

INSTITUTO BOLIVIANO DE METROLOGÍA IBMETRO



PROTOCOLO

ENSAYO DE APTITUD

EQ-0152

**“DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS FÍSICO-
MECÁNICAS Y QUÍMICAS EN CEMENTO ”**

MATRIZ: CEMENTO

DIRECCIÓN DE METROLOGÍA
INDUSTRIAL Y CIENTÍFICA – DMIC

Año 2023

Elaborado por:	Ing. Yamil Acho Sarzuri	Fecha:	2023-08-17
Revisado y aprobado por:	Lic. Jose Luis Gonzales	Fecha:	2023-08-28

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.....	3
5.	ALCANCE Y PARTICIPANTES.....	4
6.	GENERALIDADES	4
6.1	CRONOGRAMA GENERAL	4
6.2	INSCRIPCIÓN DE LOS PARTICIPANTES Y COSTOS	5
6.3	DOCUMENTOS GENERADOS.....	5
7.	ITEM DE ENSAYO	6
7.1	DESCRIPCIÓN DEL ÍTEM	6
7.2	HOMOGENEIDAD Y ESTABILIDAD DEL ÍTEM DE ENSAYO	6
8.	DISTRIBUCIÓN Y REPOSICIÓN DEL ITEM DE ENSAYO	6
9.	MANIPULACIÓN, TRANSPORTE Y ALMACENAMIENTO DEL ÍTEM DE ENSAYO	7
10.	MEDICIÓN Y CONSIDERACIONES DE IMPORTANCIA.....	7
11.	REGISTRO DE ENVÍO DE RESULTADOS.....	8
12.	EVALUACION DEL DESEMPEÑO DE LOS PARTICIPANTES	10
13.	CONSIDERACIONES ANTE LA CONNIVENCIA O FALSIFICACIÓN DE RESULTADOS	10
14.	PUBLICACIÓN DEL INFORME DE RESULTADOS	11
15.	OTRAS CONSIDERACIONES.....	11
16.	REFERENCIAS	11

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 interlaboratorios 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".

El Instituto Nacional de Metrología, es proveedor de Ensayos de Aptitud y tiene el objetivo de atender las necesidades de los laboratorios nacionales.

El presente ensayo está dirigido a apoyar a los laboratorios e instituciones en general que realizan ensayos en la matriz de "*DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS FÍSICO-MECÁNICOS Y QUÍMICOS EN CEMENTO*"; 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
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 TÉCNICO – CIENTÍFICO

Ing. Yamil Acho Sarzuri – Coordinador técnico del ensayo de aptitud

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

Lic. Jose Luis Gonzales – Supervisor de Metrología Química

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

ACTIVIDADES SUBCONTRATADAS

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

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.

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

- 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-0152
Matriz: Cemento
Ensayo: Determinación de Parámetros Físico-Mecánicos y Químicos en Cemento

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

6. GENERALIDADES

6.1 Cronograma general

Tabla 1: Cronograma del presente ensayo de aptitud.

Código del ensayo de aptitud	Actividades	Fecha*	
		Inicio	Final
EQ-0152	Apertura Informativa	2023-09-08	
	Fecha de inscripción	2023-08-31	2023-09-22
	Envío y/o recojo del ítem de ensayo	2023-09-26	2023-09-29
	Mediciones y envío de resultados	2023-11-03	
	Publicación del informe preliminar	2023-11-24	
	Publicación del Informe Final	2023-11-30	

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

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

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 deberá ser devuelto, una vez completados los datos requeridos a las siguientes direcciones electrónicas: cotizaciones@ibmetro.gob.bo con copia a yacho@ibmetro.gob.bo. Una vez recibido el formulario en IBMETRO, se enviará la cotización respectiva.

El laboratorio participante recibirá mediante correo electrónico su código de identificación correspondiente, previo al pago y facturación con el servicio.

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. El costo final se debe tomar de la cotización emitida a cada institución participante.

a. Por la cantidad de parámetros a participar:

1 Parámetro	Bs. 440
2 a 4 parámetros	Bs. 550
5 a 7 parámetros	Bs. 660
Más de 7 parámetros	Bs. 770

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

b. Costo de Material de Referencia (MR), cada ítem a Bs. 400

c. Gastos adicionales

Informe Final (Formato Físico) Bs. 50

Informe Final (Formato Digital). El informe en formato digital será enviado a todos de manera gratuita.

** 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 %.

** El Porcentaje (%) de descuento se realiza por la cantidad de parámetros a participar, y no al ítem de ensayo.*

6.3 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

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

- 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: yacho@ibmetro.gob.bo en las fechas previstas.

7. ITEM 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:

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

Identificación	Matriz	Cantidad de muestra	Parámetros
EQ-0152	Cemento	Aprox. 9 kg	Resistencia a la compresión, Tamiz 325, Superficie específica de Blaine Mínima, Tiempo de fraguado inicial, Tiempo de fraguado final, Estabilidad volumétrica (Le Chatelier), Ensayo de expansión en autoclave, Oxido de magnesio, Trióxido de azufre, Residuo insoluble, Perdida por calcinación.

Los valores de referencia y su incertidumbre del parámetro resistencia a compresión a 28 días será asignados en consenso por los laboratorios acreditados y los demás parámetros serán asignados por consenso entre los laboratorios acreditados en los alcances correspondientes, 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 13528:2015 "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons".

8. DISTRIBUCIÓN Y REPOSICIÓN DEL ITEM DE ENSAYO

Se informará 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 en La Paz, respetando el cronograma definido. Los ítems serán inspeccionados visualmente por el personal de IBMETRO al momento de entregarlo al participante. Si el

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

laboratorio participante enviará a un tercero para recoger la muestra, por ejemplo un servicio de courier, debe informar de esto al coordinador técnico los siguientes datos:

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

Los participantes deberán 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.

En relación con la reposición de ítems de ensayo dañados o perdidos en el 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 yacho@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. MANIPULACIÓN, TRANSPORTE Y ALMACENAMIENTO DEL ÍTEM 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. MEDICIÓN Y CONSIDERACIONES DE IMPORTANCIA

Las mediciones se realizarán mínimamente por duplicado en los parámetros propuestos para cada matriz según la siguiente tabla:

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

Tabla 3: Esquema de mediciones y métodos sugeridos para los parámetros del presente ensayo de aptitud

Parámetro	No. de resultados	Método de análisis sugerido		Unidades
Resistencia a la compresión 3 días	2	NB 470	ASTM C109 C	MPa
Resistencia a la compresión 7 días	2	NB 470	ASTM C109 C	MPa
Resistencia a la compresión 28 días	2	NB 470	ASTM C109 C	MPa
Tamiz 325	2	ASTM C 430		% (g/100 g) <i>Porcentaje que pasa el tamiz</i>
Superficie específica de Blaine Mínima	2	NB 472	ASTM C204	cm ² /g
Tiempo de fraguado inicial	2	NB 063	ASTM C191	min
Tiempo de fraguado final	2	NB 063	ASTM C191	min
Estabilidad volumetrica (Le Chatelier)	2	NB 643		mm
Ensayo de expansion en autoclave	2	NB 471	ASTM C 151-09	% (mm/100 mm)
Oxido de magnesio	2	NB 061	COPANT R 274	g/100 g
Trioxido de azufre	2	NB 061	COPANT R 274	g/100 g
Residuo insoluble	2	ASTM C 114		g/100 g
Perdida por calcinación	2	NB 061	COPANT R 274	g/100 g

La tabla 3 muestra las unidades que deben estar reportados los resultados de medición. Respecto a los métodos de medición, los participantes de este ensayo de aptitud pueden utilizar los métodos de medición que habitualmente emplean para realizar los análisis de este tipo de ítems de ensayo.

11. REGISTRO DE ENVÍO DE RESULTADOS

Los laboratorios deberán realizar los registros de las mediciones en el formulario de registro de resultados DMIC-EAQ-PE-001/F05. Los formularios deberán ser enviados vía correo

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

electrónico en la fecha programada para el envío de los ítems de ensayo. **No se aceptarán formularios enviados después del plazo establecido.**

Respecto a la confirmación de los resultados, la unidad de coordinación enviará un correo solicitando confirmar los valores reportados en el formulario DMIC-EAQ-PE-001/F05, el laboratorio participante tiene 3 días para confirmar los datos reportados, posterior a ello u omisión del mismo **se considerará solo los valores reportados inicialmente.**

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 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
- Número 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.
- Estudios de comparaciones interlaboratoriales 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.

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

- 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.

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.

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

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. PUBLICACIÓN DEL INFORME DE RESULTADOS

El informe final del ensayo de aptitud será enviado a cada participante vía correo electrónico y será publicado en la pagina web del IBMETRO (www.ibmetro.gob.bo). 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.

16. REFERENCIAS

- ISO/IEC 17043 (2010). 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 (2016). 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.

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

- 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