

INSTITUTO BOLIVIANO DE METROLOGÍA
IBMETRO



INFORME FINAL

ENSAYO DE APTITUD

Código: EQ-0162

**“DETERMINACIÓN DE ORO Y PLATA EN
METAL DORE”**


MATRIZ: METAL DORE

DIRECCIÓN DE METROLOGÍA
INDUSTRIAL Y CIENTÍFICA – DMIC

Gestión 2024


| | | | |
|--------------------------|--------------------------------|--------|------------|
| Elaborado por: | Julián Ernesto Morales Alarcón | Fecha: | 2024-03-08 |
| Revisado y aprobado por: | Jose Luis Gonzales Quino | Fecha: | 2024-03-11 |

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

| | | |
|---------------------------|--|---|
| DMIC-EA-PE-001/F06 | FORMULARIO |  |
| V.00 | INFORME DE RESULTADOS 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. | DESCRIPCIÓN DE LOS ÍTEMS DE ENSAYO | 4 |
| 6. | VALORES DE REFERENCIA | 4 |
| 7. | CONFIDENCIALIDAD | 5 |
| 8. | EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO | 5 |
| 9. | RESULTADOS..... | 6 |
| 9.1. | Oro en Metal Doré | 6 |
| 9.2. | Plata en Metal Doré | 8 |
| 10. | LABORATORIOS PARTICIPANTES..... | 10 |
| 11. | OBSERVACIONES GENERALES SOBRE EL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS... | 10 |
| 12. | CONCLUSIONES | 11 |
| 13. | REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA..... | 11 |

| | | |
|---------------------------|--|---|
| DMIC-EA-PE-001/F06 | FORMULARIO |  |
| V.00 | INFORME DE RESULTADOS DE ENSAYOS DE APTITUD | |
| Página 3 de 12 | Vigente desde: 2023-04-10 | |

1. INTRODUCCIÓN

IBMETRO viene organizando rondas de Ensayo de Aptitud dirigido a apoyar a los laboratorios u organismos de inspección que realizan ensayos en la matriz de Metal Dore con la finalidad de mejorar las capacidades analíticas y la gestión en organismos de inspección y laboratorios bolivianos.

Para que un laboratorio u organismo de inspección sea considerado competente es necesario que asegure la confiabilidad de sus resultados. La participación regular en programas de ensayos de aptitud es uno de los medios disponibles para que 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. 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 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 – Colaborador técnico

Lic. Jimena Torrez – Colaborador técnico

| | | |
|---------------------------|--|---|
| DMIC-EA-PE-001/F06 | FORMULARIO |  |
| V.00 | INFORME DE RESULTADOS DE ENSAYOS DE APTITUD | |
| Página 4 de 12 | Vigente desde: 2023-04-10 | |

4. OBJETIVOS

- Presentar los resultados de la evaluación del desempeño de los laboratorios participantes en el Ensayo de Aptitud EQ-0162 "DETERMINACIÓN DE ORO Y PLATA EN METAL DORE, MATRIZ: METAL DORE" que contempla los parámetros de Oro y Plata siguiendo los lineamientos establecidos en la Norma ISO/IEC 17043:2023.
- Proveer una herramienta objetiva para que los laboratorios participantes demuestren su competencia técnica ante entes acreditadores y demás partes interesadas.
- Promocionar a los Ensayos de Aptitud que organiza el IBMETRO como herramientas para el aseguramiento interno de la calidad de los organismos de evaluación de la conformidad nacionales.
- Fortalecer la infraestructura nacional de la calidad y la confianza de los usuarios de esta infraestructura.

