

2006-10-25

GUÍA PARA EL USO DE ESTIMADOS DE REPETIBILIDAD, REPRODUCIBILIDAD Y VERACIDAD EN LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN



E: GUIDANCE FOR THE USE OF REPEATABILITY,
REPRODUCIBILITY AND TRUENESS ESTIMATES IN
MEASUREMENT UNCERTAINTY ESTIMATION

CORRESPONDENCIA: esta norma es una adopción idéntica
(IDT) por traducción de la norma
ISO/TS 21748:2004.

DESCRIPTORES: métodos estadísticos - estimación de
la incertidumbre; métodos estadísticos -
repetibilidad; métodos estadísticos -
veracidad.

I.C.S.: 17.020

Editada por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC)
Apartado 14237 Bogotá, D.C. - Tel. (571) 6078888 - Fax (571) 2221435

PRÓLOGO

El Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, **ICONTEC**, es el organismo nacional de normalización, según el Decreto 2269 de 1993.

ICONTEC es una entidad de carácter privado, sin ánimo de lucro, cuya Misión es fundamental para brindar soporte y desarrollo al productor y protección al consumidor. Colabora con el sector gubernamental y apoya al sector privado del país, para lograr ventajas competitivas en los mercados interno y externo.

La representación de todos los sectores involucrados en el proceso de Normalización Técnica está garantizada por los Comités Técnicos y el período de Consulta Pública, este último caracterizado por la participación del público en general.

La GTC 142 fue ratificada por el Consejo Directivo del 2006-10-25

Esta guía está sujeta a ser actualizada permanentemente con el objeto de que responda en todo momento a las necesidades y exigencias actuales.

A continuación se relacionan las empresas que colaboraron en el estudio de esta guía a través de su participación en el Comité Técnico 4 Aplicación de métodos estadísticos.

COMPAÑÍA COLOMBIANA DE CERÁMICAS S.A.,
–COLCERÁMICA–
COMPAÑÍA NACIONAL DE CHOCOLATES S.A.
ELGMA SISTEMAS DE COLOMBIA LTDA. –
ELGSIS LTDA–
GLOBAL PLASTIK S.A.
INDEPENDIENTE - HERNÁN DARÍO ÁLZATE
INDEPENDIENTE - JULIO GARCÍA SAMPEDRO
INSTITUTO COLOMBIANO AGROPECUARIO,
–ICA–

INSTITUTO DE SEGUROS SOCIALES EPS
INTRA-MAR SHIPPING S.A.
PROFESIONALES CONTABLES EN
ASESORÍA EMPRESARIAL Y DE
INGENIERÍA LTDA. –PROASEM LTDA–
SIKA COLOMBIA S.A.
UNIVERSIDAD MANUELA BELTRÁN
UNIVERSIDAD PEDAGÓGICA NACIONAL

Además de las anteriores, en Consulta Pública el Proyecto se puso a consideración de las siguientes empresas:

ACERÍAS DE CALDAS S.A., – ACASA–
ACERÍAS PAZ DEL RÍO S.A.
ALMACENAMIENTO Y TRANSPORTE
ESPECIALIZADO LTDA, –ALTE LTDA–
ALPINA PRODUCTOS ALIMENTICIOS S.A.
ANHÍDRIDOS Y DERIVADOS DE
COLOMBIA S.A. –ANDERCOL–
ASEO TÉCNICO S.A.
ASOCOLCAUCHOS
ASOCRETO
ATLANTIC MINERALS AND PRODUCTS
CORPORATION
ATOFINA COLOMBIA S.A.
BAVARIA S.A.

CABLES DE ENERGÍA Y DE
TELECOMUNICACIONES S.A., –CENTELSA–
CALZADO ATLAS S.A.
CARBOQUÍMICA S.A.
CARULLA VIVERO S.A.
CEMENTOS DEL VALLE S.A.
CENTRO TECNOLÓGICO PARA LAS
INDUSTRIAS DEL CALZADO, CUERO Y
AFINES, CEINNOVA
CHALLENGER S.A.
CHICLE ADAMS S.A.
CODENSA S.A. ESP
COLOMBIANA DE AUTO PARTES S.A.

COLOMBIANA DE EXTRUSIÓN S.A., –
EXTRUCOL–
COMPAÑÍA COLOMBIANA DE TABACO S.A.,
–COLTABACO–
COMPAÑÍA DE GALLETAS NOEL S.A.
COMPAÑÍA NACIONAL DE LEVADURAS –
LEVAPÁN S.A.–
CONCONCRETO S.A.
–CORPACERO,– CORPORACIÓN DE
ACERO
–COTECMAR– (CORPORACIÓN DE
CIENCIA Y
CRISTALERÍA PELDAR S.A.
CYGA
ECSI S.A.
EDITORIAL VOLUNTAD S.A.
ELECTROMANUFACTURAS S.A.
ELGMA SISTEMAS DE COLOMBIA LTDA
EMPRESA COLOMBIANA DE
PETRÓLEOS S.A., –ECOPETROL–
EMPRESA DE ACUEDUCTO Y
ALCANTARILLADO DE BOGOTÁ ESP
EMPRESAS PÚBLICAS DE MEDELLÍN S.A.
ESP
ESCOBAR Y MARTÍNEZ S.A.
ESCUELA COLOMBIANA DE INGENIERÍA
ETERNA S.A.
EXTRUCOL S.A.
EXXON MOBIL DE COLOMBIA S.A.
FINCA S.A.
FRIGORÍFICO GUADALUPE S.A.
FRIGORÍFICO SUIZO S.A.
FUNDACIÓN CENTRO DE CALIDAD Y
METROLOGÍA
–INALCEC– CORPORACIÓN INSTITUTO
NACIONAL DE CONSULTORÍA EN
CALIDAD
INDEPENDIENTE – JAIRO ÁNGEL
INDUSTRIA COLOMBIANA DE ELECTRÓNICOS
Y ELECTRODOMÉSTICOS S.A. –INCELT S.A.–
INDUSTRIA COLOMBIANA DE LLANTAS S.A.
–ICOLLANTAS–
INDUSTRIA DE ALIMENTOS ZENU S.A.
INDUSTRIA FARMACÉUTICA SYNTOFARMA S.A.
INDUSTRIAS ALIADAS S.A.
INDUSTRIAS HUMCAR LTDA.
INGENIERÍA DE DESARROLLO Y
TECNOLOGÍA, IDT LTDA.
INGENIO PICHICHÍ S.A.
INSTITUTO COLOMBIANO DE
PRODUCTORES DE CEMENTO, –ICPC–
INVESA S.A.
IVONNE BERNIER LABORATORIO LTDA.
LARKIN LTDA.

LHAURAVET LTDA
MATRICES, TROQUELES Y MOLDES CIA
LTDA.
MERCADEO DE ALIMENTOS DE
COLOMBIA S.A., MEALS S.A.
METALÚRGICA CONSTRUCOL COLOMBIA S.A.,
–METACOL–
MINERALES INDUSTRIALES S.A.
MOLINO EL LOBO LTDA.
MONÓMEROS COLOMBO VENEZOLANOS E.M.A.
NCR COLOMBIA LTDA
NUTRIANÁLISIS LTDA
PAPELERÍA MÓNACO LTDA.
PARABOR COLOMBIA LTDA.
PETROQUÍMICA COLOMBIANA S.A.
POSTOBÓN S.A.
PRODUCTORES DE ENVASES
FARMACÉUTICOS S.A., –PROENFAR–
PROFESIONALES CONTABLES EN
ASESORÍA EMPRESARIAL Y DE
INGENIERÍA LTDA, –PROASER LTDA–
PROFICOL S.A.
RAZA S.A.
RENTASISTEMAS LTDA
SCHNEIDER ELECTRIC DE COLOMBIA S.A.
SENA CENTRO NACIONAL DE LA
MADERA
SENA CENTRO NACIONAL TEXTIL
SENA REGIONAL BOGOTÁ
SHELL COLOMBIA S.A.
SIEMENS S.A.
SOCIEDAD DE ACUEDUCTO
ALCANTARILLADO Y ASEO DE B/QUILLA
E.S.P. - TRIPLE A
SYNGENTA S.A.
TECNOLOGÍA EMPRESARIAL DE
ALIMENTOS S.A.
TECNOLOGÍA PARA EL DESARROLLO
DE LA INDUSTRIA NAVAL, MARÍTIMA Y
FLUVIAL)
THOMAS GREG & SONS DE COLOMBIA S.A.
– IMPRESOR DE VALORES–
TRANSPORTES VIGÍA S.A.
UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA
UNIVERSIDAD DE BOYACÁ – UNIBOYACÁ–
UNIVERSIDAD DEL VALLE
UNIVERSIDAD JORGE TADEO LOZANO
UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
SEDE-MEDELLIN
UNIVERSIDAD NACIONAL DE
COLOMBIA, BOGOTÁ - REVISTA
COLOMBIANA DE ESTADÍSTICA

ICONTEC cuenta con un Centro de Información que pone a disposición de los interesados normas internacionales, regionales y nacionales y otros documentos relacionados.

DIRECCIÓN DE NORMALIZACIÓN

CONTENIDO

	Página
0. INTRODUCCIÓN	1
1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN	1
2. REFERENCIAS NORMATIVAS	2
3. TÉRMINOS Y DEFINICIONES	2
4. SÍMBOLOS	5
5. PRINCIPIOS	
5.1 RESULTADOS INDIVIDUALES Y DESEMPEÑO DEL PROCESO DE MEDICIÓN...	8
5.2 APLICABILIDAD DE LOS DATOS DE REPRODUCIBILIDAD	8
5.3 ECUACIONES BÁSICAS PARA EL MODELO ESTADÍSTICO	8
5.4 DATOS DE REPETIBILIDAD	10
6. EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE USANDO ESTIMADOS DE REPRODUCIBILIDAD Y VERACIDAD	10
6.1 PROCEDIMIENTO PARA EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN	10
6.2 DIFERENCIAS ENTRE LA PRECISIÓN ESPERADA Y LA REAL	11
7. DETERMINACIÓN DE LA PERTINENCIA DE LOS DATOS DE DESEMPEÑO	11
7.1 GENERALIDADES	11
7.2 DEMOSTRACIÓN DEL CONTROL DEL COMPONENTE DE SESGO DEL LABORATORIO	11

7.3	VERIFICACIÓN DE LA REPETIBILIDAD	14
7.4	VERIFICACIÓN CONTINUA DEL DESEMPEÑO	14
8.	DETERMINACIÓN DE LA PERTINENCIA PARA EL ELEMENTO DE ENSAYO	15
8.1	GENERALIDADES	15
8.2	MUESTREO	15
8.3	PREPARACIÓN Y PRE-TRATAMIENTO DE LA MUESTRA	15
8.4	CAMBIOS EN EL TIPO DE ELEMENTO DE ENSAYO	16
8.5	VARIACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CON EL NIVEL DE RESPUESTA.....	16
9.	FACTORES ADICIONALES	17
10.	EXPRESIÓN GENERAL DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR COMBINADA	17
11.	PRESUPUESTOS DE INCERTIDUMBRE BASADOS EN DATOS DE ESTUDIOS COLABORATIVOS	18
12.	EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE UN RESULTADO COMBINADO	19
13.	EXPRESIÓN DE LA INFORMACIÓN SOBRE INCERTIDUMBRE	20
13.1	EXPRESIÓN GENERAL	20
13.2	SELECCIÓN DEL FACTOR DE COBERTURA	20
14.	COMPARACIÓN DE LAS CIFRAS DE DESEMPEÑO DEL MÉTODO Y DATOS DE INCERTIDUMBRE	21
14.1	SUPOSICIONES BÁSICAS PARA LA COMPARACIÓN.....	21
14.2	PROCEDIMIENTO DE COMPARACIÓN	21

14.3	RAZONES PARA LAS DIFERENCIAS	22
------	------------------------------------	----

ANEXOS

ANEXO A (Informativo)	
ENFOQUES PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE.....	23

ANEXO B (Informativo)	
EVALUACIÓN DE INCERTIDUMBRE EXPERIMENTAL	29

ANEXO C (informativo)	
EJEMPLOS DE CÁLCULOS DE INCERTIDUMBRES	30

TABLAS

Tabla 1. Contribuciones de la incertidumbre independientes de la respuesta	18
--	----

Tabla 2. Contribuciones de la incertidumbre dependientes de la respuesta.....	19
---	----

Tabla C.1 Presupuesto de incertidumbre para contenido en la carne	34
---	----

BIBLIOGRAFÍA.....	35
-------------------	----

GUÍA PARA EL USO DE ESTIMADOS DE REPETIBILIDAD, REPRODUCIBILIDAD Y VERACIDAD EN LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN

0. INTRODUCCIÓN

Para los propósitos de esta norma se ha incluido la definición 3.15 con base en el documento [24] referenciado en la Bibliografía. También se incluyeron las normas nacionales idénticas a las internacionales que se referencian en este documento.

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

El presente documento brinda orientación sobre:

- la evaluación de las incertidumbres de la medición usando datos obtenidos de estudios realizados de acuerdo con la NTC 3529-2 (ISO 5725-2).
- la comparación de resultados de estudios colaborativos, con la incertidumbre de la medición obtenida usando principios formales de propagación de la incertidumbre (véase el numeral 14).

La NTC 3529-3 (ISO 5725-3) proporciona modelos adicionales para estudios de precisión intermedia. Sin embargo, mientras que el mismo enfoque general se puede aplicar al uso de estos modelos extendidos, la evaluación de la incertidumbre usando estos modelos no se incluye en el presente documento.

Este documento es aplicable en todos los campos de la medición y ensayo en donde se debe determinar una incertidumbre asociada con un resultado.

Este documento no describe la aplicación de los datos de repetibilidad en ausencia de datos de reproducibilidad.

Este documento supone que los efectos sistemáticos reconocidos y no significativos se corrigen ya sea aplicando una corrección numérica como parte del método de medición, o mediante investigación o eliminación de la causa del efecto.

Las recomendaciones de este documento son principalmente para orientación. Se reconoce que aunque las recomendaciones presentadas constituyen un método válido para la evaluación de la incertidumbre para muchos propósitos, también es posible adoptar otros métodos adecuados.

En general, las referencias a los resultados, métodos y procesos de la medición en este documento se entienden normalmente que hacen referencia también a resultados, métodos y procesos de ensayo.

2. REFERENCIAS NORMATIVAS

Los siguientes documentos normativos referenciados son indispensables para la aplicación de este documento normativo. Para referencias fechadas, se aplica únicamente la edición citada. Para referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento normativo referenciado (incluida cualquier corrección).

NTC 2062-1, Estadísticas. Vocabulario y símbolos. Parte 1. Términos relativos a probabilidades y estadística general. (ISO 3534-1 *Statistics. Vocabulary and Symbols. Part 1: Probability and General Statistical Terms*).

NTC 3529-3, Exactitud -veracidad y precisión- de los métodos de medición y de los resultados. Parte 1: Principios generales y definiciones (ISO 5725-3:1994, *Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results. Part 3: Intermediate Measures of the Precision of a Standard Measurement*).

3. TÉRMINOS Y DEFINICIONES

Para los propósitos de este documento, se aplican los siguientes términos y definiciones. Además, se hace referencia a “condiciones de precisión intermedia” que se discuten en detalle en la NTC 3529-3 (ISO 5725-3).

3.1 Sesgo (*Bias*). Diferencia entre el valor esperado (esperanza matemática) de los resultados de ensayo y un valor de referencia aceptado.

NOTA El sesgo es el error sistemático total en contraste con el error aleatorio. Puede haber uno o más componentes de errores sistemáticos que contribuyen al sesgo. Una diferencia sistemática mayor que el valor de referencia aceptado se refleja en un valor de sesgo más grande.

[NTC 2062-1 (ISO 3534-1)]

3.2 Incertidumbre estándar combinada, $u(y)$ (*Combined Standard Uncertainty*). Incertidumbre estándar del resultado de una medición cuando el resultado se obtiene a partir de los valores de algunas otras magnitudes, igual a la raíz cuadrada positiva de una suma de términos, siendo estos términos las varianzas y covarianzas de estas otras magnitudes ponderadas de acuerdo cómo el resultado de la medición varía con respecto a cambios en estas magnitudes.

[GTC 51(GUM)]

3.3 Factor de cobertura, k (*Coverage Factor*). Factor numérico usado como un multiplicador de la incertidumbre estándar combinada con el propósito de obtener una incertidumbre expandida

NOTA Un factor de cobertura k normalmente toma valores en el intervalo de 2 a 3.

[GUM – GTC 51]

3.4 Incertidumbre expandida U (*Expanded Uncertainty*). Cantidad que define un intervalo alrededor de un resultado de una medición que se espera que incluya una gran fracción de la distribución de valores que se pueden atribuir razonablemente a la magnitud objeto de medición.

NOTA 1 La fracción se puede considerar como la probabilidad de cobertura o el nivel de confianza del intervalo.

NOTA 2 Para asociar un nivel específico de confianza con el intervalo definido por la incertidumbre expandida, se requieren suposiciones explícitas o implícitas concernientes a la distribución de probabilidad caracterizada por el resultado de la medición y su incertidumbre estándar combinada. El nivel de confianza que se puede atribuir a este intervalo se puede conocer solamente en la medida en que estas suposiciones se puedan justificar.

NOTA 3 La incertidumbre expandida se denomina incertidumbre total en la Recomendación INC-1 (1980), numeral 5.

[GTC 51 (GUM)]

3.5 Precisión (*Precision*). Cercanía de la concordancia entre resultados de ensayo independientes obtenidos bajo condiciones estipuladas.

NOTA 1 La precisión depende de la distribución de los errores aleatorios y no se relaciona con el valor real o valor especificado.

NOTA 2 La medida de la precisión se expresa usualmente en términos de imprecisión y se calcula como una desviación estándar de los resultados de ensayo. Una menor precisión se refleja mediante una mayor desviación estándar.

NOTA 3. “Resultados de ensayo independientes” significa que los resultados se han obtenido de manera que no estén influenciados por cualquier resultado previo, sobre el mismo objeto de ensayo o sobre uno similar. Las medidas cuantitativas de precisión dependen en forma crítica de las condiciones establecidas. Las condiciones de repetibilidad y reproducibilidad son ejemplos particulares de condiciones extremas establecidas.

[NTC 2062-1 (ISO 3534-1)]

3.6 Repetibilidad (*Repeatability*). Precisión en condiciones de repetibilidad, es decir, condiciones en donde se obtienen resultados independientes con el mismo método, sobre elementos de ensayo idénticos, en el mismo laboratorio, por el mismo operador, usando el mismo equipo, dentro de cortos intervalos de tiempo.

[NTC 2062-1 (ISO 3534-1)]

3.7 Desviación estándar de repetibilidad (*Repeatability Standard Deviation*). Desviación estándar de los resultados de ensayo obtenidos bajo condiciones de repetibilidad.

NOTA Esta es una medida de la dispersión de la distribución de los resultados de ensayo bajo condiciones de repetibilidad. En forma similar, “varianza de repetibilidad” y “coeficiente de variación de la repetibilidad” se pueden definir y usar como medidas de la dispersión de los resultados de ensayo bajo condiciones de repetibilidad.

[NTC 2062-1 (ISO 3534-1)]

3.8 Reproducibilidad (*Reproducibility*). Precisión bajo condiciones de reproducibilidad, es decir, condiciones donde se obtienen resultados de ensayos con el mismo método en elementos de ensayo idénticos en diferentes laboratorios con diferentes operadores usando diferentes equipos.

NOTA Una declaración válida de la reproducibilidad exige la especificación de las condiciones cambiadas. La reproducibilidad se puede expresar cuantitativamente en términos de la dispersión de los resultados.

[NTC 2062-1 (ISO 3534-1)]

3.9 Desviación estándar de reproducibilidad (*Reproducibility Standard Deviation*).

Desviación estándar de los resultados de ensayo obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad.

NOTA Esta es una medida de la dispersión de la distribución de los resultados de ensayo bajo condiciones de reproducibilidad. En forma similar, “varianza de reproducibilidad” y “coeficiente de variación de reproducibilidad” se pueden definir y usar como medidas de la dispersión de los resultados de ensayo bajo condiciones de reproducibilidad.

[NTC 2062-1 (ISO 3534-1)].

3.10 Incertidumbre estándar, $u(x_i)$ (*Standard Uncertainty*). Incertidumbre del resultado de una medición, expresada como una desviación estándar.

[GTC 51 (GUM)]

3.11 Veracidad (*Trueness*). Cercanía de la concordancia entre el valor promedio obtenido de un gran número de resultados de ensayo y un valor de referencia aceptado.

NOTA La medida de la veracidad se suele expresar en términos de sesgo. La referencia a la veracidad como a la “exactitud del promedio” no se recomienda generalmente.

[NTC 2062-1 (ISO 3534-1)]

3.12 Incertidumbre (*Uncertainty*). <Medición> Parámetro asociado con el resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que se podrían atribuir razonablemente a la magnitud objeto de medición.

NOTA 1 El parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación estándar (o un múltiplo dado de ella), o la mitad del ancho de un intervalo que tiene un nivel de confianza establecido.

NOTA 2 La incertidumbre de la medición comprende, en general, muchos componentes. Algunos de estos se pueden evaluar a partir de la distribución estadística de los resultados de una serie de mediciones, y se puede caracterizar por desviaciones estándar experimentales. Otros componentes, que también se pueden caracterizar por desviaciones estándar, se evalúan a partir de distribuciones de probabilidad supuestas basadas en la experiencia u otra información.

NOTA 3 Se comprende que el resultado de la medición es el mejor estimado del valor de la magnitud por medir, y que todos los componentes de la incertidumbre, incluidos los que surgen de efectos sistemáticos tales como los componentes asociados con correcciones y patrones de referencia, contribuyen a la dispersión.

[GTC 51 (GUM)]

3.13 Presupuesto de incertidumbre (*Uncertainty Budget*). Lista de fuentes de incertidumbre y sus incertidumbres estándar asociadas, recopilada con el objeto de evaluar una incertidumbre estándar combinada asociada con el resultado de una medición.

NOTA La lista incluye con frecuencia información adicional como por ejemplo coeficientes de sensibilidad (tasa de cambio del resultado con el cambio en la cantidad que afecta el resultado), grados de libertad para cada incertidumbre estándar, y una identificación de los medios para evaluar cada incertidumbre estándar en términos de una evaluación Tipo A o B.

3.15 estudio colaborativo (*Collaborative Study*). Análisis de una misma muestra con un mismo método para determinar las características de funcionamiento del método. El estudio cubre el error aleatorio de medición y el sesgo de laboratorio.

[24]

4. SÍMBOLOS

a	coeficiente que indica una intersección en la relación empírica $\hat{s}_R = a + bm$
B	Componente del sesgo del laboratorio
b	coeficiente que indica una pendiente en la relación empírica $\hat{s}_R = a + bm$
c	coeficiente en la relación empírica $\hat{s}_R = cm^d$
c_i	coeficiente de sensibilidad $\partial y / \partial x_i$
d	coeficiente que indica un exponente en la relación empírica $\hat{s}_R = cm^d$
e	error residual aleatorio
e_r	error residual aleatorio en condiciones de repetibilidad
k	factor numérico usado como multiplicador de la incertidumbre estándar combinada u para obtener una incertidumbre expandida U
l	número de laboratorio
m	valor medio de las mediciones
N	número de contribuciones incluidas en los cálculos de incertidumbre combinada
n'	número de contribuciones incorporadas en los cálculos de incertidumbre combinada además de los datos de los estudios colaborativos
n_l	número de réplicas a un nivel por el laboratorio l
n_r	número de réplicas de mediciones
p	número de laboratorios
Q	número de elementos de ensayo de un lote más grande
q	número de valores asignados por consenso durante un estudio colaborativo
r_{ij}	coeficiente de correlación entre x_i y x_j en el rango de -1 a $+1$
s_b	componente de varianza entre grupos expresada como una desviación estándar
s_b^2	componente de varianza entre grupos
s_D	desviación estándar estimada o experimental de los resultados obtenidos por medición repetida en un material de referencia usado verificar el control del sesgo.
s_i	desviación estándar de repetibilidad con v_i grados de libertad

s_{inh}	incertidumbre asociada con la no homogeneidad de la muestra
s_{inh}^2	componente de varianza asociado con la no homogeneidad de la muestra
s_L	desviación estándar interlaboratorio estimada o experimental
\hat{s}_L	incertidumbre ajustada asociada con B , en donde la contribución depende de la respuesta
s_L^2	varianza estimada de B
s_r	desviación estándar intralaboratorio
\hat{s}_r	estimado ajustado de la desviación estándar interlaboratorio, en donde la contribución depende de la respuesta
s_r^2	varianza estimada de e_r
s_R	desviación estándar de reproducibilidad estimada
s'_R	estimado ajustado de la desviación estándar de reproducibilidad
\hat{s}_R	desviación estándar de reproducibilidad ajustada calculada de un modelo empírico, en donde las contribuciones dependen de la respuesta
s_w	desviación estándar intralaboratorio derivada de las réplicas u otros estudios de repetibilidad
s_w^2	componente de varianza intragrupo (con frecuencia un componente de varianza intralaboratorio)
$s(\Delta_y)$	desviación estándar de laboratorio de las diferencias durante una comparación de un método de rutina con un método definitivo.
x_i	valor del valor de entrada <i>iésimo</i> en la determinación de un resultado.
x'_i	desviación del valor de entrada <i>iésimo</i> del valor nominal del x .
x_j	el <i>jésimo</i> valor de entrada en la determinación de un resultado
$u(\hat{\delta})$	incertidumbre asociada con δ debido a la incertidumbre de estimar δ midiendo un material de medición de referencia o un material de referencia con un valor certificado $\hat{\mu}$
$u(\hat{\mu})$	incertidumbre estándar combinada asociada con el valor certificado $\hat{\mu}$
$u(y)$	incertidumbre estándar combinada asociada con y , en donde $u(y) = \sqrt{\sum_{i=1,n} c_i^2 u^2(x_i)}$

$u(y)$	incertidumbre combinada para el resultado $Y = f(y_1, y_2)$ donde $u(y) = \sqrt{\sum_i [c_i u(y_i)]^2}$
$u^2(y)$	incertidumbre estándar combinada asociada con y , expresada como una varianza
u_{inh}	incertidumbre asociada con la no homogeneidad de la muestra
U	incertidumbre expandida, igual a k veces la incertidumbre estándar u
$U(y)$	incertidumbre expandida en y en donde $U(y) = k u(y)$, en donde k es un factor de cobertura
y_i	resultado para el elemento de ensayo i del método definitivo durante una comparación de los métodos
\hat{y}_i	resultado para el elemento de ensayo i del método de ensayo de rutina durante una comparación de los métodos
y_0	valor asignado para el ensayo de competencia
$?$	sesgo del laboratorio
Δ_l	estimado del sesgo del laboratorio l , igual a la media de laboratorio, m menos el valor certificado, $\hat{\mu}$
$\bar{\Delta}_y$	sesgo de la media de laboratorio durante una comparación de un método de rutina con un método definitivo.
δ	sesgo intrínseco al método de medición utilizado
$\hat{\delta}$	sesgo estimado o medido
μ	expectativa desconocida del resultado ideal
$\hat{\mu}$	valor certificado de un material de referencia
σ_0	desviación estándar para el ensayo de competencia
σ_D	valor real de la desviación estándar de los resultados obtenidos por mediciones repetidas en un material de referencia usado para verificar el control del sesgo
σ_L	desviación estándar interlaboratorio; desviación estándar de B
σ_L^2	varianza de B ; varianza interlaboratorio
σ_r	desviación estándar intralaboratorio; desviación estándar de e_r
σ_r^2	varianza de e_r ; varianza intralaboratorio

σ_w	desviación estándar en el grupo
σ_{w0}	desviación estándar requerida para el desempeño suficiente (Guía ISO 33)
ν_{eff}	grados eficaces de libertad para la desviación estándar de, o la incertidumbre asociada con el valor de entrada x_i
ν_i	número de grados de libertad

5. PRINCIPIOS

5.1 RESULTADOS INDIVIDUALES Y DESEMPEÑO DEL PROCESO DE MEDICIÓN

5.1.1 La incertidumbre de la medición se relaciona con los resultados individuales. La repetibilidad, la reproducibilidad y el sesgo, por contraste, se relacionan con el desempeño de un proceso de medición o ensayo. Para estudios con base en todas las partes de la NTC 3529 (ISO 5725), el proceso de ensayo o medición será un solo método de medición utilizado por todos los laboratorios que toman parte en el estudio. Observe que para los propósitos de este documento, se supone que el método de medición se va a implementar mediante un solo procedimiento detallado (como se define en el Vocabulario Internacional de Términos Generales y Básicos de Metrología). Está implícito en este documento técnico que las cifras de desempeño del proceso derivadas de los estudios sobre desempeño del método son pertinentes a todos los resultados de medición individuales producidos por el proceso. Se verá que esta suposición requiere evidencia de apoyo en forma de datos de aseguramiento y control de calidad apropiados para el proceso de medición (véase el numeral 7).

5.1.2 Se verá en seguida que las diferencias entre los elementos de ensayos individuales pueden necesitar tenerse en cuenta adicionalmente, pero con la advertencia de que es innecesario realizar estudios de incertidumbre individuales y detallados para cada elemento del ensayo, para un proceso de medición bien caracterizado y bien estable.

5.2 APLICABILIDAD DE LOS DATOS DE REPRODUCIBILIDAD

La aplicación de los principios de este documento se basa en dos principios:

- Primero, la desviación estándar de reproducibilidad obtenida en un estudio colaborativo es una base válida para la evaluación de la incertidumbre de la medición (véase el literal A.2.1).
- Segundo, se debe demostrar que los efectos no observados dentro del contexto del estudio colaborativo son significativos o se deben tolerar explícitamente. El último principio se implementa mediante una extensión del modelo básico usado para el estudio colaborativo (véase el literal A.2.3).

5.3 ECUACIONES BÁSICAS PARA EL MODELO ESTADÍSTICO

5.3.1 El modelo estadístico en el que se basa esta guía se formula como en la ecuación (1):

$$y = \mu + \delta + B + \sum c_i x'_i + e \quad (1)$$

en donde

y	es un resultado observado que se supone se calcula de la ecuación: $y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$
μ	es la esperanza (desconocida) de resultados ideales.
δ	es un término que representa el sesgo intrínseco al método de medición.
B	es el componente de sesgo del laboratorio
x'_i	es la desviación del valor nominal de x_i
c_i	es el coeficiente de sensibilidad, igual a $\delta y / \delta x_i$
e	es el término de error residual.

Se supone que B y e tienen distribución normal, con esperanza cero y una varianza de σ_L^2 y σ_r^2 , respectivamente. Estos términos forman el modelo usado en la NTC 3529-2 (ISO 5725-2) para el análisis de los datos de estudios colaborativos.

Ya que las desviaciones estándar observadas del sesgo del método, δ , el sesgo de laboratorio, B , y el error residual, e , son medidas totales de dispersión en las condiciones del estudio colaborativo, la sumatoria $\sum c_i x'_i$ recae sobre estos efectos sujetos a desviaciones diferentes de las incorporadas en δ , B , o e , y en consecuencia la sumatoria suministra un método para incorporar los efectos de las operaciones que no se llevan a cabo en el curso de un estudio colaborativo.

Los ejemplos de estas operaciones incluyen los siguientes:

- Preparación del elemento de ensayo realizado en la práctica para cada elemento de ensayo, pero realizado antes de la circulación en el caso de un estudio colaborativo.
- Los efectos del submuestreo en la práctica cuando los elementos de ensayo sometidos a un ensayo colaborativo fueron, como es común, homogeneizados antes del estudio. Los x'_i se supone que tienen distribución normal con esperanza cero y varianza $u^2(x_i)$.

La razón fundamentada para este modelo se presenta en detalle en el Anexo A, a manera de información.

NOTA El error se define generalmente como la diferencia entre un valor de referencia y un resultado. En el GUM, "error" (un valor) se diferencia claramente de la "incertidumbre" (una dispersión de los valores). Sin embargo, en la estimación de la incertidumbre es importante caracterizar la dispersión debida a efectos aleatorios e incluirlos en un modelo explícito. Para el propósito actual, esto se logra incluyendo los "términos de error" con esperanza cero como en la ecuación 1 anterior.

5.3.2 Dado el modelo descrito en la ecuación 1, la incertidumbre $u(y)$ asociada con una observación se puede estimar usando la ecuación 2.

$$u^2(y) = u^2(\hat{\delta}) + s_L^2 + \sum c_i^2 u^2(x_i) + s_r^2 \quad (2)$$

en donde

s_L^2 es la varianza estimada de B

s_r^2 es la varianza estimada de e

$u(\hat{\delta})$ es la incertidumbre asociada con δ debido a la incertidumbre de estimar δ midiendo un estándar de medición de referencia o un material de referencia con un valor certificado $\hat{\mu}$.

$u(x_i)$ es la incertidumbre asociada con x_i'

Dado que la desviación estándar de reproducibilidad s_R está dada por $s_R^2 = s_L^2 + s_r^2$, s_R^2 se puede sustituir por $s_L^2 + s_r^2$ y la ecuación (2) se reduce a la ecuación (3):

$$u^2(y) = u^2(\hat{\delta}) + s_R^2 + \sum c_i^2 u^2(x_i) \quad (3)$$

5.4 DATOS DE REPETIBILIDAD

Se verá que los datos de repetibilidad se usan en este documento principalmente para verificación de la precisión, lo que en conjunto con otros ensayos, confirma que un laboratorio particular puede aplicar datos de reproducibilidad y veracidad. Los datos de repetibilidad también se emplean en el cálculo del componente de reproducibilidad de la incertidumbre (véanse los numerales 7.3 y 11).

6. EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE USANDO ESTIMADOS DE REPRODUCIBILIDAD Y VERACIDAD

6.1 PROCEDIMIENTO PARA EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN

Los principios en los que se basa este documento técnico (véase el numeral 5.1) conducen al siguiente procedimiento para evaluar la incertidumbre de la medición.

- Obtener estimados de la repetibilidad, reproducibilidad y veracidad del método que se usa, a partir de la información publicada acerca del método.
- Establecer si el sesgo de laboratorio para las mediciones está dentro de lo esperado con base en los datos obtenidos en el numeral 6.1 a).
- Determinar si la precisión alcanzada por las mediciones actuales está dentro de lo esperado con base en los estimados de repetibilidad y reproducibilidad obtenidos en el numeral 6.1 a).
- Identificar cualquier influencia en la medición que no se haya cubierto en forma suficiente en los estudios referenciados en el numeral 6.1.a) y cuantificar la varianza que puede surgir de estos efectos, teniendo en cuenta los coeficientes de sensibilidad y las incertidumbres para cada influencia.
- En donde el sesgo y la precisión están bajo control, como se demostró en el numeral 6.1 b) y c), combinar el estimado de reproducibilidad [6.1a)] con la incertidumbre asociada con la veracidad [6.1 a) y b)] y los efectos de las influencias adicionales [6.1 d)] para formar un estimado de incertidumbre combinado.

Estos diferentes pasos se describen con más detalle en los numerales del 7 al 11.

NOTA Este documento técnico supone que en donde el sesgo no está bajo control, se toma la acción correctiva para llevar el proceso bajo control.

6.2 DIFERENCIAS ENTRE LA PRECISIÓN ESPERADA Y LA REAL

En donde la precisión es diferente en la práctica de la esperada de los estudios del numeral 6.1a), las contribuciones asociadas a la incertidumbre se deberían ajustar. El numeral 8.5 describe los ajustes a los estimados de reproducibilidad para el caso común en donde la precisión es aproximadamente proporcional al nivel de respuesta.

7. DETERMINACIÓN DE LA PERTINENCIA DE LOS DATOS DE DESEMPEÑO

7.1 GENERALIDADES

Los resultados del estudio colaborativo dan indicadores de desempeño (s_R , s_x) y en algunas circunstancias, un estimado del sesgo del método, que forma una “especificación” para el desempeño del método. Al adoptar el método para su propósito especificado, se espera normalmente que un laboratorio demuestre que está cumpliendo esta “especificación”. En la mayoría de casos, esto se logra mediante estudios destinados a verificar el control de la repetibilidad (véase el numeral 7.3) y del componente de sesgo del laboratorio (véase el numeral 7.2) y mediante verificaciones continuas del desempeño [control y aseguramiento de la calidad (véase el numeral 7.4)].

7.2 DEMOSTRACIÓN DEL CONTROL DEL COMPONENTE DE SESGO DEL LABORATORIO

7.2.1 Requisitos generales

7.2.1.1 Un laboratorio debe demostrar, en su implementación de un método, que el sesgo está bajo control; es decir, que el componente de sesgo de laboratorio está dentro del rango esperado del estudio colaborativo. En las siguientes descripciones, se supone que se realizaron verificaciones del sesgo sobre materiales de referencia con valores de referencia muy similares a los elementos que están realmente bajo el ensayo de rutina. En donde los materiales usados para verificaciones del sesgo no tienen valores de referencia cercanos a los de los materiales ensayados, las contribuciones de incertidumbre resultantes se deberían corregir de acuerdo con las disposiciones de los numerales 8.4 y 8.5.

7.2.1.2 En general, una verificación de un componente de sesgo de laboratorio constituye una comparación entre los resultados de ensayo y algunos valores de referencia, y constituye un estimado de B . La ecuación 2 muestra que la incertidumbre asociada con las variaciones en B está representada por s_L , incluida dentro de s_R . Sin embargo, debido a que la verificación del sesgo es de por sí incierta, la incertidumbre de la comparación en principio incrementa la incertidumbre de los resultados obtenidos en aplicaciones futuras del método. Por esta razón, es importante asegurar que la incertidumbre asociada con la verificación del sesgo sea pequeña en comparación con s_R (idealmente menor de $0,2 s_R$) y en consecuencia la siguiente orientación supone incertidumbres despreciables asociadas con la verificación del sesgo. En donde este es el caso, y no hay evidencia de un componente de sesgo de laboratorio excesivo, la ecuación 3 se aplica sin cambio. En donde las incertidumbres asociadas con una verificación de sesgo son grandes, es prudente incrementar la incertidumbre estimada con base en la ecuación 3, por ejemplo, incluyendo términos adicionales en el presupuesto de incertidumbre (3.13).

En donde, por estudios colaborativos, se conoce que los estudios colaborativos de veracidad tienen un sesgo que es no despreciable, el sesgo conocido del método se debería tener en cuenta al evaluar el sesgo del laboratorio, por ejemplo, corrigiendo los resultados del sesgo conocido del método.

7.2.2 Métodos para demostrar control del componente de sesgo de laboratorio

7.2.2.1 Generalidades

El control del sesgo se puede demostrar, por ejemplo, mediante alguno de los métodos siguientes. Por consistencia, se usan los mismos criterios generales para todos los ensayos de sesgo en este documento. Se pueden usar ensayos más estrictos.

7.2.2.2 Estudio de un material de referencia certificado o patrón de medición

Un laboratorio l debería llevar a cabo n_l mediciones por duplicado en el estándar de referencia en condiciones de repetibilidad para formar un estimado Δ_l (igual a la media de laboratorio, m , menos el valor certificado, $\hat{\mu}$) del sesgo en este material. En donde resulte práctico, n_l se debería escoger de manera que la incertidumbre $\sqrt{s_w^2/n_l} < 0,2 s_R$. Observe que este estándar de referencia en general no es el mismo patrón de medición que el usado para evaluar la veracidad del método. Además, Δ_l generalmente no es igual a B . De acuerdo con la Guía ISO 33 (con los cambios de símbolos apropiados), el proceso de medición se considera que se realiza adecuadamente si

$$|\Delta_l| < 2\sigma_D \quad (4)$$

La sustitución de s_D como una aproximación de σ_D en la ecuación (4) da la ecuación (5):

$$s_D^2 = s_L^2 + \frac{s_w^2}{n_l} \quad (5)$$

en donde

n_l es el número de réplicas por laboratorio l

s_w es la desviación estándar intralaboratorio derivada de n_l réplicas u otros estudios de repetibilidad

s_L es la desviación estándar interlaboratorio

El cumplimiento con el criterio de la ecuación (4) se toma como la confirmación de que el componente de sesgo del laboratorio B está dentro de la población de valores representados en el estudio colaborativo. Observe que el material o patrón de referencia se usa aquí como una verificación independiente o material de control, no como un patrón de calibración.

NOTA 1 Un laboratorio está en libertad de adoptar un criterio más estricto que la ecuación (4), ya sea usando un factor inferior a 2 ó implementando un ensayo alternativo más sensible para el sesgo.

NOTA 2 Este procedimiento supone que la incertidumbre asociada con el valor de referencia es pequeña en comparación con σ_D .

7.2.2.3 Comparación con un método de ensayo definitivo de incertidumbre conocida

Un laboratorio l debería ensayar un número n_l de elementos de ensayo usando tanto el método definitivo como el método de ensayo en uso en el laboratorio, para generar n_l pares de valores (y_i, \hat{y}_i) en donde y_i es el resultado del método definitivo para el elemento de ensayo " i " y " \hat{y}_i ", el valor obtenido del método de ensayo de rutina para el elemento de ensayo " i ". El laboratorio de ensayo debería calcular entonces su sesgo medio $\bar{\Delta}_y$ usando la ecuación (6) y la desviación estándar $s(\Delta_y)$ de las diferencias.

$$\bar{\Delta}_y = \frac{1}{n_l} \sum_{i=1, n_l} (\hat{y}_i - y_i) \quad (6)$$

En donde resulte práctico se debería escoger n_l de manera que la incertidumbre $\sqrt{s^2(\Delta_y)/n_l} < 0,2s_R$. Por analogía con las ecuaciones (4) y (5), el proceso de medición se considera que está funcionando en forma suficiente si $\bar{\Delta}_y < 2s_D$, en donde $s_D^2 = s_L^2 + s^2(\Delta_y)/n_l$. En este caso, la ecuación (3) se usa sin cambios.

NOTA 1 Un laboratorio está en libertad de adoptar un criterio más estricto que el de la ecuación (4), ya sea usando un factor de cobertura menor de 2 o implementando un ensayo alternativo más sensible para sesgo.

NOTA 2 Este procedimiento supone que la incertidumbre asociada con el método de referencia es pequeña en comparación con σ_D .

7.2.2.4 Comparación con otros laboratorios que usan el mismo método

Si un laboratorio de ensayo l participa en ejercicios de colaboración adicionales (por ejemplo, ensayo de competencia como se define en la Parte 1 de la GTC 55-1 (Guía ISO/IEC 43)) del cual se puede hacer un estimado de sesgo, los datos se pueden utilizar para verificar el control del sesgo. Existen dos escenarios posibles:

- El ejercicio involucra el ensayo de un patrón de medición o material de referencia con un valor y una incertidumbre asignadas en forma independiente. El procedimiento del numeral 7.2.2.2 entonces se aplica exactamente.
- La comparación genera valores q (≥ 1) asignados y_1, y_2, \dots, y_q por consenso. El laboratorio de ensayo cuyos resultados están representados por $\hat{y}_1, \hat{y}_2, \dots, \hat{y}_q$, se deberían calcular entonces por su sesgo medio $\bar{\Delta}_y$ de acuerdo con la ecuación (7) y la desviación estándar $s(\Delta_y)$ con respecto a los medios de consenso.

$$\bar{\Delta}_y = \frac{1}{q} \sum_{i=1, q} (\hat{y}_i - y_i) \quad (7)$$

El proceso de medición se considera que está funcionando en forma suficiente si $\bar{\Delta}_y < 2s_D$, en donde $s_D^2 = s_L^2 + s^2(\Delta_y)/q$. En este caso, se usa la ecuación (3) sin cambios.

NOTA 1 Este procedimiento supone que el valor por consenso se basa en un número de resultados que es grande en comparación con q , lo que conduce a una incertidumbre despreciable asociada con el valor asignado.

NOTA 2 En algunos esquemas de competencia, todos los resultados reportados y_i se convierten a puntajes $z_i = (y_i - y_0) / \sigma_0$, restando el valor asignado y_0 y dividiendo por la desviación estándar σ_0 para el ensayo de competencia (GTC 55-1 (Guía ISO/IEC 43, Parte 1)). Si este es el caso, y la desviación estándar para el ensayo de competencia es menor o igual a s_R para el método, un puntaje z medio entre $\pm 2/\sqrt{q}$ para q valores asignados brinda evidencia suficiente de control del sesgo.

7.2.3 Detección del componente de sesgo significativo del laboratorio

Como se indicó en el objeto, este documento técnico es aplicable solamente en donde el componente del sesgo de laboratorio es la demostrablemente bajo control. En donde se detecte un sesgo excesivo, se supone que se deben emprender acciones para llevar el sesgo

dentro del rango requerido antes de proceder con las mediciones. Esta acción involucrará habitualmente la investigación y eliminación de la causa del sesgo.

7.3 VERIFICACIÓN DE LA REPETIBILIDAD

7.3.1 El laboratorio de ensayo debería demostrar que su repetibilidad es consistente con la desviación estándar de repetibilidad obtenida en el curso del ejercicio colaborativo. La demostración de consistencia se debería lograr mediante análisis por duplicado de uno o más materiales de ensayo adecuados, para obtener (mediante agrupamiento de resultados, si es necesario) una desviación estándar de repetibilidad s_i con v_i grados de libertad. Los valores de s_i se deberían comparar usando una prueba F a un nivel de confianza del 95 % si es necesario, y la desviación estándar de repetibilidad s_r derivada del estudio colaborativo. En donde resulte práctico, se deberían tomar suficientes muestras para obtener $v_i \geq 15$.

7.3.2 Si se encuentra que s_i es significativamente mayor que s_r , el laboratorio involucrado debería identificar y corregir las causas o usar s_i en todos los estimados de incertidumbre calculados usando este documento. Observe particularmente que esto involucrará un incremento en el valor estimado de desviación estándar de reproducibilidad s_R , mientras que $s_R = \sqrt{s_L^2 + s_r^2}$ es reemplazado por $s_R = \sqrt{s_L^2 + s_i^2}$ en donde s'_R es el estimado ajustado de la desviación estándar de reproducibilidad. Por el contrario, en donde s_i es significativamente menor que s_r , el laboratorio puede también usar s_i en lugar de s_r , lo que da un estimado de incertidumbre menor.

En todos los estudios de precisión, es importante confirmar que los datos están libres de tendencias inesperadas, y verificar que la desviación estándar s_w es constante para diferentes elementos de ensayo. En donde la desviación estándar s_w no es constante, puede ser apropiado evaluar la precisión en forma separada para cada clase de elementos diferentes, o inferir un modelo general (como en el numeral 8.5) para la dependencia.

NOTA En donde se requiere un valor de precisión específico, la Guía ISO 33 suministra detalles de un ensayo con

base en $\chi_c^2 = \left(\frac{s_w}{\sigma_{w0}} \right)^2$ con σ_{w0} ajustado al valor de precisión requerido.

7.4 VERIFICACIÓN CONTINUA DEL DESEMPEÑO

Además del estimado preliminar de sesgo y precisión, el laboratorio debería tomar las medidas adecuadas para asegurar que el procedimiento de medición permanece en estado de control estadístico. En particular, esto involucrará lo siguiente:

- Control de calidad apropiado, incluidas verificaciones regulares sobre sesgo y precisión. Estas verificaciones pueden usar cualquier elemento o material de ensayo pertinente que sea homogéneo y estable. Se recomienda enfáticamente el uso de gráficos de control de calidad (véanse las Referencias [8] y [9]).
- Medidas de aseguramiento de la calidad, incluido el uso de personal entrenado y calificado apropiadamente, que opere dentro de un sistema de calidad adecuado.

8. DETERMINACIÓN DE LA PERTINENCIA PARA EL ELEMENTO DE ENSAYO

8.1 GENERALIDADES

En un estudio colaborativo o en un estimado de sesgo y precisión de acuerdo con las Partes 2 y 3 de la ISO 5725:1994, es normal medir valores en materiales homogéneos o elementos de ensayo de un número pequeño de tipos. También es una práctica común distribuir materiales preparados. De otra parte, los elementos de ensayo de rutina pueden variar ampliamente y pueden requerir tratamiento adicional antes del ensayo. Por ejemplo, las muestras para ensayos ambientales con frecuencia se suministran secas, en un polvo muy fino y homogeneizadas para estudios colaborativos; las muestras de rutina son húmedas, no homogéneas y divididas toscamente. En consecuencia, es necesario investigar, y si es necesario, tener en cuenta estas diferencias.

8.2 MUESTREO

8.2.1 Inclusión del proceso de muestreo

Los estudios colaborativos rara vez incluyen una etapa de muestreo; si el método usado internamente involucra submuestreo, o el procedimiento usado rutinariamente está estimando las propiedades del material a granel a partir de una muestra pequeña, entonces los efectos del muestreo se deberían investigar. Puede ser útil consultar documentación de muestreo como por ejemplo la NTC 5290-1 (ISO 11648-1^[10]) u otras normas para propósitos específicos.

8.2.2 No homogeneidad

La no homogeneidad se investiga habitualmente en forma experimental por medio de estudios de homogeneidad que pueden arrojar un estimado de varianza, usualmente de un análisis de varianza (ANOVA) de los resultados de las réplicas en varios elementos de ensayo, en los cuales el componente de varianza entre elementos s_{inh}^2 representa el efecto de la no homogeneidad. En donde se encuentra que los materiales de ensayo son significativamente no homogéneos (después de cualquier homogeneización establecida), este estimado de varianza se debería convertir directamente a una incertidumbre estándar (es decir: $u_{inh} = s_{inh}$). En algunas circunstancias, particularmente cuando la desviación estándar de no homogeneidad encontrada en una muestra de Q elementos de ensayo de una carga más grande, y el resultado medio se aplicará a otros elementos en la carga, la contribución de la incertidumbre se basa en el intervalo de predicción (es decir: $u_{inh} = s_{inh} \sqrt{(Q+1)/Q}$). También es posible estimar los efectos de la no homogeneidad usando el conocimiento del proceso de muestreo y las suposiciones apropiadas acerca de la distribución del muestreo.

8.3 PREPARACIÓN Y PRE-TRATAMIENTO DE LA MUESTRA

En la mayoría de estudios las muestras se homogeneizan y adicionalmente se pueden estabilizar antes de la distribución. Puede ser necesario investigar y prever los efectos de los procedimientos de pre-tratamiento particulares aplicados internamente. Habitualmente, estas investigaciones determinan el efecto del procedimiento en el resultado de la medición mediante estudios sobre materiales con propiedades establecidas aproximadamente o exactamente. El efecto puede ser un cambio en la dispersión, o un efecto sistemático. Los cambios significativos en la dispersión se deberían adaptar añadiendo un término apropiado al presupuesto de incertidumbre (suponiendo que el efecto es incrementar la dispersión). En donde se encuentre un efecto sistemático significativo, lo más conveniente es establecer un límite superior para el efecto. Siguiendo las recomendaciones del GUM, esto se puede tratar como un límite de una distribución rectangular u otra distribución simétrica finita apropiada, y se

puede estimar una incertidumbre estándar mediante la división de la mitad del ancho de la distribución, por el factor apropiado.

8.4 CAMBIOS EN EL TIPO DE ELEMENTO DE ENSAYO

La incertidumbre que surge por los cambios en el tipo de composición de los elementos de ensayo en comparación con los usados en el estudio colaborativo debería investigarse, en donde sea pertinente. Habitualmente estos efectos se deberían predecir con base en los efectos establecidos que surgen de las propiedades más relevantes (que conducen entonces a incertidumbres estimadas usando el enfoque básico del GUM) o investigar mediante un cambio sistemático o aleatorio en el tipo de elemento de ensayo o composición (véase el Anexo B).

8.5 VARIACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CON EL NIVEL DE RESPUESTA

8.5.1 Ajuste de s_R

Es común encontrar que algunas, o la mayoría de contribuciones a la incertidumbre para una medición dada dependen del valor de la magnitud por medir. La norma ISO 5725-2:1994 considera tres casos simples en donde la desviación estándar de reproducibilidad para un valor positivo m se describe aproximadamente mediante uno de los modelos:

$$\hat{s}_R = bm \quad (8)$$

$$\hat{s}_R = a + bm \quad (9)$$

$$\hat{s}_R = cm^d \quad (10)$$

en donde

\hat{s}_R es la desviación estándar de reproducibilidad ajustada calculada del modelo aproximado

a, b, c y d son coeficientes empíricos derivados de un estudio de cinco o más elementos de ensayo diferentes con diferentes respuestas medias m (a, b y c son positivos)

En donde se aplica una de las ecuaciones (8) a (10), la incertidumbre se debería basar en un estimado de reproducibilidad calculado usando el modelo apropiado.

En donde se aplican las disposiciones del numeral 7.3, \hat{s}_R también debería reflejar la contribución del término de repetibilidad s_r . Para la mayoría de propósitos sería suficiente un simple cambio proporcional en \hat{s}_R , es decir:

$$s'_R = (a + bm) \frac{\sqrt{s_L^2 + s_i^2}}{\sqrt{s_L^2 + s_w^2}} \quad (11)$$

En donde s'_R tiene el mismo significado que en el numeral 7.3.

8.5.2 Cambios en otras contribuciones a la incertidumbre

En general, en donde cualquier contribución a la incertidumbre cambia con la respuesta medida de una manera predecible, la incertidumbre estándar pertinente en y se debería ajustar de acuerdo con esto.

NOTA En donde muchas contribuciones a la incertidumbre son estrictamente proporcionales a y , con frecuencia es conveniente expresar todos los efectos significativos en términos de efectos multiplicadores sobre y y todas las incertidumbres en forma de desviaciones estándar relativas.

9. FACTORES ADICIONALES

El numeral 8 considera los factores principales que es posible que cambien entre el estudio colaborativo y el ensayo de rutina. Es posible que puedan operar otros efectos en casos particulares, ya sea debido a que el control de las variables se hizo en forma constante, ya sea deliberadamente o fortuitamente durante el ejercicio colaborativo, o debido a que la gama completa de condiciones alcanzables en la práctica rutinaria no se cubrió en forma suficiente dentro de la selección durante el estudio colaborativo.

Los efectos de factores que se mantienen constantes o que varían insuficientemente durante los estudios colaborativos se deberían estimar separadamente, ya sea de una variación experimental o mediante predicción de la teoría establecida. En donde estos efectos no son despreciables, la incertidumbre asociada con estos factores se debería estimar, registrar y combinar con otras contribuciones de la manera normal (es decir, siguiendo el principio de adición de la ecuación (3)).

10. EXPRESIÓN GENERAL DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR COMBINADA

La ecuación (3), teniendo en cuenta la necesidad de usar el estimado ajustado \hat{s}_R^2 en lugar de s_R^2 para prever los factores tratados en el numeral 8, conduce a la expresión general de la ecuación (12) para la estimación de la incertidumbre estándar combinada $u(y)$ asociada con un resultado (y):

$$u^2(y) = \hat{s}_R^2 + u^2(\hat{\delta}) + \sum_{i=1, n'} [c_i^2 u^2(x_i)] \quad (12)$$

En donde $u(\hat{\delta})$ se calcula como se especifica en la ecuación (13); véase también la ecuación (A.8).

$$u(\hat{\delta}) = s_{\delta} \sqrt{\frac{s_R^2 - (1 - 1/n)s_r^2}{p}} \quad (13)$$

en donde

p es el número de laboratorios

n es el número de réplicas en cada laboratorio

La variable $u(B)$ no aparece en la ecuación (12) debido a que s_L , la incertidumbre asociada con B , ya está incluida en \hat{s}_R^2 . El subíndice " i " cubre los efectos identificados en los numerales 8 y 9 (suponiendo que tienen índices que van continuamente de 1 a n). Es claro, que cuando cualquier efecto e incertidumbre es pequeña comparada con s_R , para propósitos prácticos se pueden ignorar. Por ejemplo, las incertidumbres de menos de $0,2 s_R$ conducen a cambios por debajo de $0,02 s_R$ en el estimado de incertidumbre total.

11. PRESUPUESTOS DE INCERTIDUMBRE BASADOS EN DATOS DE ESTUDIOS COLABORATIVOS

Esta guía supone esencialmente un solo modelo para los resultados de un ensayo o medición: el de la ecuación (3). La evidencia que se requiere para apoyar la confianza continua en el modelo puede provenir de una variedad de fuentes, pero en donde las incertidumbres asociadas con los ensayos involucrados permanecen despreciables, se usa la ecuación (3). Sin embargo, existen algunas situaciones diferentes para las cuales la forma de la ecuación (3) cambia ligeramente, particularmente en donde los términos de reproducibilidad o repetibilidad dependen de la respuesta. El presupuesto de incertidumbre en donde la incertidumbre depende esencialmente de la respuesta durante el rango de interés, se resume en la Tabla 1, y donde la incertidumbre depende de la respuesta, en la Tabla 2.

Tabla 1. Contribuciones de la incertidumbre independientes de la respuesta

Efecto	Incertidumbre estándar ^a asociada con y	Comentario
δ	$u(\hat{\delta})$	Solamente se incluye si el estudio colaborativo incluye una corrección para sesgo y la incertidumbre no es despreciable
B	s_L	Véase la Tabla 2
e_r	s_r	Si un promedio de n_r réplicas completas del método ^b se usan en la práctica en un elemento de ensayo, la incertidumbre asociada con e_r llega a ser $s_r / \sqrt{n_r}$
x_i	$c_i u(x_i)$	Véanse el numeral 8 y el Anexo B
^a	Estas incertidumbres estándar tienen las mismas unidades que y	
^b	El método puede en sí mismo ordenar réplicas; n_r se relaciona con la repetición de todo el método, incluida cualquiera de estas réplicas.	

Tabla 2. Contribuciones de la incertidumbre dependientes de la respuesta

Efecto	Incetidumbre estándar ^{a, b} asociada con y	Comentario
δ	$\left \frac{\partial y}{\partial \delta} \right u(\delta)$	Sólo se incluye si el estudio colaborativo incluye una corrección para sesgo y la incertidumbre no es despreciable. (El diferencial se incluye para cubrir casos en los que la corrección no es una simple suma o resta).
B	$\hat{s}_L = a_L + b_L m$	En donde a_L y b_L son los coeficientes de una relación lineal supuesta entre s_L y la respuesta media, m , análoga a la ecuación (9). Esta forma se aplica solamente cuando se haya establecido la dependencia de s_L en relación con m . En donde no sea aplicable, utilice el estimado combinado asociado con B y e_x en la Tabla 1.
e	$\hat{s}_r = a_r + b_r m$	En donde a_r y b_r son los coeficientes de una relación lineal supuesta entre s_r y la respuesta media m , análoga a la ecuación (9). Si un promedio de n_r réplicas completas del método ^c se usa en la práctica en un elemento de ensayo, la incertidumbre asociada con e_r llega a ser $\hat{s}_r / \sqrt{n_r}$ Esta forma es aplicable solamente cuando se haya establecido la dependencia de s_L en relación con m . En donde no sea aplicable, utilice el estimado combinado asociado con B y e_x en la Tabla 1.
B, e	$\hat{s}_R = bm$ o $\hat{s}_R = a + bm$ o $\hat{s}_R = cm^d$	En donde a y b son los coeficientes de la relación apropiada establecida entre s_R y la respuesta media m , como se especifica en las ecuaciones 9 y 10. Este estimado combinado se debería usar <i>en lugar de</i> estimados separados asociados con B y e_x (véase la Tabla 1) cuando las dependencias separadas de s_L y s_r respecto de m no han sido establecidas.
x_i	$c_i u(x_i)$	Véanse el numeral 8 y el Anexo B
^a Estas incertidumbres estándar tienen la misma unidad que y		
^b Lo siguiente supone una dependencia lineal simple de la forma de la ecuación (9).		
^c El método en sí puede ordenar réplicas obligatorias; n_r se relaciona con la repetición de todo el método, incluida cualquier réplica.		

12. EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE UN RESULTADO COMBINADO

12.1 Un “resultado combinado” se forma de los resultados de varios ensayos diferentes, cada uno caracterizado por un estudio colaborativo. Por ejemplo, un cálculo para “contenido de carne” usualmente combinaría un contenido de proteína, calculado de una determinación de nitrógeno, con un contenido de grasa y humedad, cada uno determinado por diferentes métodos estándar.

12.2 Las incertidumbres $u(y_i)$ para cada resultado que contribuye y_i se puede obtener usando los principios especificados en esta guía, o usando directamente la ecuación (A.1) o (A.2) según sea apropiado. En donde, como con frecuencia es el caso, los valores de entrada y_i son independientes, la incertidumbre combinada $u(Y)$ para el resultado $Y = f(y_1, y_2)$ se da en la ecuación (14).

$$u(Y) = \sqrt{\sum_i [c_i u(y_i)]^2} \quad (14)$$

En donde los resultados y_i no son independientes, se debe tener en cuenta la tolerancia adecuada para la correlación, por referencia al GUM [que utiliza la ecuación A.2].

13. EXPRESIÓN DE LA INFORMACIÓN SOBRE INCERTIDUMBRE

13.1 EXPRESIÓN GENERAL

Las incertidumbres se pueden expresar como incertidumbres estándar combinadas $u(y)$ o como incertidumbres expandidas combinadas, $U(y) = ku(y)$, en donde k es un factor de cobertura (véase el numeral 13.2), siguiendo los principios del GUM. También puede ser conveniente expresar las incertidumbres en términos relativos, por ejemplo, como un coeficiente de variación o una incertidumbre expandida expresada como un porcentaje del resultado reportado.

13.2 SELECCIÓN DEL FACTOR DE COBERTURA

13.2.1 Generalidades

Al estimar una incertidumbre expandida combinada, las siguientes consideraciones son pertinentes al escoger el factor de cobertura k .

13.2.2 Nivel de confianza deseado

Para la mayoría de propósitos prácticos, las incertidumbres expandidas combinadas se deberían citar para que correspondan a un nivel de confianza de aproximadamente 95 %. Sin embargo, la selección del nivel de confianza se ve influenciada por un rango de factores, que incluyen el carácter crítico de la aplicación, y las consecuencias de resultados incorrectos. Estos factores, junto con cualquier guía o requisito legal relacionado con la aplicación, se deberían considerar al escoger k .

13.2.3 Grados de libertad asociados con el estimado

13.2.3.1 Para la mayoría de propósitos prácticos, cuando se requiere un nivel de confianza de aproximadamente 95 % y el número de grados de libertad en las contribuciones dominantes es grande (> 10), la selección de $k = 2$ brinda una indicación suficientemente confiable del rango de valores probable. Sin embargo, existen circunstancias en las que esto podría conducir a una subestimación significativa, principalmente en donde uno o más términos significativos de la ecuación (12) se estiman con menos de 7 grados de libertad.

13.2.3.2 En donde el término $u_i(y)$ con ν_i grados de libertad es dominante [un nivel de indicación es $u_i(y) \geq 0,7 u(y)$], normalmente es suficiente tomar grados efectivos de libertad ν_{eff} asociados con $u(y)$ como ν_i .

13.2.3.3 En donde varios términos significativos tienen un tamaño aproximadamente igual y todos tienen grados de libertad limitados (es decir: $\nu_i \ll 10$), aplique la ecuación de *Welch-Satterthwaite* (ecuación 15) para obtener los grados efectivos de libertad ν_{eff} .

$$\frac{u^4(y)}{\nu_{eff}} = \sum_{i=1,N} \frac{u_i^4(y)}{\nu_i} \quad (15)$$

El valor de k se escoge entonces de v_{eff} usando el valor de dos extremos apropiado de t de Student para el nivel de confianza requerido y v_{eff} grados de libertad. Generalmente es más seguro redondear valores no enteros de v_{eff} hacia abajo al siguiente valor entero.

NOTA En muchos campos de medición y ensayo la frecuencia de los valores atípicos estadísticos es suficientemente alta en comparación con la distribución normal esperada, se debe tener extremo cuidado al extrapolar a altos niveles de confianza (> 95 %) sin un buen conocimiento de la distribución involucrada.

14. COMPARACIÓN DE LAS CIFRAS DE DESEMPEÑO DEL MÉTODO Y DATOS DE INCERTIDUMBRE

14.1 SUPOSICIONES BÁSICAS PARA LA COMPARACIÓN

La evaluación de la incertidumbre de la medición de acuerdo con este documento técnico proporcionará una incertidumbre estándar la cual, basada principalmente en los estimados de reproducibilidad o de precisión intermedia, tiene en cuenta en la forma debida factores que no varían durante el estudio en el que se basan estos estimados de precisión. En principio, la incertidumbre estándar de la medición $u(y)$ debería ser idéntica a la formada de un modelo matemático detallado del proceso de medición. Una comparación entre dos estimados separados, si los hay disponibles, forma un ensayo útil de la confiabilidad de cualquiera de los dos estimados. Se recomienda el procedimiento de ensayo del numeral 14.2.

Sin embargo, observe que el procedimiento se basa en dos suposiciones importantes:

- Primero, aunque se estima una incertidumbre estándar $u(y)$ con v_{eff} grados efectivos de libertad, sigue la distribución usual para una desviación estándar s con $n-1$ grados de libertad [es decir $(n-1)(s^2/\sigma^2)$ está distribuida como χ^2 con $n-1$ grados de libertad]. Esta suposición permite el uso de una prueba F común. Sin embargo, debido a que las incertidumbres combinadas pueden incluir incertidumbres asociadas con términos de una variedad de distribuciones, y también términos con diferentes varianzas, la prueba se debería tratar como indicadora y el nivel de confianza implicado se debería considerar con el debido cuidado.
- Segundo, las dos incertidumbres estimadas que se van a comparar son completamente independientes. En la práctica esto es también improbable, ya que algunos factores pueden ser comunes a ambas estimaciones. (Un efecto más sutil es la tendencia a que los juicios acerca de las incertidumbres estén influenciados por el desempeño interlaboratorio conocido; se supone que se tiene el cuidado debido para evitar este efecto). En donde hay factores significativos comunes a dos estimados de incertidumbre, los dos estimados serán claramente similares con mucha más frecuencia de lo que lo determinaría la casualidad solamente. En estos casos, donde el siguiente ensayo no logra encontrar una diferencia significativa, el resultado no se debería tomar como una evidencia fuerte de la confiabilidad del modelo de medición.

14.2 PROCEDIMIENTO DE COMPARACIÓN

Compare los dos estimados $u(y)_1$ y $u(y)_2$, escogidos de manera que $u(y)_1$ sea el mayor de los dos, con grados efectivos de libertad v_1 y v_2 respectivamente, usando un nivel de confianza α (por ejemplo: para una confianza del 95 %, $\alpha = 0,05$), como sigue:

- a) Calcule $F = [u(y)_1/u(y)_2]^2$.
- b) Consulte, u obtenga mediante software, el valor crítico superior unilateral $F_{\text{crit}} = F(\alpha/2, v_1, v_2)$. En donde se dan un valor superior y un valor inferior, tome el valor superior, que siempre es mayor que 1.
- c) Si $F > F_{\text{crit}}$, $u(y)_1$ se debería considerar significativamente mayor que $u(y)_2$.

14.3 RAZONES PARA LAS DIFERENCIAS

Puede haber una variedad de razones para una diferencia significativa entre estimados de incertidumbre combinados. Estas incluyen las siguientes:

- Diferencias reales en el desempeño entre laboratorios.
- Falla de un modelo para incluir todos los efectos significativos en la medición.
- Subestimación o sobreestimación de una contribución significativa a la incertidumbre.

ANEXO A (Informativo)

ENFOQUES PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

A.1 EL ENFOQUE GUM

La Guía para la expresión de la incertidumbre de la medición (GUM), publicada por la ISO, proporciona una metodología para la evaluación de la incertidumbre de la medición asociada con un resultado y de un modelo del proceso de medición. La metodología GUM se basa en las recomendaciones de la Oficina Internacional de Pesos y Medidas (BIPM), algunas veces denominada Recomendación INC-1 (1980). Estas recomendaciones reconocen primero que las contribuciones a la incertidumbre se pueden evaluar ya sea mediante el análisis estadístico de una serie de observaciones (“evaluación Tipo A”) o por cualquier otro medio (“evaluación Tipo B”), por ejemplo, el uso de datos como por ejemplo material de referencia publicado. Como quiera que se evalúen, las contribuciones separadas se expresan en forma de desviaciones estándar, y en donde sea necesario, se combinan como tales.

La implementación del GUM de las recomendaciones de la BIPM comienza con un modelo de medición de la forma $y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$, que relaciona el resultado de la medición y con las cantidades de entrada x_i . El GUM entonces da la incertidumbre $u(y)$ para el caso de cantidades de entrada independientes como se especifica en la ecuación A.1:

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i)} \quad (\text{A.1})$$

en donde

c_i es el coeficiente de sensibilidad evaluado de $c_i = \partial y / \partial x_i$, el diferencial parcial de y con respecto a x_i

$u(x_i)$ y $u(y)$ son las incertidumbres estándar, es decir las incertidumbres medidas expresadas en la forma de desviaciones estándar.

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + \sum_{\substack{i,j=1,N \\ i \neq j}} c_i c_j u(x_i, x_j)} \quad (\text{A.2})$$

en donde

$u(x_i, x_j)$ es la covarianza entre x_i y x_j ;

c_i y c_j son los coeficientes de sensibilidad como se describe para la ecuación (A.1)

En la práctica, con frecuencia la covarianza se encuentra relacionada con el coeficiente de correlación, r_{ij} , como se especifica en la ecuación (A.3):

$$u(x_i, x_j) = u(x_i) u(x_j) r_{ij} \quad (\text{A.3})$$

en donde $-1 \leq r_{ij} \leq 1$

En casos que involucren una fuerte no linealidad en el modelo de medición, la ecuación (A.1) se expande para incluir términos de orden superior; este tema se trata en más detalle en la GUM.

Después del cálculo de la incertidumbre estándar combinada usando las ecuaciones (A.1) a (A.3), se calcula una incertidumbre expandida multiplicando $u(y)$ por un factor de cobertura k , que se puede escoger con base en el número estimado de grados de libertad para $u(y)$. Esto se trata en detalle en el numeral 13.

En general, está implícito en el método GUM que las cantidades de entrada se miden o asignan. En donde surgen efectos que no se definen fácilmente en términos de cantidades mensurables (tales como los efectos del operador), es conveniente formar incertidumbres estándar combinadas $u(x_i)$ que prevén estos efectos, o introducir variables adicionales en la expresión $f(x_1, x_2, \dots, x_N)$.

Debido al enfoque en cantidades de entrada individuales, este método se denomina algunas veces el método “de abajo hacia arriba” para la evaluación de la incertidumbre.

La interpretación física de $u(y)$ no es completamente directa, ya que puede incluir términos que se estiman mediante juicio, y en consecuencia $u(y)$ se puede considerar mejor como una caracterización de una función de “grado de confianza” que puede ser observable o no en la práctica. Sin embargo, se da una interpretación física más directa al observar que el cálculo realizado para llegar a $u(y)$ da como resultado realmente la varianza que se obtendría si todas las variables de entrada ciertamente variaran en forma aleatoria de la manera descrita por sus distribuciones supuestas. En principio, esto sería observable y medible en condiciones en las cuales se permitiera que todas las cantidades de entrada variaran aleatoriamente.

A.2 ENFOQUE DE ESTUDIO COLABORATIVO

A.2.1 Modelo básico

El diseño, organización y tratamiento estadístico de un estudio colaborativo se describen en detalle en las Partes 1 a 6 de la ISO 5725 (NTC 3529 todas sus partes). El modelo más simple que subyace al tratamiento estadístico se da en la ecuación A.4:

$$Y = m + B + e_r \quad (\text{A.4})$$

en donde

m	es la esperanza para y :
B	es el componente de sesgo de laboratorio en condiciones de repetibilidad, que se supone que tiene una distribución normal con una media 0 y desviación estándar σ_L :
e_r	es el error aleatorio en condiciones de repetibilidad, que se supone que tiene una distribución normal con una media 0 y desviación estándar σ_w :

Adicionalmente, se supone que B y e_r no están correlacionados.

La aplicación de la ecuación (A.1) a este modelo simple, y al observar que σ_w se estima por la desviación estándar de repetibilidad s_r obtenida en un estudio interlaboratorio, se obtiene la ecuación (A.5) para un solo resultado y :

$$u(B) = s_L \quad \text{y} \quad u(e_r) = s_r \quad (\text{A.5})$$

y la ecuación (A.6) para la incertidumbre estándar combinada $u(y)$ asociada con el resultado:

$$u(y)^2 = u(B)^2 + u^2(e_r) = u_L^2 + s_r^2 \quad (\text{A.6})$$

Por comparación con la NTC 3529-2 (ISO 5725-2), la ecuación (A.6) es apenas la desviación estándar de reproducibilidad estimada s_R .

Ya que este enfoque se concentra en el desempeño del método completo, algunas veces se denomina enfoque “de arriba hacia abajo”.

Observe que cada laboratorio calcula su estimado de m de una ecuación $y = f(x_1, x_2, \dots)$, que se supone que es el mejor estimado de laboratorio del valor de la magnitud por medir y . Ahora, si $y = f(x_1, x_2, \dots)$ es un modelo de medición completo usado para describir el comportamiento del sistema de medición y en consecuencia calcular m , se espera que las variaciones caracterizadas por s_x y s_r surjan de la variación en las cantidades x_1, \dots, x_n . Si se supone que las condiciones de reproducibilidad prevén la variación aleatoria en todas las cantidades de influencia significativas, y teniendo en cuenta la interpretación física de $u(y)$, se deduce que $u(y)$ en la ecuación (A.6) es un estimado de $u(y)$ como se describe en la ecuación (A.1) o (A.2).

En consecuencia, el primer principio en el que se basa esta guía técnica es que la desviación estándar de reproducibilidad obtenida en un estudio colaborativo es una base válida para la evaluación de la incertidumbre de la medición.

A.2.2 Incorporación de datos de veracidad

La veracidad se mide generalmente como el sesgo con respecto a un valor de referencia establecido. En algunos estudios colaborativos, la veracidad del método con respecto a un sistema de medición particular (habitualmente el S.I.) se examina mediante el estudio de un material de referencia certificado (MRC) o un patrón de medición con un valor certificado μ expresado en las unidades de ese sistema, véase la NTC 3529-4 (ISO 5725-4). El modelo estadístico resultante se especifica mediante la ecuación (A.7):

$$y = \mu + \delta + B + e \quad (\text{A.7})$$

en donde

μ es un valor de referencia;

δ es el “sesgo del método”

El estudio colaborativo conducirá al sesgo medido $\hat{\delta}$ con la desviación estándar asociada $s_{\hat{\delta}}$ calculada como se especifica en la ecuación (A.8):

$$s_{\hat{\delta}} = \sqrt{\frac{s_R^2 - (1 - 1/n)s_r^2}{p}} \quad (\text{A.8})$$

en donde

p es el número de laboratorios;

n es el número de réplicas en cada laboratorio.

La incertidumbre $u(\hat{\delta})$ asociada con ese sesgo está dada por la ecuación (A.9).

$$u^2(\hat{\delta}) = s_{\hat{\delta}}^2 + u^2(\hat{\mu}) \quad (\text{A.9})$$

en donde

$u(\hat{\mu})$ es la incertidumbre asociada con el valor certificado $\hat{\mu}$ usado para la estimación de la veracidad en el ejercicio colaborativo.

En donde el sesgo estimado durante la prueba está incluido en el cálculo de los resultados en los laboratorios, la incertidumbre asociada con el sesgo estimado debería, si no es despreciable, estar incluida en el presupuesto de incertidumbre.

A.2.3 Otros efectos. El modelo combinado

En la práctica, por supuesto, s_R y $u(\hat{\delta})$ no necesariamente incluyen variación en todos los efectos que influyen en el resultado de una medición. Faltan algunos factores importantes debido a la naturaleza del estudio colaborativo, y algunos pueden estar ausentes o ser subestimados por casualidad o por el diseño. El segundo principio en el que se basa este documento técnico es que *se debe poder demostrar que los efectos no observados dentro del contexto del estudio colaborativo son despreciables, o se los debe prever explícitamente*.

Esto se logra en una forma más sencilla considerando los efectos de las desviaciones x'_i del valor nominal x_i requerido para brindar el estimado de y , y suponiendo la linealidad aproximada de los efectos. El modelo combinado se especifica entonces en la ecuación (A.10):

$$y = \mu + \delta + B + \sum c_i x'_i + e \quad (\text{A.10})$$

En donde el término sumado está sobre todos los efectos diferentes de los representados por B , δ y e .

Algunos ejemplos de estos efectos podrían incluir los efectos del muestreo, la preparación de los elementos de ensayo y la variación en la composición o tipo de los elementos de ensayo individuales. Estrictamente, esta es la forma linealizada del modelo más general; en donde sea necesario, es posible incorporar términos de orden superior o términos de correlación exactamente como lo describe la GUM.

Al observar que el centrado de x'_i no tiene efecto sobre $u(x_i)$, de manera que $u(x'_i) = u(x_i)$, se deduce que la incertidumbre asociada con y estimada de la ecuación (A.10) se da por la ecuación (A.11):

$$u^2(y) = s_L^2 + s_r^2 + u^2(\hat{\mu}) + \sum c_i^2 u^2(x_i) \quad (\text{A.11})$$

En donde la suma se limita a aquellos efectos no cubiertos por otros términos.

En el contexto de la evaluación del desempeño del método, se puede observar aquí que las condiciones de precisión intermedia también se pueden describir mediante la ecuación (A.10), aunque el número de términos en la suma sería correspondientemente más grande porque se esperaría que menos variables variarían aleatoriamente en condiciones intermedias que en condiciones de reproducibilidad. Sin embargo, en general, la ecuación (A.10) se aplica a cualquier condición de precisión sujeta a la incorporación adecuada de efectos dentro de la suma. Por supuesto, en un caso extremo, en donde las condiciones son tales que los términos

s_r y s_L son cero y no se ha determinado la incertidumbre en el sesgo total, la ecuación (A.11) llega a ser idéntica a la ecuación (A.1).

Hay dos corolarios:

- Primero, es necesario demostrar que los datos cuantitativos disponibles de los estudios colaborativos son directamente pertinentes a los resultados de ensayo que se estudian.
- Segundo, que incluso en donde los datos de estudios colaborativos son pertinentes directamente, pueden ser necesarias tolerancias y estudios adicionales para establecer un estimado de incertidumbre válido, teniendo en cuenta adecuadamente los efectos adicionales [la x_i en la ecuación (A.10)]. Al prever los efectos adicionales, se supone que se aplicará la ecuación (A.1).

Finalmente, en esta guía, al afirmar que un estimado de incertidumbre de medición se puede obtener confiablemente al estudiar los datos de repetibilidad, reproducibilidad y veracidad obtenidos de los procedimientos en todas las partes de la NTC 3529 (ISO 5725), se hacen las mismas suposiciones que en dicha Norma.

- a) En donde se usan datos de reproducibilidad, se supone que todos los laboratorios tienen un desempeño similar. En particular, la precisión de su repetibilidad para un elemento de ensayo dado es la misma, y el componente de sesgo de laboratorio (representado por el término B en la ecuación (A.10) se toma de la misma población que la sometida a muestreo en el estudio colaborativo.
- b) El(los) material(es) de ensayo distribuidos en el estudio es(son) homogéneos y estables.

Las siguientes secciones proporcionan una metodología para verificar que los efectos adicionales son despreciables, y donde no lo son, para incorporar las incertidumbres resultantes a un estimado de incertidumbre para el resultado.

A.3 RELACIÓN ENTRE MÉTODOS

La discusión anterior describe dos enfoques aparentemente diferentes para la evaluación de la incertidumbre. El método GUM, en un extremo, predice la incertidumbre en la forma de una varianza sobre la base de varianzas asociadas con entradas a un modelo matemático. El otro utiliza el hecho de que si esas mismas influencias varían representativamente durante el curso de un estudio de reproducibilidad, la varianza observada es un estimado directo de la misma incertidumbre. En la práctica, los valores de incertidumbre encontrados por los diferentes métodos son diferentes por varias razones, entre ellas:

- a) Modelos matemáticos incompletos (es decir, la presencia de efectos desconocidos).
- b) Una variación incompleta o no representativa de todas las influencias durante la evaluación de reproducibilidad.

En consecuencia, la comparación de los dos estimados diferentes es útil como una evaluación del carácter completo de los modelos de medición. Sin embargo, tenga en cuenta que la repetibilidad observada o algún otro estimado de precisión con mucha frecuencia se toma como una contribución separada a la incertidumbre, incluso en el método GUM. En forma similar, los efectos individuales usualmente se verifican al menos en cuanto a su significado, o se cuantifican previamente para evaluar la reproducibilidad. En consecuencia, los estimados prácticos de incertidumbre usan con frecuencia algunos elementos de ambos extremos.

Cuando se suministra un estimado de incertidumbre con un resultado para ayudar a la interpretación, es importante resolver las deficiencias en cada método. En la práctica, la posibilidad de modelos incompletos se aborda usualmente mediante el suministro de estimados conservadores, la adición explícita de tolerancias para incertidumbre del modelo. En esta guía la posibilidad de variación insuficiente de los efectos de entrada se abordan mediante la evaluación de los efectos adicionales. Esto equivale a un método híbrido que combina elementos de evaluaciones “de arriba hacia abajo” y de “abajo hacia arriba”.

ANEXO B
(Informativo)**EVALUACIÓN DE INCERTIDUMBRE EXPERIMENTAL****B.1 PROCEDIMIENTO PRÁCTICO PARA LA ESTIMACIÓN DE COEFICIENTES DE SENSIBILIDAD**

En donde una cantidad de entrada x_i se puede variar continuamente a lo largo de un rango pertinente, es conveniente estudiar directamente el efecto de estos cambios. Un procedimiento sencillo que supone un cambio de resultado aproximadamente lineal con x_i , es el siguiente:

- Seleccione un rango adecuado sobre el cual variar la variable x_i , que se debería centrar en el mejor estimado (o en el valor especificado por el método).
- Lleve a cabo el procedimiento de medición completo (o la parte de él afectada por x_i) en cada uno de cinco o más niveles de x_i , con réplicas si se requiere.
- Ajuste un modelo lineal a los resultados, usando x_i como la abscisa y el resultado de la medición como la ordenada.
- La pendiente de la línea así encontrada forma el coeficiente c_i en la ecuación (A.1) o (12).

Este método puede mostrar diferentes coeficientes de sensibilidad para diferentes elementos de ensayo. Esta puede ser una ventaja en estudios más amplios de un elemento o clase particular de elementos de ensayo. Sin embargo, en donde el coeficiente de sensibilidad se vaya a aplicar a un rango grande de casos diferentes, es importante verificar que los diferentes elementos tengan suficiente semejanza.

B.2 PROCEDIMIENTO SIMPLE PARA EVALUAR LA INCERTIDUMBRE DEBIDA A UN EFECTO ALEATORIO

En donde una cantidad de entrada x_j es discontinua y/o no es controlable fácilmente, se puede derivar una incertidumbre asociada del análisis de experimentos en los cuales la variable varía aleatoriamente. Por ejemplo, el tipo de suelo en el análisis ambiental puede tener efectos impredecibles en las determinaciones analíticas. En donde los errores aleatorios son aproximadamente independientes del nivel de la cantidad de interés, es posible examinar la dispersión del error que surge de estas variaciones, usando una serie de elementos de ensayo para los cuales hay disponible un valor definitivo, o en donde se ha inducido un cambio conocido.

Entonces el procedimiento general es el siguiente:

- Realice la medición completa en una selección representativa de elementos de ensayo, por réplicas, en condiciones de repetibilidad, usando números iguales de réplicas para cada elemento.
- Para cada observación, calcule la diferencia señalada a partir del valor conocido.
- Analice los resultados (clasificados por la cantidad de interés) con análisis de varianza (ANOVA), usando las sumas de cuadrados resultantes, para formar estimados del componente de varianza intragrupo s_w^2 y el componente de varianza intergrupo s_b^2 . La incertidumbre estándar $u_y(x_j)$ que surge de la variación en x_j es igual a s_b .

NOTA Cuando diferentes elementos de ensayo o clases de elementos de ensayo reaccionan en forma diferente a la cantidad involucrada (es decir, la cantidad y la clase de elemento de ensayo interactúan), la interacción incrementará el valor de s_b . Un tratamiento detallado de esta situación se encuentra fuera del alcance de esta guía.

ANEXO C
(informativo)**EJEMPLOS DE CÁLCULOS DE INCERTIDUMBRES****C.1 MEDICIÓN DE EMISIONES DE MONÓXIDO DE CARBONO DE AUTOMÓVILES****C.1.1 Introducción**

Antes de ser puestos en el mercado, los vehículos de pasajeros se deben someter a un ensayo tipo para verificar que el tipo de vehículo cumpla con los requisitos reglamentarios concernientes a la emisión de gas monóxido de carbono contaminante, por el motor y el sistema de escape. El límite superior para aprobación se especifica como 2,2 g/km. El método de ensayo se describe en la Directiva Europea 70/220, en donde aparecen las siguientes especificaciones:

- El ciclo de conducción (Euro 96) está dado en función de la velocidad (en km/h), el tiempo (en s) y el embrague engranado. El automóvil que se debe ensayar se coloca en un banco de rodillos para realizar el ciclo.
- El equipo de medición es una unidad de análisis de CO especificada.
- El ambiente es controlado usando una celda de monitoreo de contaminación especificada.
- El personal ha recibido el entrenamiento especificado.

Este ensayo de conformidad se puede realizar en el laboratorio de ensayo de una unidad de producción de un fabricante de automóviles o en un laboratorio de ensayo independiente.

C.1.2 Datos de estudios colaborativos

Antes de adoptar y usar rutinariamente este método de ensayo, es necesario evaluar los factores o fuentes de influencia sobre los resultados del método de ensayo (y en consecuencia sobre la incertidumbre de los resultados de ensayo). Esto se hace a partir de experimentos realizados en diferentes laboratorios. Para controlar el método de ensayo, se diseñó y realizó un experimento interlaboratorio de acuerdo con la NTC 3529-2 (ISO 5725-2). El propósito de este experimento interlaboratorio es evaluar la precisión del método de ensayo cuando se aplica rutinariamente en un grupo dado de laboratorios de ensayo. La evaluación de la precisión se hace de los datos recolectados con el experimento interlaboratorio, con el análisis estadístico realizado de acuerdo con la NTC 3529-2 (ISO 5725-2). El estudio se realiza de manera que cada participante emprenda todos los procesos necesarios para realizar la medición, y en consecuencia, que se tengan en cuenta todos los factores de influencia pertinentes.

Se ha establecido que las repetibilidades de los laboratorios no son significativamente diferentes y que la desviación estándar de repetibilidad del método de ensayo se puede estimar como 0,22 g/km. La desviación estándar de reproducibilidad del método de ensayo se puede estimar como 0,28 g/km.

C1.3 Control del sesgo

La evaluación de la veracidad (control del sesgo contra una referencia) plantea inquietudes metodológicas y técnicas. No hay un “automóvil de referencia” en el sentido de un material de referencia; en consecuencia, la veracidad se debe controlar mediante la calibración del sistema de ensayo. Por ejemplo, la calibración de un análisis de CO se puede hacer con gas de referencia y la calibración del banco de rodillos se puede hacer para magnitudes tales como tiempo, longitud, velocidad y aceleración. Del conocimiento de las tasas de emisión a diferentes velocidades, y de información similar, se confirma que las incertidumbres asociadas con estas calibraciones no conducen a contribuciones significativas para la incertidumbre asociadas con el resultado de la medición (es decir, todas las incertidumbres calculadas son mucho menos que la desviación de la reproducibilidad estándar). En consecuencia, se considera que el sesgo está bajo debido control.

C.1.4 Precisión

Las corridas de ensayo típicas por duplicado han establecido que la repetibilidad es aproximadamente de 0,20 g/km. Esto está dentro del rango de repetibilidad encontrado en el estudio interlaboratorio; en consecuencia, se considera que la precisión está bajo un buen control.

C.1.5 Pertinencia de los elementos de ensayo

El alcance del método lo establece como adecuado para todos los vehículos dentro del alcance “automóvil de pasajeros”. Mientras que la mayoría de vehículos logran la conformidad en forma relativamente fácil, y la incertidumbre tiende a ser menor a niveles de emisiones inferiores, la incertidumbre es importante a niveles cercanos al límite reglamentario. Por tanto, se decidió tomar la incertidumbre estimada cerca del límite reglamentario como un estimado razonable y un poco conservador, de incertidumbre para niveles más bajos de CO. Tenga en cuenta que cuando un ensayo revela que un vehículo ha producido emisiones considerablemente superiores al límite, podría demostrar como necesaria la realización de algunos estudios de incertidumbre adicionales, si las comparaciones son críticas. Sin embargo, en la práctica, en ningún caso este vehículo se ofrecería para la venta sin modificaciones.

C.1.6 Estimado de la incertidumbre

Ya que los estudios anteriores han demostrado el control debido al sesgo y de la precisión dentro del laboratorio de ensayo, y no surgen factores de operaciones no realizadas durante el estudio colaborativo, la desviación estándar de reproducibilidad se usa para estimar la desviación estándar de incertidumbre, lo que conduce a una incertidumbre expandida de $U = 0,56$ g/km en donde $k = 2$

NOTA La interpretación de resultados con incertidumbres en el campo de ensayos de conformidad se considera en la NTC 5357-1 (ISO 10576-1).

C.2 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CARNE

C.2.1 Introducción

Los productos cárnicos están regulados para asegurar que el contenido de carne se declare en forma exacta. El contenido de carne se determina como una combinación de contenido de nitrógeno (convertido en proteínas totales) y contenido de grasa. En consecuencia, el presente ejemplo muestra el principio de combinar diferentes contribuciones a la incertidumbre, cada una de las cuales surge por sí misma principalmente de estimados de reproducibilidad, como se describe en el numeral 12.

C.2.2 Ecuaciones básicas

El contenido de carne total W_{carne} se define en la ecuación (C.1)

$$W_{carne} = W_{pro} + W_{grasa} \quad (C.1)$$

en donde

W_{pro} son las proteínas totales de la carne, expresadas como porcentaje en masa

W_{grasa} es el contenido total de grasa, expresado como porcentaje en masa

La proteína de la carne W_{pro} se calcula de la ecuación (C.2):

$$W_{pro} = 100 W_{mN} / f_N$$

en donde

f_N es un factor de nitrógeno específico para el material

W_{mN} es el contenido total de nitrógeno en la carne

En este caso, W_{mN} es idéntico al contenido total de nitrógeno, W_{iN} , como se determina mediante el análisis de Kjeldahl.

C.2.3 Etapas experimentales en la determinación del contenido de la carne

Los pasos experimentales involucrados en la determinación del contenido de la carne son:

- Determinar el contenido de grasa, W_{grasa}
- Determinar el contenido de nitrógeno, W_{mN} mediante Kjeldahl (media de mediciones por duplicado)
- Calcule el contenido de “carne desgrasada”, W_{pro} , y f_N [ecuación (C.2)]
- Calcule el contenido total de la carne, W_{carne} [ecuación (C.1)]

C.2.4 Componentes de incertidumbre

Los componentes de incertidumbre para considerar son los asociados con cada una de las cantidades enumeradas en el numeral C.2.3. El más significativo se relaciona con W_{pro} , que constituye aproximadamente el 90% de la masa de W_{carne} . Las mayores incertidumbres asociadas con W_{pro} surgen de lo siguiente:

- Incertidumbre en el factor f_N debido a conocimiento incompleto del material.
- Variaciones en la reproducibilidad del método, tanto entre corridas como en la ejecución detallada a largo plazo.
- Incertidumbre asociada con el sesgo del método.
- Incertidumbre en el contenido de grasa W_{grasa} .

NOTA Las incertidumbres a), b) y c) están asociadas con la muestra, el laboratorio y el método, respectivamente. Con frecuencia es conveniente considerar cada uno de estos tres factores cuando se identifican incertidumbres totales, al igual que cualquier consideración necesaria de los pasos individuales en el procedimiento.

C.2.5 Evaluación de los componentes de incertidumbre

C.2.5.1 Incertidumbre asociada con f_N

La incertidumbre asociada con f_N se puede estimar de un rango publicado de valores. La referencia [20] da los resultados de un estudio extensivo de factores de nitrógeno en la carne, lo que muestra una clara variación entre diferentes fuentes y cortes de carne. La referencia [20] también permite el cálculo de una desviación estándar observada para f_N de 0,052 y una desviación estándar relativa de 0,014 para un rango grande de tipos de muestras.

NOTA Los factores de nitrógeno determinados en la referencia [20] usaron el método Kjeldahl y en consecuencia son aplicables directamente para el presente propósito.

C.2.5.2 Incertidumbre asociada con W_{tN}

La información en dos ensayos colaborativos ^{[21], [22]} permite un estimado de la incertidumbre que surge de los errores en la reproducibilidad o en la ejecución del método. Un examen cercano de las condiciones de prueba muestra primero que cada una fue realizada en un rango amplio de tipos de muestra y con un rango bueno y representativo de laboratorios competentes, y segundo, que la desviación estándar de reproducibilidad s_R se correlaciona bien con el nivel de nitrógeno. Para ambas pruebas, la línea de mejor ajuste está dada por $s_R = 0,021 W_{tN}$. El mismo estudio muestra también que la desviación estándar de repetibilidad es aproximadamente proporcional a W_{tN} , con $s_r = 0,018 W_{tN}$, y un término interlaboratorio $s_L = 0,011 W_{tN}$.

El método especifica que cada medición se hace por duplicado y se saca el promedio. El término de repetibilidad, que es un estimado de la repetibilidad de resultados individuales, en consecuencia debe ajustarse para tener en cuenta el efecto al promediar los dos resultados dentro del laboratorio (véase el comentario relacionado con s_r en la Tabla 1.) La incertidumbre $u(W_{tN})$ asociada con el nitrógeno es en consecuencia:

$$u(W_{tN}) = W_{tN} \sqrt{s_L^2 + \frac{s_r^2}{2}} = W_{tN} \sqrt{0,011^2 + \frac{0,018^2}{2}} = 0,017 W_{tN} \quad (C.3)$$

La ecuación (C.3) forma el mejor estimado de la incertidumbre en W_{tN} que surge de variaciones razonables en la ejecución del método.

El valor de la repetibilidad también se usa como un criterio para aceptar la precisión del laboratorio individual; el método especifica que los resultados se deberían rechazar si la diferencia está por fuera del intervalo de confianza del 95% pertinente (aproximadamente igual a $1,96 s_r \sqrt{2}$). Esta verificación asegura que la precisión intralaboratorio para el laboratorio que realiza el ensayo está de acuerdo con la encontrada en el estudio colaborativo.

NOTA Si esta verificación falla con más frecuencia que aproximadamente el 5 % del tiempo, es probable que la precisión no esté bajo control suficiente y se requieren acciones para corregir el procedimiento.

También es necesario considerar la incertidumbre asociada con W_{tN} que surge del sesgo desconocido dentro del método. En ausencia de materiales de referencia confiables, un método establecido para determinar el sesgo es la comparación con métodos alternativos que operan con base en principios considerablemente independientes. Una comparación de los métodos Kjeldahl y de combustión para el nitrógeno total a través de un rango de tipos diferentes de muestras estableció una diferencia de 0,01 W_{tN} . Esto se encuentra dentro del criterio $2\sigma_D$ [ecuación 4] de la Guía 33 ISO, que confirma que las incertidumbres asociadas con el sesgo están previstas en forma suficiente dentro de las cifras de reproducibilidad.

C.2.5.3 Incertidumbre asociada con W_{grasa}

Los datos de ensayos colaborativos adicionales^[23] brindan un estimado de la desviación estándar de reproducibilidad de $0,02 W_{grasa}$. De nuevo el análisis se realiza por duplicado y los resultados se aceptan solamente si la diferencia está dentro del límite de repetibilidad apropiado, lo que asegura que la precisión del laboratorio está bajo control. El trabajo de verificación previa en un material de referencia adecuado para la determinación de grasa establece que las incertidumbres asociadas con el sesgo se tienen en cuenta en forma suficiente por las cifras de reproducibilidad.

C.2.6 Incertidumbre combinada

La Tabla C.1 ilustra los valores individuales y las incertidumbres calculadas usando las cifras anteriores.

Tabla C.1 Presupuesto de incertidumbre para contenido en la carne

Cantidad	Valor de x_i %	$u(x_i)$	$u(x_i)/x_i$
Contenido de grasa, W_{grasa}	5,50	0,110	0,020
Contenido de nitrógeno, W_{mN}	3,29	0,056	0,017
Factor de nitrógeno, f_N	3,65	0,052	0,014
Proteína de la carne W_{pro}	90,1	$90,1 \times 0,022 = 1,98$	$\sqrt{0,017^2 + 0,014^2} = 0,022$
Contenido total de la carne, W_{carne}	95,6	$\sqrt{1,98^2 + 0,110^2} = 1,98$	0,021

Se requiere un nivel de confianza de aproximadamente 95 %. Esto se obtiene multiplicando la incertidumbre estándar combinada, por un factor de cobertura k de 2, lo que da (al redondear a dos cifras significativas) una incertidumbre expandida en el contenido de carne de $U = 4,0$ %; es decir, $W_{carne} = 95,6 \% \pm 4,0 \%$.

NOTA “El contenido de carne” puede exceder legítimamente el 100% en algunos productos.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] ISO 3534-2, *Statistics. Vocabulary and Symbols. Part 2: Statistical Quality Control*. (NTC 2062-2)
- [2] ISO 3534-3, *Statistics. Vocabulary and Symbols. Part 3: Design of Experiments*. (NTC 2062-3).
- [3] ISO 5725-1:1994, *Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results. Part 1: General Principles and Definitions* (NTC 3529-1).
- [4] ISO 5725-2:1994, *Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results. Part 2 Basic Method for the Determination of Repeatability and Reproducibility of a Standard Measurement Method* (NTC 3529-2).
- [5] ISO 5725-4:1994, *Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and results. Part 4. Basic Methods for the Determination of the Trueness of a Standard Measurement Method*.
- [6] ISO 5725-5:1998, *Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results. Part 5. Alternative Methods for the Determination of the Precision of a Standard Measurement Method*.
- [7] ISO 5725-6:1994, *Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results. Part 6. Use in Practice of Accuracy Values*.
- [8] ISO/TR 7871:1997, *Cumulative Sum Charts. Guidance on Quality Control and Data Analysis Using CUSUM Techniques*.
- [9] ISO 8258:1991, *Shewhart Control Charts*. (NTC-ISO 8258).
- [10] ISO 11648 (All Parts), *Statistical Aspects of Sampling from Bulk Materials*. (NTC 5290, todas sus partes).
- [11] ISO/IEC 17025:2005, *General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories*.
- [12] ISO Guide 33:2000, *Uses of Certified Reference Materials*.
- [13] *Guide to the Expression of Uncertainty In Measurement (GUM)*, BIPM/IEC/IFCC/ISO/IUPAC/IUPAP/OIML, 1993 (Corrected and Reprinted, 1995) (GTC 51, Guía para la expresión de la incertidumbre en las mediciones).
- [14] *International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology (VIM)*, BIPM/IEC/IFCC/ISO/IUPAC/ IUPAP/OIML, 1993.
- [15] ISO/IEC Guide 43-1:1997, *Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons. Part 1. Development and Operation of Proficiency Testing Schemes*.
- [16] ISO/IEC Guide 43-2:1997, *Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons. Part 2. Selection and Use of Proficiency Testing Schemes by Laboratory Accreditation Bodies*.

-
- [17] AFNOR FD X07-021 (Oct 1999), *Fundamental Standards. Metrology and Application of Statistics Help to the Process for the Estimation and the use of Measurement and Test Results Uncertainty*.
- [18] *Recommendation INC-1* (1980), BIPM
- [19] KAARLS R. *Proc.-Verbal Com. Int. Poids et Mesures*, **49** (1981), BIPM, pp A.1-A.12

References for Example C.2

- [20] Analytical Methods Committee. *Analyst*, **118** (1993), p. 1217
- [21] SHURE B., CORRAO P.A., GLOVER A., MALINOWSKI A.J. *J. AOAC Int.*, **65** (1982), p. 1339
- [22] KING-BRINK M., SEBRANEK J.G. *J. AOAC Int.*, **76** (1993), p. 787
- [23] BREESE JONES D. *US Department of Agriculture Circular No. 183* (August 1931)
- [24] DECISIÓN DE LA COMISIÓN de 12 de agosto de 2002, por la que se aplica la Directiva 96/23/CE del Consejo en cuanto al funcionamiento de los métodos analíticos y la interpretación de los resultados. [notificada con el número C(2002) 3044] (Texto pertinente a efectos del EEE) (2002/657/CE). Numeral 1.9. «Estudio colaborativo»: análisis de una misma muestra con un mismo método para determinar las características de funcionamiento del método. El estudio cubre el error aleatorio de medición y el sesgo de laboratorio. Disponible en:

http://europa.eu.int/eur-lex/pri/es/oj/dat/2002/l_221/l_22120020817es00080036.pdf

DOCUMENTO DE REFERENCIA

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *Guidance for the Use of Repeatability, Reproducibility and Trueness Estimates in Measurement Uncertainty Estimation*. Genève: ISO, 2004, 30 p. (ISO TS 21748).