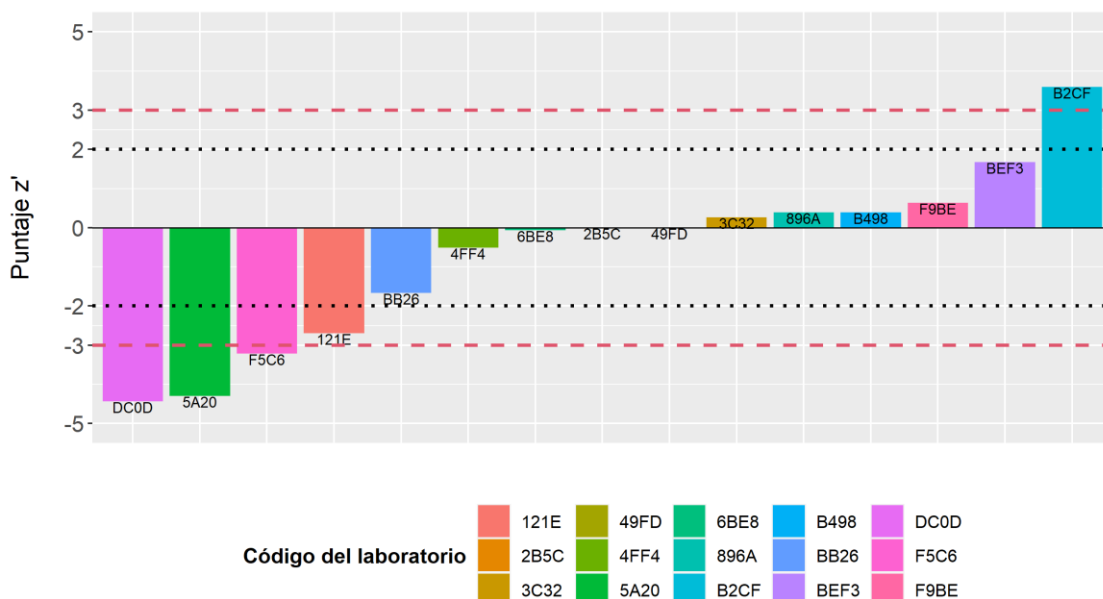


Gráfico 3. Valores reportados por los participantes (puntos negros), incertidumbres asociadas (barras negras), valor asignado (línea verde), estadístico de dispersión multiplicado por 2 (línea segmentada azul) e incertidumbre expandida (línea violeta).

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 (g/100 g)	Puntaje z'	Resultado de evaluación
DC0D	6,025	-4,43	Insatisfactorio
5A20	6,035	-4,30	Insatisfactorio
F5C6	6,120	-3,21	Insatisfactorio
121E	6,160	-2,70	Cuestionable
BB26	6,240	-1,67	Satisfactorio
4FF4	6,330	-0,51	Satisfactorio
6BE8	6,365	-0,06	Satisfactorio
49FD	6,370	0,00	Satisfactorio
2B5C	6,370	0,00	Satisfactorio
3C32	6,390	0,26	Satisfactorio
B498	6,400	0,39	Satisfactorio
896A	6,400	0,39	Satisfactorio
F9BE	6,420	0,64	Satisfactorio
BEF3	6,500	1,67	Satisfactorio
B2CF	6,650	3,59	Insatisfactorio

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

## 10 LABORATORIOS PARTICIPANTES

En este ensayo de aptitud se registro la participación de 12 laboratorios. Es importante resaltar que la información de la tabla N° 6 es solamente un indicativo

<b>DMIC-EA-PE-001/F06</b>	<b>FORMULARIO</b>	
<b>V.00</b>	<b>INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD</b>	
<b>Página 11 de 12</b>	<b>Vigente desde: 2023-06-25</b>	

del número de laboratorios participantes en el presente ensayo de aptitud, no está asociada a los códigos de participación de los laboratorios.

<b>EMPRESA</b>	<b>DEPARTAMENTO</b>
ALEX STEWART (ASSAYERS) LTD. BOLIVIA	Oruro
ALEX STEWART (ASSAYERS) LTD. BOLIVIA	Potosí
CENTRO DE INVESTIGACION MINERO METALURGICO	Oruro
COMINESA	Oruro
DON DIEGO - SINCHI WAYRA	Potosí
INSPECCION Y LABORATORIO DE CALIDAD SGLAB SRL	La Paz
LABORATORIO KENNAMETAL BOLIVIA S.R.L.	La Paz
LABORATORIO QUÍMICO CONDE MORALES	Oruro
LABORATORIO QUIMICO FLORES-VFJ	Potosí
LABORATORIO QUÍMICO MINERA SAN CRISTÓBAL	Potosí
LABORATORIO QUÍMICO IMPALA TERMINALS BOLIVIA SERVICIOS LOGISTICOS S.A.	Oruro
PANAMERICAN SILVER	Potosí


**Tabla 6. Participates del Ensayo de aptitud EQ-0157/2023.**

## **11 CONCLUSIONES**

- Los valores de referencia fueron asignados por consenso, se realizó asignación mediante estadística robusta establecida en la Norma ISO 13528 "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons".
- Se utilizó la puntuación z para la evaluación del desempeño, utilizando la Mediana de la Dispersión Absoluta como estadístico para medir la dispersión de los resultados reportados por los Laboratorios.
- Los Organismos que presentan un desempeño insatisfactorio y cuestionable deben realizar un análisis crítico en la evaluación de sus resultados a fin identificar las posibles causas y tomar acciones correctivas según su sistema de calidad.
- Se sugiere en todos los casos, la validación del método de ensayo, la implementación de un procedimiento de control interno de calidad, el control metrológico de los equipos, así como el uso de Materiales de Referencia Certificados.
- Se recomienda la participación rutinaria en Rondas de Ensayos de Aptitud, de esta manera se podrá ir mejorando el estimador de la dispersión, con los procesos de mejora continua que se introduzcan en los laboratorios.

## **12 REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS**

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

<b>DMIC-EA-PE-001/F06</b>	<b>FORMULARIO</b>	
<b>V.00</b>	<b>INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD</b>	
<b>Página 12 de 12</b>	<b>Vigente desde: 2023-06-25</b>	

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