CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

1. OBJETIVO

Establecer los criterios para la estimación y expresión de la incertidumbre de la medición en los ensayos y calibraciones, evitando toda posibilidad de ocurrencia.

2. ALCANCE

Inicia con el grado de rigor requerido en una estimación de la incertidumbre de la medición, con los requisitos del método de ensayo, los requisitos del cliente hasta la existencia de los límites estrechos en los que se basan las decisiones sobre la conformidad con una especificación. Incluye los equipos del Laboratorio Ambiental y Matriz Aire- Sistema de Vigilancia de la Calidad de Aire.

3. RESPONSABILIDAD

Director General, Jefe del Laboratorio Director Técnico, Secretario General, Profesional Universitario Código 2044 Grado 05

4. DOCUMENTOS ASOCIADOS O REFERENCIAS

Ver Proceso de Gestión de Medición y Análisis Ambiental. NTC ISO 17025:2005. Apartado 5.4.6. Eurachem/ CITAC Guide CG 4 Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (Cuantificación de la Incertidumbre en Mediciones Analíticas) JCGM 100: 2008 Evaluation of measurement data- Guide to the expression of uncertainty in measurement (Evaluación de datos de medición. Guía para la expresión de la incertidumbre en mediciones).

5. GENERALIDADES DEL PROCEDIMIENTO

Generalmente es aceptado que si un resultado es apto para el propósito al cual se destinará, es preciso ejecutar una estimación de la incertidumbre de medición y compararla con el nivel de confianza requerido. La incertidumbre está relacionada a los instrumentos de medida, al método analítico, al muestreo, al tipo de muestra, entre otros.

6. REGISTROS

- Hojas de Vida de los Equipos de medición
- Hoja de calibración

- Informe de Resultados de la Estimación de la Incertidumbre (en proceso sistemas de información que contengan formularios de captura de datos y reglas en las actividades propias del proceso.)

7. DESARROLLO DEL PROCEDIMIENTO

- El Jefe del Laboratorio Ambiental con funciones de Director Técnico, responsable de la Matriz Aire, establece la forma como: se presentan los resultados calculados, seguir el método de ensayo y las instrucciones para informar los resultados tan como indica el numeral 5.10 de la NTC ISO IEC 17025.
- Deben tener en cuenta los componentes de la incertidumbre que sean de importancia en la situación dada, utilizando los métodos apropiados para el análisis.
- Conocer que las fuentes que contribuyen a la incertidumbre pueden incluirseG pero no se limitan necesariamente, a los patrones de referencia y los materiales de referencia utilizados, los métodos y los equipos utilizados, las condiciones ambientales, las propiedades y la condición del ítem sometido al ensayo o la calibración y el analista.
- Cuando se estima la incertidumbre de medición, normalmente no se tiene en cuenta el comportamiento previsto a largo plazo del item ensayado o calibración.

CONDICIONES PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN EL LABORATORIO AMBIENTAL.

Aparte de de los lineamientos citados se debe garantizar que todas las condiciones operativas del laboratorio, estén conformes a los requerimientos técnicos: a) Condiciones ambientales controladas, b) Métodos ya validados, c) Equipos calibrados y/o en condiciones estándar de uso, d) Analistas con competencia certificada y con autorización para realizar los ensayos a los que se les va a estimar la incertidumbre y, e) El uso de consumibles, las muestras a ensayar o materiales de referencia preservados, y conformes a los requerimientos para ensayo. d) Recursos humanos (Aplicación de las 5 M- a) Medio Ambiente, b) Métodos, c) Máquinas- equipos, d) Mano de obra, e) Materiales del Proceso Gestión de Medición y Análisis Ambiental). Los anteriores factores representan las cinco (5) condiciones para el control del proceso y garantizar la confiabilidad en el resultado, de acuerdo con el Apartado 5.1 de la NTC-ISO 17025: 2005.

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

Es primordial, que la metodología utilizada para la estimación, se fundamente en publicaciones o términos de referencia normativos reconocidos como los citados en los documentos asociados.

Se estimará la incertidumbre relacionada al resultado para cada uno de los ensayos realizados a la matriz de aire.

En los siguientes numerales se resumen las tareas que necesitan ser desarrolladas, en los casos que apliquen y/o puedan ser realizadas, en orden para obtener un estimado de la incertidumbre asociado con un resultado de medición.

7.1 ESPECIFICAR EL MESURADO

El propósito de una medición es determinar el valor de una magnitud, llamada el mesurado. El principio de medición es el fundamento científico usado para realizar una medición. El método de medición y el procedimiento de medición son determinantes en el valor de la incertidumbre de medición.

En el contexto de la estimación de la incertidumbre la “especificación del mesurado” requiere que se redacte una definición clara y sin ambigüedades de lo que está siendo medido y una expresión cuantitativa (fórmula o modelo matemático) que relaciona el valor del mesurado con los parámetros de los que él depende. Estos parámetros pueden ser otros mesurados, cantidades que no son directamente medidas o constantes. Debe quedar claro si el paso del muestreo queda incluido dentro del procedimiento o no.

7.1.1 Modelo Matemático

Considerando la medición como un proceso, se identifican magnitudes de entrada (variables en las formulas) denotadas por el conjunto $\mathbf{X_i}$, expresión en la cual el índice **i** toma valores entre 1 y el numero de magnitudes de entrada **n**.

La relación entre las magnitudes de entrada y el mesurado Y como la magnitud de salida se presenta como una función

$$Y = f(\{X_i\} = f(X_1, X_2, ..., X_n)$$

En este procedimiento se denotará con xi al mejor estimado (valor) de las magnitudes de estrada Xi.

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

Los valores de las magnitudes de entrada pueden ser resultados de mediciones recientes o tomadas de fuentes como certificados, literatura, manuales.
En algunas ocasiones se toma el mejor estimado de Y como el promedio de varios valores $\{y_i\}$ del mesurado obtenido a partir de diversos conjuntos de valores $[X_i]_j$ de las magnitudes de entrada.

7.2 IDENTIFICAR FUENTES DE INCERTIDUMBRE

Determinados el mesurado, el principio, el método y el procedimiento de medición, se identifican las posibles fuentes de incertidumbre. Estas provienen de los diversos factores involucrados en la medición, por ejemplo:

- Muestreo
- Condiciones de almacenamiento de la muestra
- Corrección por el blanco
- Resultados de la calibración del instrumento
- Incertidumbre del patrón o del material de referencia.
- Repetibilidad de las lecturas
- Reproducibilidad de la medición por cambio de observadores, instrumentos u otros elementos.
- Variación de las condiciones ambientales
- La definición incorrecta del mesurado
- Interferencia de matriz
- Pre tratamiento de la muestra (Digestión, limpieza)
- Efectos del operador
- Efectos aleatorios

Una recomendación para hallar las fuentes de incertidumbre es iniciar con la expresión básica (formula), usada para calcular el mesurado a partir de valores intermedios. Todos los parámetros en esta expresión pueden tener una incertidumbre asociada con su valor y son por eso fuentes

potenciales de incertidumbre. Adicionalmente pueden haber otros parámetros que no aparecen explícitamente en la expresión usada para calcular el valor del mesurado, pero sin embrago afectan los resultados de la medición, como por ejemplo el tiempo de extracción o la temperatura: estas son también fuentes potenciales de incertidumbre.

Los diagramas causa-efecto o espina de pescado, son una forma conveniente para listar las fuentes de incertidumbre, pues muestran como se relacionan entre ellas y indican su influencia en la incertidumbre del resultado. Esto también ayuda a evitar doble conteo de fuentes.

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

Obtenida la lista de fuentes de incertidumbre, sus efectos en principio pueden ser representados por un modelo formal de medición en el cual cada efecto es asociado con un parámetro o variable en la ecuación. La ecuación entonces forma un modelo completo del proceso de medición en términos de todos los factores individuales que afectan el resultado.

Adicionalmente puede ser útil considerar el procedimiento de medición como una serie de operaciones discretas (operaciones unitarias), cada una de las cuales puede ser evaluada por separado para obtener un estimado de la incertidumbre asociado con ella. Esto es particularmente útil cuando procedimientos de medición similares comparten operaciones unitarias comunes.

No es recomendable desechar alguna fuente de incertidumbre por la suposición de que es poco significativa sin una cuantificación previa de su contribución, comparada con las demás y apoyada en mediciones.

7.3 CUANTIFICAR LOS COMPONENTES DE LA INCERTIDUMBRE

Cada uno de los componentes de la incertidumbre debe ser expresado como una desviación estándar, denominada incertidumbre estándar. Se debe hacer una estimación preliminar de la incertidumbre estándar **u(y´)** de cada fuente individual.

Se debe recoger toda la información y datos disponibles a partir de la lista de fuentes de incertidumbre. El objetivo es establecer qué datos están disponibles. Se deben buscar datos de la literatura, especificaciones de equipos, certificados del material de referencia, certificados de calibración. En ocasiones es necesario llevar a cabo experimentos para obtener información. Esta información se va organizando para guiar la estimación de la incertidumbre**.** La cuantificación puede ser hecha por:

- La evaluación de la incertidumbre proveniente de cada fuente individual, y una posterior combinación de ellas.
- Determinando directamente la contribución combinada a la incertidumbre sobre el resultado de algunas de todas las fuentes usando datos del desarrollo del método.

Se distinguen dos métodos principales para cuantificar las fuentes de incertidumbre: El método de Evaluación Tipo A, el cual está basado en un análisis estadístico de una serie de mediciones, mientras el método de evaluación Tipo B comprende todas las demás maneras de estimar la incertidumbre. Ambos tipos están basados en distribuciones de probabilidades. La única diferencia es que en las evaluaciones Tipo A se estima esta distribución basándose en mediciones repetidas obtenidas del mismo proceso de

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

medición, mientras que en el Tipo B se supone una distribución con base en experiencia o información externa.

7.3.1 Evaluación Tipo A

La incertidumbre de una magnitud de entrada Xi obtenida a partir de observaciones repetidas bajo condiciones de repetibilidad, se estima con base en la dispersión de los resultados individuales. La incertidumbre estándar u(xi) de Xi se obtiene mediante el cálculo de la desviación estándar experimental de la media:

$$u(x_i) = \frac{s(q)}{\sqrt{n}} = \frac{1}{\sqrt{n}} * \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum (q_k - \bar{q})^2}$$

En pocos casos se recomienda o requiere un número mayor de 10 repeticiones. Para determinar el impacto que tiene n en la incertidumbre expandida hay que estimar su influencia en el número de grados efectivos de libertad.

Otras fuentes de incertidumbre que se evalúan con este método son la reproducibilidad y las obtenidas al hacer una regresión lineal.

7.3.2 Evaluación Tipo B

Las fuentes de incertidumbre *Tipo B* son cuantificadas usando información externa u obtenida por experiencia. Estas fuentes de información pueden ser:

- Certificados de calibración
- Manuales del instrumento de medición, especificaciones del instrumento
- Normas o literatura
- Valores de mediciones anteriores
- Conocimientos sobre las características o el comportamiento del sistema de medición.

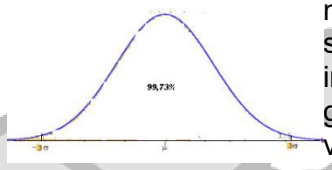
7.3.3 Distribuciones de Probabilidad

La cuantificación de una fuente de incertidumbre incluye la asignación de un valor y la determinación de la distribución a la cual se refiere este valor. Pero antes de comparar y combinar distribuciones de la incertidumbre que tienen distribuciones diferentes, es necesario representar los valores de las incertidumbres originales como incertidumbre estándar. Para ello se determina la desviación estándar de la distribución asignada a cada fuente. Para diligenciar la información correspondiente a la distribución de probabilidad de la fuente de incertidumbre se debe especificar si es *Tipo A* o *Tipo B*, cuál es su

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

distribución y el factor de cobertura ***K*** si es necesario. Las distribuciones más frecuentes son:

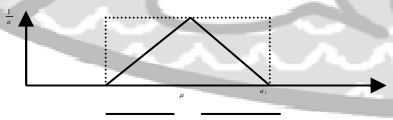
7.3.3.1 Distribución normal



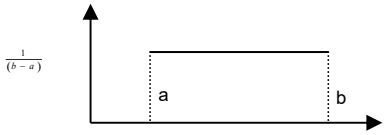
Los resultados de una medición repetida afectada por una o más magnitudes de influencia que varían aleatoriamente, generalmente siguen en buena aproximación una distribución normal. También la incertidumbre indicada en certificados de calibración se refiere generalmente a una distribución normal. Cuando se dispone de valores de una incertidumbre expandida U, como los presentados por ejemplo en certificados de calibración, se divide U entre el factor de cobertura *k*, obtenido ya sea directamente o a partir de un nivel de confianza dado.

$$u(x_i) = \frac{U}{k}$$

Para datos provenientes de ensayos de repetibilidad se usa la fórmula mostrada en el numeral 7.3.1.



7.3.3.2 Distribución rectangular



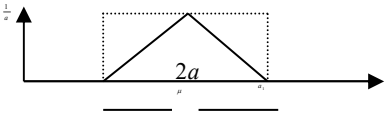
Si la magnitud de entrada X_i tiene una distribución rectangular con el límite superior a_+ y el límite inferior a_-. Una aplicación típica es la resolución de un instrumento digital. El mejor estimado para el valor de *Xi* esta dado por:

$$x_i = \frac{(a_+) + (a_-)}{2} \text{...y..la..incertidumbre..estándar..se..calcula..por.....} u(x_i) = \frac{(a_+) - (a_-)}{\sqrt{12}} = \frac{a}{\sqrt{3}}$$

7.3.3.3 Distribución triangular

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO



Si además del conocimiento de los límites superior e inferior hay evidencia de que la probabilidad es más alta para valores en el centro del intervalo y se reduce hacía los límites, puede ser más adecuado basar la estimación de la incertidumbre en una distribución triangular. El mejor estimado para el valor de X_i esta dado por:

$$x_i = \frac{(a_+)+(a_-)}{2} \text{...y..la..incertidumbre..estándar..se..calcula..por.....} u(x_i) = \frac{(a_+)-(a_-)}{\sqrt{24}} = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

7.4 CALCULAR LA INCERTIDUMBRE COMBINADA

La información obtenida en el numeral anterior consiste en un número de contribuciones cuantificadas a la incertidumbre total, ya sea asociada con fuentes individuales o con el efecto combinado de varias fuentes. La contribución tiene que ser expresada como desviaciones estándar y combinada de acuerdo a las reglas apropiadas para dar una incertidumbre estándar combinada. El factor apropiado de cubrimiento ***K*** debe ser aplicado para dar una incertidumbre expandida. El resultado de la combinación de las contribuciones de todas las fuentes es la incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$, la cual contiene toda la información esencial sobre la incertidumbre del mesurando ***Y***.

La contribución $u_i(y)$ de cada fuente a la incertidumbre combinada depende de la incertidumbre estándar $u(x_i)$ de la propia fuente y del impacto de la fuente sobre el mesurando. Es posible encontrar que una pequeña variación de alguna de las magnitudes de influencia tenga un impacto importante en el mesurando y viceversa. Se determina $u_i(y)$ por el producto de $u(x_i)$ y su coeficiente de sensibilidad o factor de sensibilidad c_i.

$$u_i(y) = c_i * u(x_i)$$

El coeficiente de sensibilidad describe, qué tan sensible es el mesurando con respecto a variaciones de la magnitud de entrada correspondiente. Existen dos métodos para la determinación del coeficiente de sensibilidad:

a) A partir de una relación funcional: Si el modelo matemático para el mesurando describe la influencia de la magnitud de entrada X_i suficientemente bien mediante una relación funcional, el c_i se calcula por la derivada parcial de ***f*** con respecto a X_i. , siendo ***f*** cada una de las variables del modelo matemático.

b) Otros métodos: Si la influencia de la magnitud de entrada X_i en el mesurando ***Y*** no está representada por una relación funcional, se determina el coeficiente de sensibilidad c_i por una estimación del impacto de una variación de X_i en ***Y*** según:

$$c_i = \frac{\Delta Y}{\Delta X_i}$$

Esta información puede ser obtenida de gráficas o tablas.

7.5 CALCULAR LA PROPAGACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE PARA MAGNITUDES DE ENTRADA NO CORRELACIONADAS

En el caso de magnitudes de entrada no correlacionadas, la incertidumbre combinada $u_c(y)$ se calcula por la suma geométrica de las contribuciones particulares:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^{N} u_i^2$$

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left[c_i * u(x_i)\right]^2} = \sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left[\frac{\partial f}{\partial x_i} * u(x_i)\right]^2}$$

Ley de propagación de la incertidumbre

7.6 CALCULAR LA INCERTIDUMBRE EXPANDIDA

La incertidumbre combinada estándar u_c representa un intervalo centrado en el mejor estimado del mesurando que contiene el valor verdadero con una probabilidad del 68% aproximadamente, bajo la suposición de que los posibles valores del mesurando siguen una distribución normal. Generalmente se desea una probabilidad mayor, lo que se obtiene expandiendo el intervalo de incertidumbre por un factor, llamado factor de cobertura. El resultado se llama incertidumbre expandida U.

$$U = k * u_c$$

La incertidumbre expandida U indica entonces un intervalo que representa una fracción p de los valores que puede probablemente tomar el mesurando. El valor de p es llamado el nivel de confianza y puede ser elegido a conveniencia.

En una distribución normal, k =1 corresponde a p =68,27%, k =2 a p =95.45%. En una distribución rectangular p =57.7% si k =1.

7.7 EXPRESAR LA INCERTIDUMBRE

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

En el Laboratorio Ambiental la política es expresar los resultados de las mediciones con un nivel de confianza no menor al 95%. La expresión de la incertidumbre expandida ***U*** incluye su indicación como un intervalo centrado en el mejor estimado del mesurando, la afirmación de que ***p*** es del 95% aproximadamente y el número efectivo de grados de libertad, cuando sea requerido. La manera de expresar el resultado de la medición es:

$$Y = y \pm U$$

El número de cifras significativas en la expresión de la incertidumbre es generalmente uno, o dos cuando la exactitud es alta. Además debe asegurarse que el número de cifras significativas del valor del mesurando sea consistente con el de la incertidumbre. El valor de incertidumbre siempre debe acompañarse por las unidades del mesurando.

7.8 CALCULAR LA INCERTIDUMBRE DEBIDA A OPERACIONES BÁSICAS

7.8.1 Preparación de Soluciones- Pesada del Reactivo - No aplica

7.8.1.1 Incertidumbre Estándar de la Pesada del Reactivo - No aplica

Calibración de la balanza: Esta contribución se obtiene a partir de la incertidumbre μ del certificado de calibración entregado por el proveedor del servicio. Se divide por 1,96 si se establece que el proveedor realiza los cálculos de incertidumbre con un nivel de confianza del 95% con una distribución normal, en caso contrario se asigna 0,5 mg como valor típico.

$$\mu 1 = \mu / 1{,}96$$

Verificación de la balanza: Se establece esta contribución a través de la desviación estándar de un grupo de diez mediciones como mínimo realizadas con una pesa (Puede ser certificada u otro material estable mantenido en el desecador). Otra opción para obtener la desviación, es utilizar la reportada en el momento de la calibración de la balanza.

$$\mu 2 = s$$

7.8.1.2 Incertidumbre Combinada en la Pesada U_c

La incertidumbre combinada de la pesada corresponde a la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de μ1 y μ2.

$$U_c = \sqrt{(\mu 1^2 + \mu 2^2)}$$

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

7.8.1.3 Incertidumbre Estándar Relativa (IER) para el Peso.

Con el valor nominal del peso, calculamos la IER, la que corresponde a la relación entre la incertidumbre combinada y el peso, así:

$$IER1 = U_c/Peso$$

7.8.2 Preparación de Soluciones - Pureza del Reactivo.

Este tipo de contribución se obtiene a partir de la información de pureza indicada en la etiqueta del reactivo (X±μ) o en los certificados correspondientes. – **No aplica**

7.8.2.1 Incertidumbre Estándar de la Pureza del Reactivo

El valor de su pureza y su incertidumbre normalmente vienen expresados en porcentaje, por lo tanto se deben dividir entre 100 antes de calcular la incertidumbre estándar. **No aplica**

$$\mu 3 = \mu/\sqrt{3}$$

Se asume $\sqrt{3}$ para la distribución rectangular, cuando no se especifica el intervalo de confianza ni la forma o simetría de la distribución.

7.8.2.2 Incertidumbre Combinada para la Pureza U_c

Esta es igual a la incertidumbre estándar porque no hay sino un componente para evaluar, entonces:

$$\mu 3 = U_c$$

7.8.2.3 Incertidumbre Estándar Relativa (IER) para la Pureza.

Con el valor nominal de la pureza, calculamos la IER, la que corresponde a la relación entre la incertidumbre combinada y la pureza, así:

$$IER2 = U_c/Pureza$$

7.8.3 Preparación de Soluciones - Peso Formula del Reactivo

Esta incertidumbre es obtenida a partir de la incertidumbre μ de los pesos atómicos de cada uno de los elementos (reportados por la IUPAC) involucrados en la fórmula del reactivio.

Incertidumbre estándar del elemento en la formula $A_mB_nC_o$.

$$\mu 4 = \mu(A)/\sqrt{3}*m$$

$$\mu 5 = \mu(B)/\sqrt{3}*n$$

$$\mu 6 = \mu(C)/\sqrt{3}*o$$

7.8.3.1 Incertidumbre Combinada en el Peso Formula U_c

La incertidumbre combinada corresponde a la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de μ4 a μ6.

$$U_c = \sqrt{(\mu 4^2+\mu 5^2+\mu 6^2)}$$

7.8.3.2 Incertidumbre Estándar Relativa (IER) para el Peso Formula.

Con el valor nominal, calculamos la IER, la que corresponde a la relación entre la incertidumbre combinada y el peso formula, así:

$$IER3 = U_c/\text{Peso formula}$$

7.8.4 Preparación de Soluciones - Dilución del Reactivo No aplica

7.8.4.1 Incertidumbre Estándar de la Dilución del Reactivo No aplica

Esta incertidumbre es obtenida a partir de la incertidumbre μ del material volumétrico utilizado para aforar la solución.

$$\mu 7 = \mu/\sqrt{3}$$

Se asume una distribución rectangular a menos que el fabricante indique otro tipo de distribución (nivel de confianza) diferente

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

7.8.4.2 Incertidumbre Estándar de la Diferencia de Temperatura de Calibración del Material Volumétrico del Aforo. No Aplica

Esta incertidumbre es obtenida a partir de una variación estimada en la temperatura de 3°C del coeficiente de expansión de volumen para el agua $2,1*10^{-4}$°C y el volumen del material volumétrico utilizado para la medición de la muestra (x). Se asume 3°C, como una variación normal en un laboratorio, que debe mantener la temperatura de sus ensayos prácticamente constante.

$$\mu 8 = [x*3,2*10^{-4}°C\ ]/\sqrt{3}$$

Se divide entre √3 asumiendo distribución rectangular.

7.8.4.3 Incertidumbre Estándar de la Verificación del Material Volumétrico. No aplica

Esta contribución se obtiene a partir de la desviación estándar (s) calculada a partir de la verificación del volumen (10 mediciones como mínimo) del material volumétrico usado para medir la muestra.

$$\mu 9 = s$$

7.8.4.4 Incertidumbre Combinada de la Dilución del Reactivo U_c . No aplica

La incertidumbre combinada corresponde a la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de μ7 a μ9.

$$U_c = \sqrt{(\mu 7^2+\mu 8^2+\mu 9^2)}$$

7.8.4.5 Incertidumbre Estándar Relativa (IER) para la Dilución del Reactivo. No aplica

Con el valor nominal, calculamos la IER, la que corresponde a la relación entre la incertidumbre combinada y el volumen, así:

$$IER4 = U_c/\text{Volumen balón}$$

7.8.5 Preparación de Soluciones - Incertidumbre Combinada No aplica

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

Para el cálculo de la incertidumbre combinada en la preparación de soluciones se reúnen todas las contribuciones de incertidumbre relativa estándar en la preparación de la solución.

$$U_{c\,1} = \sqrt{(IER1^2+IER2^2+IER3^2+IER4^2)}$$

7.9 CALCULAR LA INCERTIDUMBRE DEBIDA A MEDICIÓN DEL VOLUMEN DE REACTIVO No aplica

7.9.1 Medición del Volumen de Reactivo- Incertidumbre Combinada

7.9.1.1 Incertidumbre Estándar de la Pipeta para la Toma de Alícuota (Estándar, Muestra o Blanco).

Esta incertidumbre se obtiene del valor μ indicado en el material volumétrico o en el certificado respectivo (debe ser suministrado por el proveedor).

$$\mu 10 = \mu/\sqrt{3}$$

Se asume una distribución rectangular a menos que el fabricante indique otro tipo de distribución (nivel de confianza) diferente.

7.9.1.2 Incertidumbre Estándar de la Diferencia de Temperatura de Calibración del Material Volumétrico de la Alícuota.

Esta contribución es obtenida a partir de una variación estimada en la temperatura de 3°C del coeficiente de expansión de volumen para el agua $2{,}1*10^{-4}$°C y el volumen del material volumétrico utilizado para la medición de la muestra (x).

$$\mu 11 = [x*3{,}2*10^{-4}°C\,]/\sqrt{3}$$

7.9.1.3 Incertidumbre Estándar de la Verificación del Material Volumétrico.

Esta contribución se obtiene a partir de la desviación estándar (s) calculada a partir de la verificación del volumen (10 mediciones como mínimo) del material volumétrico usado para medir la muestra.

$$\mu 12 = s$$

7.9.1.4 Incertidumbre Combinada de la Dilución del Reactivo U_c

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

La incertidumbre combinada corresponde a la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de μ10 a μ12.

$$U_c = \sqrt{(\mu 10^2+\mu 11^2+\mu 12^2)}$$

7.9.1.5 Incertidumbre Estándar Relativa (IER) para la Medición de la Alícuota.

Con el valor del volumen del balon, calculamos la IER (Incertidumbre estándar relativa), la que corresponde a la relación entre la incertidumbre combinada y el volumen, así:

$$IER5 = U_c/\text{Volumen pipeta}$$

7.10 CALCULAR LA INCERTIDUMBRE DEBIDA A LA LECTURA DEL EQUIPO

7.10.1 Incertidumbre Estándar de la Lectura del Equipo.

La incertidumbre de la lectura en el equipo, aparece reportada en los manuales de los equipos, para cada una de las lecturas, volumen, absorbancia, turbiedad, en el caso que no se encuentre reportada, se toma como guía la desviación estándar de los patrones en el rango adecuado.

$$\mu 13 = \mu/\sqrt{3}$$

7.10.2 Incertidumbre Estándar Relativa (IER) de la Lectura del Equipo.

Con el valor de concentración, calculamos la IER (Incertidumbre estándar relativa), la que corresponde a la relación entre la incertidumbre combinada y la concentración, así:

$$IER6 = \mu 13/\text{Concentración}$$

7.11 CALCULAR LA INCERTIDUMBRE COMBINADA TOTAL.

Calculamos la incertidumbre combinada total sumando las IER elevados al cuadrado y aplicando la raíz:

$$U_{c\,2} = \sqrt{(IER5^2+IER6^2)}$$

Sumamos $U_{c\,1}$ y $U_{c\,2}$ y obtenemos la incertidumbre combinada total

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

7.12 CALCULAR LA INCERTIDUMBRE EXPANDIDA TOTAL.

De acuerdo a la definición obtenemos:

$$U = 2*U_{CT}*X$$

Donde X es el valor de la concentración del patrón o muestra calculada y 2 es el factor k de acuerdo al intervalo de confianza del 95%.

7.13 DESCRIPCION DE ACTIVIDADES

Ítem	Descripción de Actividades	Responsables
01	El Técnico operativo toma diez (10) datos de medición de flujo en el equipo muestreador de alto volumen para determinar la desviación de las medidas. El Técnico operativo toma diez (10) datos de pesaje o Repetibilidad en la balanza, se determina la desviación de las medidas.	Técnicos operativos
02	El Profesional Asesor Externo y el Profesional Universitario realizan las operaciones matemáticas para determinar el resultado de las desviaciones de los datos tomados por los técnicos operativos.	Profesional universitario/ profesional asesor externo
03	El Profesional Asesor Externo con los resultados obtenidos de los cálculos de desviación de los técnicos operativos, realiza el cálculo de la incertidumbre combinada, que obedecé a la suma de la incertidumbre de la balanza, la cual se encuentra en el certificado de calibración y la incertidumbre de los técnicos operativos. Fin del procedimiento.	profesional asesor externo

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

DEFINICIONES

Fuente: JCGM 200:2008 *"Vocabulario Internacional de Metrología - Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados"* (Traducción al español del VIM-3ª)

Exactitud de medida
Proximidad entre un **valor medido** y un **valor verdadero** de un **mensurando.**

*NOTA 1 — El concepto "exactitud de medida" no es una magnitud y no se expresa numéricamente. Se dice que una **medición** es más exacta cuanto más pequeño es el error de medida.*
*NOTA 2 — El término "exactitud de medida" no debe utilizarse en lugar de "**veracidad de medida**", al igual que el término "**precisión de medida**"tampoco debe utilizarse en lugar de "exactitud de medida", ya que esta última incluye ambos conceptos.*
NOTA 3 — La exactitud de medida se interpreta a veces como la proximidad entre los valores medidos atribuidos al mensurando.

Error de medida
Diferencia entre un valor medido de una magnitud y un valor de referencia

NOTA 1 — El concepto de error de medida puede emplearse
a) cuando exista un único valor de referencia, como en el caso de realizar una calibración mediante un patrón cuyo valor medido tenga una incertidumbre de medida despreciable, o cuando se toma un valor convencional, en cuyo caso el error es conocido.
b) cuando el mensurando se supone representado por un valor verdadero único o por un conjunto de valores verdaderos, de amplitud despreciable, en cuyo caso el error es desconocido.
NOTA 2 — Conviene no confundir el error de medida con un error en la producción o con un error humano.

Error sistemático de medida
Componente del error de medida que, en mediciones repetidas, permanece constante o varía de manera predecible

NOTA 1 — El valor de referencia para un error sistemático es un valor verdadero, un valor medido de un patrón cuya incertidumbre de medida es despreciable, o un valor convencional.
NOTA 2 — El error sistemático y sus causas pueden ser conocidas o no. Para compensar un error sistemático conocido puede aplicarse una corrección.
NOTA 3 — El error sistemático es igual a la diferencia entre el error de medida y el error aleatorio.

Sesgo de medida
Valor estimado de un error sistemático

Error aleatorio de medida
Componente del error de medida que, en mediciones repetidas, varía de manera impredecible

NOTA 1 — El valor de referencia para un error aleatorio es la media que se obtendría de un número infinito de mediciones repetidas del mismo mensurando.
NOTA 2 — Los errores aleatorios de un conjunto de mediciones repetidas forman una distribución que puede representarse por su esperanza matemática, generalmente nula, y por su varianza.
NOTA 3 — El error aleatorio es igual a la diferencia entre el error de medida y el error sistemático.

Precisión de medida
Proximidad entre las indicaciones o los valores medidos obtenidos en mediciones repetidas de un mismo objeto, o de objetos similares, bajo condiciones especificadas

NOTA 1 — Es habitual que la precisión de una medida se exprese numéricamente mediante medidas de dispersión tales como la desviación típica, la varianza o el coeficiente de variación bajo las condiciones especificadas.
NOTA 2 — Las "condiciones especificadas" pueden ser condiciones de repetibilidad, condiciones de precisión intermedia, o condiciones de reproducibilidad (véase la norma ISO 5725-3:1994).
NOTA 3 — La precisión se utiliza para definir la repetibilidad de medida, la precisión intermedia y la reproducibilidad.
NOTA 4 — Con frecuencia, "precisión de medida" se utiliza, erróneamente, en lugar de "exactitud de medida". Material de referencia certificado

Repetibilidad de medida
Precisión de medida bajo un conjunto de condiciones de repetibilidad

Condición de repetibilidad de una medición
Condición de medición, dentro de un conjunto de condiciones que incluye el mismo procedimiento de medida, los mismos operadores, el mismo sistema de medida, las mismas condiciones de operación y el mismo lugar, así como mediciones repetidas del mismo objeto o de un objeto similar en un periodo corto de tiempo

NOTA 1 — Una condición de medición es una condición de repetibilidad únicamente respecto a un conjunto dado de condiciones de repetibilidad

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

NOTA 2 — En química, el término "condición de precisión intra-serie" se utiliza algunas veces para referirse a este concepto.

Reproducibilidad de medida
Precisión de medida bajo un conjunto de condiciones de reproducibilidad

NOTA En las normas ISO 5725-1:1994 e ISO 5725-2:1994 se detallan los términos estadísticos pertinentes.

Condición de reproducibilidad de una medición
Condición de medición, dentro de un conjunto de condiciones que incluye diferentes lugares, operadores, sistemas de medida y mediciones repetidas de los mismos objetos u objetos similares

NOTA 1 — Los diferentes sistemas de medición pueden utilizar diferentes procedimientos de medida.
NOTA 2 — En la práctica, conviene que toda especificación relativa a las condiciones incluya las condiciones que varían y las que no

Trazabilidad metrológica
Propiedad de un resultado de medida por la cual el resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida

NOTA 1 — En esta definición, la referencia puede ser la definición de una unidad de medida, mediante una realización práctica, un procedimiento de medida que incluya la unidad de medida cuando se trate de una magnitud no ordinal, o un patrón.
NOTA 2 — La trazabilidad metrológica requiere una jerarquía de calibración establecida.
NOTA 3 — La especificación de la referencia debe incluir la fecha en la cual se utilizó dicha referencia, junto con cualquier otra información metrológica relevante sobre la referencia, tal como la fecha en que se haya realizado la primera calibración en la jerarquía.
NOTA 4 — Para mediciones con más de una magnitud de entrada en el modelo de medición, cada valor de entrada debiera ser metrológicamente trazable y la jerarquía de calibración puede tener forma de estructura ramificada o de red. El esfuerzo realizado para establecer la trazabilidad metrológica de cada valor de entrada debería ser en proporción a sucontribución relativa al resultado de la medición.
NOTA 5 — La trazabilidad metrológica de un resultado de medida no garantiza por sí misma la adecuación de la incertidumbre de medida a un fin dado, o la ausencia de errores humanos.

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

NOTA 6 — La comparación entre dos patrones de medida puede considerarse como una calibración si ésta se utiliza para comprobar, y si procede, corregir el valor y la incertidumbre atribuidos a uno de los patrones.
NOTA 7 — La ILAC considera que los elementos necesarios para confirmar la trazabilidad metrológica son: una cadena de trazabilidad metrológica ininterrumpida a un patrón internacional o a un patrón nacional, una incertidumbre de medida documentada, un procedimiento de medida documentado, una competencia técnica reconocida, la trazabilidad metrológica al SI y los intervalos entre calibraciones (véase ILAC P-10:2002).
NOTA 8 - Algunas veces el término abreviado "trazabilidad" se utiliza en lugar de "trazabilidad metrológica" así como para otros conceptos, como trazabilidad de una muestra, de un documento, de un instrumento, de un material, etc., cuando interviene el historial ("traza") del elemento en cuestión. Por tanto, es preferible utilizar el término completo "trazabilidad metrológica" para evitar confusión.

Incertidumbre de medida
Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza

NOTA 1 — La incertidumbre de medida incluye componentes procedentes de efectos sistemáticos, tales como componentes asociadas a correcciones y a valores asignados a patrones, así como la incertidumbre debida a la definición. Algunas veces no se corrigen los efectos sistemáticos estimados y en su lugar se tratan como componentes de incertidumbre.
NOTA 2 — El parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación típica, en cuyo caso se denomina incertidumbre típica de medida (o un múltiplo de ella), o una semiamplitud con una probabilidad de cobertura determinada.
NOTA 3 — En general, la incertidumbre de medida incluye numerosas componentes. Algunas pueden calcularse mediante una evaluación tipo A de la incertidumbre de medida, a partir de la distribución estadística de los valores que proceden de las series de mediciones y pueden caracterizarse por desviaciones típicas. Las otras componentes, que pueden calcularse mediante una evaluación tipo B de la incertidumbre de medida, pueden caracterizarse también por desviaciones típicas, evaluadas a partir de funciones de densidad de probabilidad basadas en la experiencia u otra información.
NOTA 4 – En general, para una información dada, se sobrentiende que la incertidumbre de medida está asociada a un valor determinado atribuido al mensurando. