

INSTITUTO BOLIVIANO DE METROLOGÍA IBMETRO



PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD

Código: EQ-0168

**“DETERMINACIÓN DE WÓLFRAM Y ELEMENTOS
MINORITARIOS EN MINERALES DE WÓLFRAM”**


MATRIZ: MINERALES DE WÓLFRAM

DIRECCIÓN DE METROLOGÍA
INDUSTRIAL Y CIENTÍFICA – DMIC

AÑO 2024


Elaborado por:	Lic. Julian Morales	Fecha:	2024-03-25
Revisado y aprobado por:	Lic. Jose Luis Gonzales	Fecha:	2024-03-26

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

DMIC-EA-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.01	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 2 de 11	Vigente desde: 2024-03-04	

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.....	4
6.2	INSCRIPCIÓN DE LOS PARTICIPANTES Y COSTOS.....	5
6.3	DOCUMENTOS GENERADOS.....	5
7.	ÍTEM DE ENSAYO	6
7.1	DESCRIPCIÓN DEL ÍTEM.....	6
7.2	HOMOGENEIDAD Y ESTABILIDAD DEL ÍTEM DE ENSAYO.....	6
8.	DISTRIBUCIÓN Y REPOSICIÓN DEL ÍTEM 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.	EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DE LOS PARTICIPANTES	9
13.	CONSIDERACIONES ANTE LA COLUSIÓN O FALSIFICACIÓN DE RESULTADOS.....	10
14.	CONSIDERACIONES DE CONFIDENCIALIDAD	10
15.	PUBLICACIÓN DEL INFORME DE RESULTADOS.....	11
16.	OTRAS CONSIDERACIONES.....	11
17.	REFERENCIAS	11

DMIC-EA-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.01	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 3 de 11	Vigente desde: 2024-03-04	

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 sus resultados, 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 de Aptitud está dirigido a apoyar a los laboratorios e instituciones en general que realizan mediciones en la matriz de "Minerales de Wólffram" además, permitirá contar con una herramienta mediante la cual se evalúe 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

Lic. Julian Morales – Coordinador Técnico y Responsable Estadístico del Ensayo de Aptitud

Lic. Jose Luis Gonzales – Supervisor de Metrología Química

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

PERSONAL DE APOYO

Ing. Yamil Acho Sarzuri – Colaborador Técnico

Lic. Jimena Torrez - Colaborador Técnico

Lic. Gilda Cruz Ochoa - Colaborador Técnico

Lic. María Eugenia Marcelo Choqueticlla - Colaborador Técnico

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.
- 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 NB-ISO/IEC/17025:2018 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 siguiente denominación:

Código: EQ-0169.
 Matriz: Minerales de Wólfram.
 Ensayo: Determinación de Wólfram y elementos minoritarios.


Este Ensayo de Aptitud considera, dentro de su alcance, a laboratorios de ensayos, acreditados y no acreditados, que trabajan con la matriz de "Minerales de Wólfram" 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	
EQ-0169	Fecha límite de inscripción	2024-04-19	
	Envío y/o recojo del ítem de ensayo	2024-04-22	2024-04-26
	Etapas de mediciones	2024-04-29	2024-05-24
	Fecha límite de envío de resultados	2024-05-24	
	Publicación del Informe Preliminar	2024-06-07	
	Fecha límite de recepción de observaciones al Informe Preliminar	2024-06-14	
	Publicación del Informe Final	2024-06-20	

DMIC-EA-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.01	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 5 de 11	Vigente desde: 2024-03-04	

NOTA: Las fechas podrán ser reprogramadas por el organizador por causas de fuerza mayor, sin embargo, dichos cambios serán informados oportunamente.

6.2 Inscripción de los participantes y costos

Para participar, los interesados pueden inscribirse a través del formulario DMIC-EA-PE-001/F03, que será enviado por correo electrónico a todos los interesados. Dicho documento deberá ser completado con todos los datos requeridos y remitido al correo electrónico: cotizaciones@ibmetro.gob.bo, con copia a jmorales@ibmetro.gob.bo. Una vez recibido el formulario, IBMETRO enviará la cotización respectiva.

El laboratorio participante recibirá, mediante correo electrónico, su código de identificación, previo al pago y facturación del 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 será tomado de la cotización emitida a cada institución participante.

CÁLCULO: Costo total de participación en Ensayos de Aptitud = costo por parámetros a participar + costo por ítem de ensayo + gastos adicionales.

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

NOTA: 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 200

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.

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

NOTA: 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:

DMIC-EA-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.01	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 6 de 11	Vigente desde: 2024-03-04	

- Protocolo del Ensayo de Aptitud DMIC-EA-PE-001/F02
- Formulario de Inscripción DMIC-EA-PE-001/F03
- Formulario de Recepción del Ítem de Ensayo DMIC-EA-PE-001/F04
- Certificado de Participación LP-CEQ-0XXX-2024
- Formulario de Reporte de Resultados DMIC-EA-PE-001/F05
- Informe de Resultados (Final) DMIC-EA-PE-001/F06

NOTA: Toda la documentación generada por los laboratorios participantes, a solicitud de los organizadores, 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:

Tabla 2: Descripción del presente ítem de Ensayo de Aptitud.

Identificación	Matriz	Cantidad de Muestra	Parámetros
EQ-0169	Mineral de Wólfram A (Wolframita)	Aprox. 20 g	Wólfram Azufre Arsénico Estaño
EQ-0169	Mineral de Wólfram B (Scheelita)	Aprox. 20 g	Wólfram

La muestra corresponde a un solo lote de cada ítem de ensayo de aptitud proporcionado por la empresa KENNAMETAL.

Los valores de referencia y su incertidumbre serán asignados por consenso entre los laboratorios participantes, siguiendo los requisitos de las normas 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 ÍTEM DE ENSAYO

Se informará a los laboratorios inscritos, vía correo electrónico, sobre el recojo de los ítems de ensayo, los cuales serán entregados a los participantes en las instalaciones de IBMETRO en La Paz, respetando el cronograma definido.

Los ítems serán inspeccionados por personal de IBMETRO durante la entrega. Si el laboratorio participante enviara a un tercero para recoger la muestra, como un servicio de courier, debe proporcionar los siguientes datos al Coordinador Técnico:

DMIC-EA-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.01	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 7 de 11	Vigente desde: 2024-03-04	

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

Los participantes deberán informar a los organizadores sobre la recepción del ítem de ensayo a través del Formulario DMIC-EA-PE-001/F04, documento que deberá ser enviado vía correo electrónico al Coordinador Técnico del Ensayo de Aptitud en un plazo máximo de cinco (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 de que el formulario DMIC-EA-PE-001/F04 no sea completado y enviado en el tiempo establecido, IBMETRO no aceptará reclamos posteriores.
- Al momento de la entrega, el participante deberá realizar la inspección de los ítems de ensayo. En caso de detectar que alguno de ellos no se encuentra debidamente sellado o presenta algún tipo de daño, deberá informar los pormenores al personal de IBMETRO para su inmediata reposición.
- En lo referente a la entrega vía Courier, en caso de que algún ítem de ensayo presentara problemas, el participante podrá informar la situación al proveedor a través del correo electrónico jmorales@ibmetro.gob.bo. En dicho caso, se evaluará la posibilidad de una reposición, dependiendo de la disponibilidad de ítems en custodia.

NOTA: IBMETRO no se hace responsable de problemas o daños presentados en el ítem por mala disposición o manejo inadecuado por parte del participante después de su entrega.

Asimismo, IBMETRO 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 se cuente con 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 ± 5) °C y preferiblemente sin exposición a radiación solar ni a golpes. No hay requisitos especiales para la manipulación de los mismos, por lo que se recomienda tratar los ítems de ensayo como muestras de rutina.

10. MEDICIÓN Y CONSIDERACIONES DE IMPORTANCIA

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

Tabla 3: Esquema de mediciones y métodos sugeridos para los parámetros del presente Ensayo de Aptitud.

Parámetro	Unidades
Wólfram	g/100g
Azufre	mg/kg
Arsénico	mg/kg
Estaño	mg/kg

Los resultados de medición deben ser reportados en las unidades determinadas en la Tabla 3. 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-EA-PE-001/F05. Dichos documentos, deberán ser remitidos al correo electrónico jmorales@ibmetro.gob.bo 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, los organizadores enviarán un correo electrónico solicitando confirmar los valores reportados en el formulario DMIC-EA-PE-001/F05. El laboratorio participante tiene tres (3) días para confirmar los datos reportados, posteriormente, **se considerará sólo 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 documento final. No se aceptarán solicitudes de cambios en los valores reportados.

Los laboratorios participantes deben revisar el informe preliminar y hacer llegar cualquier observación a los organizadores antes de la fecha indicada en el cronograma del Ensayo de Aptitud. No se recibirán observaciones de forma posterior.

Para reportar sus resultados, el participante debe llenar el Formulario DMIC-EA-PE-001/F05, donde se incluirá la siguiente información:

- Código del participante.
- Fechas de medición.
- Valor reportado.

DMIC-EA-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.01	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 9 de 11	Vigente desde: 2024-03-04	

- Incertidumbre expandida.
- Factor de cobertura.
- Número de mediciones (réplicas).
- 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 participantes 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 interlaboratorios para conocer las características de los métodos de ensayo conforme a la Norma ISO 5725 o su equivalente.
- Datos sobre el control interno de la calidad de los procedimientos de ensayo o medida.
- Datos obtenidos de ensayos de aptitud.
- Datos o procedimientos descritos en las normas de ensayo aplicables.
- Combinar las anteriores posibilidades.

12. EVALUACIÓN 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

DMIC-EA-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.01	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 10 de 11	Vigente desde: 2024-03-04	

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

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 participantes sea la más adecuada. Si IBMETRO decidiera cambiar el criterio de evaluación, los pormenores serán comunicados oportunamente, junto a la justificación respectiva.

13. CONSIDERACIONES ANTE LA COLUSIÓN Y/O FALSIFICACIÓN DE RESULTADOS


Como aspectos relevantes para prevenir la colusión o falsificación de resultados del presente Ensayo de Aptitud, se consideran los siguientes:

- El registro de participantes es de entera responsabilidad del encargado de laboratorio u otro equivalente de cada institución.
- Al realizar el pago de la cotización por el Ensayo de Aptitud, el participante acepta un compromiso de no colusión y/o falsificación de resultados.
- Las cotizaciones enviadas a los participantes de Ensayos de Aptitud y el formulario de inscripción tienen el siguiente enunciado: "El participante se compromete a no realizar colusión con otros participantes, ni falsificar los resultados enviados al proveedor del Ensayo de Aptitud. En caso de sospecha, autorizo a IBMETRO a realizar la investigación pertinente, de acuerdo con sus procedimientos internos".
- En caso de incumplimiento al compromiso de no colusión y/o falsificación de resultados, el participante se someterá a los procedimientos internos del IBMETRO.

14. CONSIDERACIONES DE CONFIDENCIALIDAD

Los aspectos más relevantes del manejo de la confidencialidad de la información del presente Ensayo de Aptitud son los siguientes:

- 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.

DMIC-EA-PE-001/F02	FORMULARIO	
V.01	PROTOCOLO DE ENSAYOS DE APTITUD	
Página 11 de 11	Vigente desde: 2024-03-04	

- 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 de que una parte interesada (por ejemplo, una autoridad reglamentaria) solicite los resultados del ensayo de aptitud, los participantes serán notificados sobre dicha solicitud.

15. 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 página web del IBMETRO (www.ibmetro.gob.bo).

El informe final impreso puede ser solicitado en la inscripción del ensayo (el mismo tendrá un costo adicional).

16. 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.

17. 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 13528:2016. 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.
- 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