5. DESCRIPCIÓN DE LOS ÍTEMS DE ENSAYO

| Matriz | Descripción | Cantidad | Parámetros |
|---------------|--------------------------|-----------------|-------------------|
| Metal Dore | Muestra en sobre sellado | 1 g | Oro y Plata |

Tabla 1. Descripción de los ítems de ensayo


Las muestras de Metal Doré fueron proporcionadas por la empresa INSPECCIÓN Y LABORATORIO DE CALIDAD SGLAB S.R.L. estas muestras fueron envasadas en el Laboratorio de Química de IBMETRO La Paz y usadas como ítem de ensayo.

6. VALORES DE REFERENCIA

El valor de referencia para los parámetros de Oro y Plata fue asignado por el Laboratorio de Química Inorgánica del IBMETRO.

Se determinaron los valores de referencia y las incertidumbres en los parámetros de oro y plata por Fluorescencia de Rayos X a través de un analizador portátil Thermo Scientific Niton XL3t 950 previamente calibrado con certificado LP-CIQ-0001-2024 y con codificación interna Q-EM-24.

La dispersión asignada para cada parámetro se obtuvo del modelo general de Horwitz como calculando de la siguiente manera:

| | | |
|---------------------------|--|---|
| DMIC-EA-PE-001/F06 | FORMULARIO |  |
| V.00 | INFORME DE RESULTADOS DE ENSAYOS DE APTITUD | |
| Página 5 de 12 | Vigente desde: 2023-04-10 | |

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

Dónde:

c = concentración másica del analito de interés

7. CONFIDENCIALIDAD

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

8. EVALUACIÓN DEL 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 fue evaluado mediante el "z-score".

$$z_i = \frac{y_i - y_{ref}}{\sigma_{pt}} \quad (2)$$

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.

| | | |
|---------------------------|--|---|
| DMIC-EA-PE-001/F06 | FORMULARIO |  |
| V.00 | INFORME DE RESULTADOS DE ENSAYOS DE APTITUD | |
| Página 6 de 12 | Vigente desde: 2023-04-10 | |

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

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

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

$$z'_i = \frac{y_i - y_{ref}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}} \quad (4)$$

Donde:

y_{ref} = Valor de referencia

y_i = Resultado del laboratorio

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

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

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


$$U(x_{pt}) = k * u(x_{pt}) \quad (5)$$

9. RESULTADOS

9.1. Oro en Metal Doré

| Parámetro | Valor asignado | | |
|-----------|----------------|------------------------------|----------------------------------|
| | Valor (g/100g) | Dispersión (σ_{pt}) | Incertidumbre Expandida (g/100g) |
| Oro | 84,65 | 0,92 | 0,15 |

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

| | | |
|---------------------------|--|---|
| DMIC-EA-PE-001/F06 | FORMULARIO |  |
| V.00 | INFORME DE RESULTADOS DE ENSAYOS DE APTITUD | |
| Página 7 de 12 | Vigente desde: 2023-04-10 | |

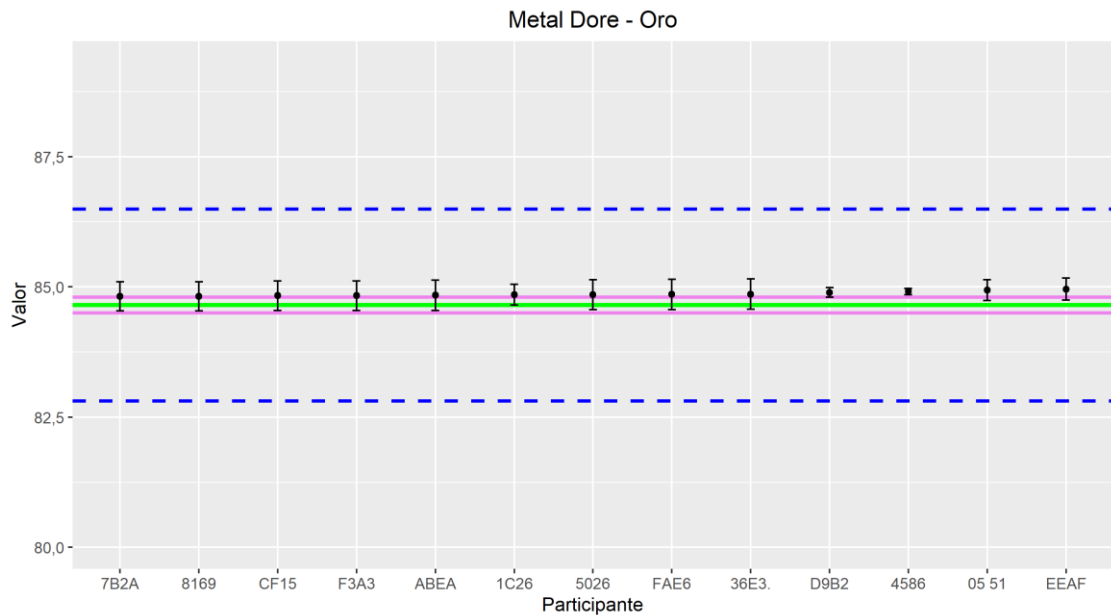


Gráfico 1. Valores reportados por los participantes (puntos negros), incertidumbres asociadas (barras negras), valor asignado (línea verde), estadístico de dispersión multiplicado por 2 ($2\sigma_{pt}$ línea segmentada azul) e incertidumbre expandida (línea violeta).

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

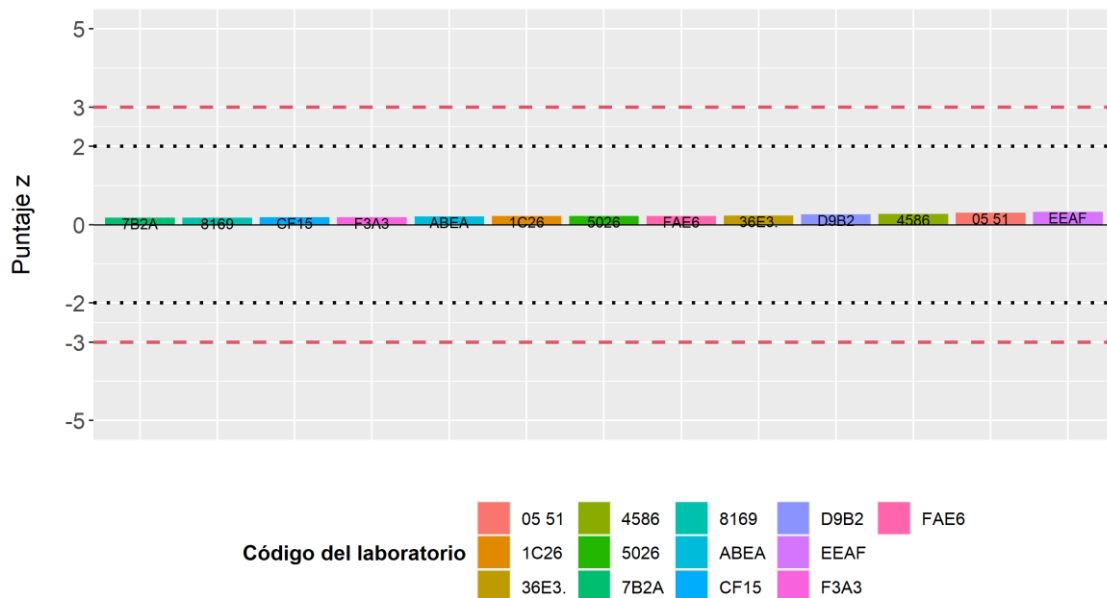



Gráfico 2. Evaluación de desempeño de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

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

| | | |
|---------------------------|--|---|
| DMIC-EA-PE-001/F06 | FORMULARIO |  |
| V.00 | INFORME DE RESULTADOS DE ENSAYOS DE APTITUD | |
| Página 8 de 12 | Vigente desde: 2023-04-10 | |


| Participante | Resultado reportado | Puntaje z | Resultado de evaluación |
|---------------------|----------------------------|------------------|--------------------------------|
| 8169 | 84,820 | 0,18 | Satisfactorio |
| 7B2A | 84,820 | 0,18 | Satisfactorio |
| CF15 | 84,830 | 0,19 | Satisfactorio |
| F3A3 | 84,830 | 0,19 | Satisfactorio |
| ABEA | 84,840 | 0,21 | Satisfactorio |
| 5026 | 84,850 | 0,22 | Satisfactorio |
| 1C26 | 84,850 | 0,22 | Satisfactorio |
| FAE6 | 84,855 | 0,22 | Satisfactorio |
| 36E3 | 84,860 | 0,23 | Satisfactorio |
| D9B2 | 84,891 | 0,26 | Satisfactorio |
| 4586 | 84,910 | 0,28 | Satisfactorio |
| 0551 | 84,935 | 0,31 | Satisfactorio |
| EAAF | 84,955 | 0,33 | Satisfactorio |

Tabla 3. Códigos de participantes, resultados reportados, estadístico de evaluación y resultado de la Evaluación de desempeño

9.2. Plata en Metal Doré

| Parámetro | Valor asignado | | |
|------------------|-----------------------|--|---|
| | Valor (g/100g) | Dispersión (σ_{pt}) | Incertidumbre Expandida (g/100g) |
| Plata | 14,04 | 0,37 | 0,14 |

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

| | | |
|---------------------------|--|---|
| DMIC-EA-PE-001/F06 | FORMULARIO |  |
| V.00 | INFORME DE RESULTADOS DE ENSAYOS DE APTITUD | |
| Página 9 de 12 | Vigente desde: 2023-04-10 | |

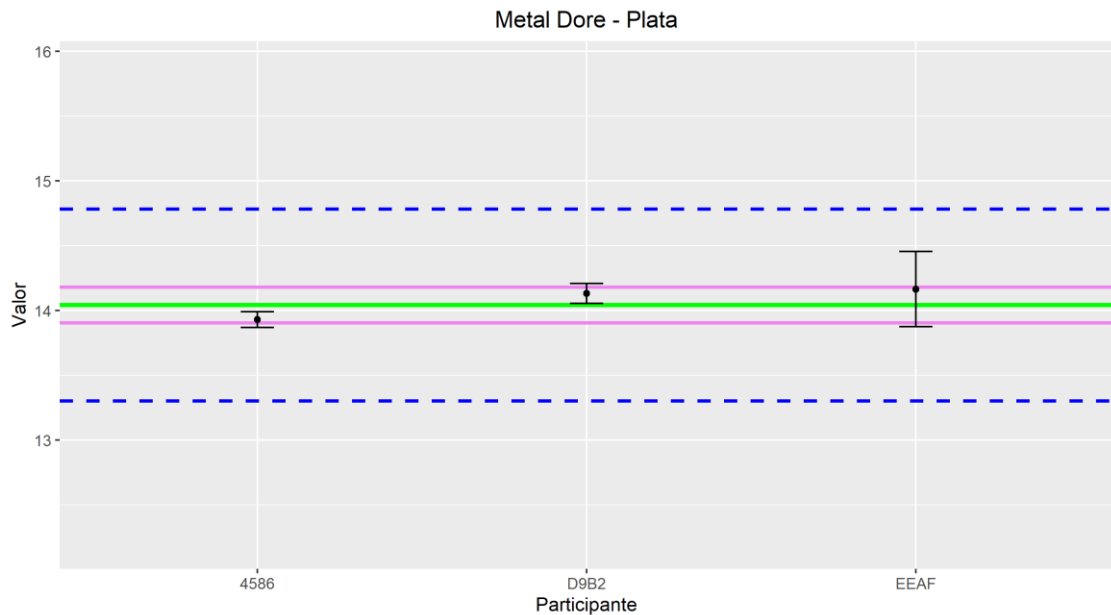


Gráfico 3. Valores reportados por los participantes (puntos negros), incertidumbres asociadas (barras negras), valor asignado (línea verde), estadístico de dispersión multiplicado por 2 ($2\sigma_{pt}$ línea segmentada azul) e incertidumbre expandida (línea violeta).

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

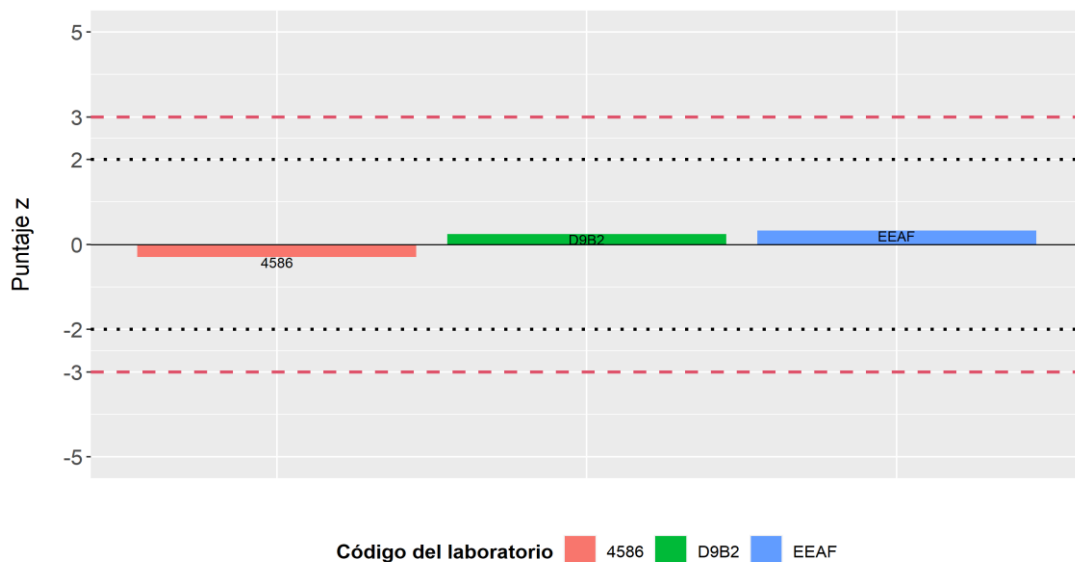



Gráfico 4. Evaluación de desempeño de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

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

| | | |
|---------------------------|--|---|
| DMIC-EA-PE-001/F06 | FORMULARIO |  |
| V.00 | INFORME DE RESULTADOS DE ENSAYOS DE APTITUD | |
| Página 10 de 12 | Vigente desde: 2023-04-10 | |

| Participante | Resultado reportado | Puntaje z | Resultado de evaluación |
|---------------------|----------------------------|------------------|--------------------------------|
| 4586 | 13,930 | -0,30 | Satisfactorio |
| D9B2 | 14,133 | 0,24 | Satisfactorio |
| EEAF | 14,165 | 0,33 | Satisfactorio |

Tabla 5. Códigos de participantes, resultados reportados, estadístico de evaluación y resultado de la Evaluación de desempeño

10. LABORATORIOS PARTICIPANTES


En este Ensayo de Aptitud se registró la participación de 5 laboratorios de diferentes departamentos de Bolivia. Es importante resaltar que la numeración de la tabla N° 6 es solamente un indicativo del número de laboratorios participantes en el presente Ensayo, no está asociada a los códigos de participación de los laboratorios.

| Nº | INSTITUCIÓN | DEPARTAMENTO |
|-----------|---|---------------------|
| 1 | CENTRO DE INVESTIGACIÓN MINERO METALÚRGICO | ORURO |
| 2 | INSPECCIÓN Y LABORATORIO DE CALIDAD SGLAB SRL | LA PAZ |
| 3 | SERVICIOS INTEGRADOS DE LABORATORIO LABSIC S.R.L. | LA PAZ |
| 4 | Noster Tec - Servicios Tecnológicos, Sociedad de Responsabilidad Limitada | LA PAZ |
| 5 | Servicio Nacional de Registro y Control de la Comercialización de Minerales y Metales - SENARECOM | LA PAZ |

Tabla 6. Participantes del Ensayo de Aptitud EQ-0162 Metal Dore.

11. OBSERVACIONES GENERALES SOBRE EL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS

- Todos los laboratorios participantes recogieron los ítems de ensayo y reportaron sus resultados en las fechas establecidas en el Protocolo, ningún laboratorio participante reportó algún inconveniente con el estado de los ítems de ensayo una vez que llegaron a sus instalaciones.
- Todos los participantes reportaron la incertidumbre estimada de sus mediciones, se recomienda a los participantes la implementación de la estimación de la incertidumbre de sus mediciones ya que la incertidumbre es un parámetro importante asociado al resultado de una medición, la cual caracteriza la dispersión de los valores que pueden ser razonablemente atribuidos al mensurando.
- Se recomienda tener en cuenta las estimaciones de la incertidumbre y su correspondiente reporte en las mediciones finales. Como regla general, cuando la incertidumbre estimada es más pequeña que la incertidumbre del valor asignado (u_{pt}) o es mayor a dos veces la desviación estándar del Ensayo de Aptitud (σ_{pt}), entonces se recomienda al participante revisar la

| | | |
|---------------------------|--|---|
| DMIC-EA-PE-001/F06 | FORMULARIO |  |
| V.00 | INFORME DE RESULTADOS DE ENSAYOS DE APTITUD | |
| Página 11 de 12 | Vigente desde: 2023-04-10 | |

causa raíz de la subestimación o sobre-estimación de la incertidumbre estimada.

12. CONCLUSIONES

- Se utilizó el puntaje z para la evaluación del desempeño, los cuales se calcularon según lo descrito en la sección 8 de este informe.
- Se logró brindar a los participantes una herramienta para evaluar su desempeño y demostrar su competencia técnica para realizar los ensayos de Oro y Plata en Metal Dore en el presente Ensayo de Aptitud.
- El diseño estadístico y los criterios de evaluación utilizados por el IBMETRO como proveedor fueron adecuados para el propósito del Ensayo de Aptitud.
- Se recomienda, cuando sea posible, el uso de materiales de referencia certificados, uso de materiales de control de calidad, entre otros, según lo recomendado en la norma ISO/IEC 17025 para el aseguramiento de la calidad de las mediciones.
- 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.
- Se recomienda realizar una evaluación del sesgo de las mediciones con el fin de tomar acciones de mejora que puedan ayudar a corregir los errores sistemáticos asociados a una medición.
- Se recomienda la participación rutinaria en Rondas de Ensayos de Aptitud con el fin de demostrar su mejora o para demostrar la permanencia de su buen desempeño. La Unidad de Metrología Química y el Comité Científico Técnico agradecen el interés y la colaboración de los participantes en la realización de este Ensayo de Aptitud.


13. REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA

ISO/IEC 17043:2023. "Conformity assessment – General requirements for the competence of proficiency testing providers".

ISO 13528:2022. "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons"

NB/ISO/IEC 17025:2018. "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración".

Thompson, M., Ellison, S. L., & Wood, R. (2006). The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories (IUPAC Technical Report). Pure and Applied Chemistry, 78(1), 145-196

| | | |
|---------------------------|--|---|
| DMIC-EA-PE-001/F06 | FORMULARIO |  |
| V.00 | INFORME DE RESULTADOS DE ENSAYOS DE APTITUD | |
| Página 12 de 12 | Vigente desde: 2023-04-10 | |

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 35:2017. "Reference Material – General and Statistical Principles for Certification"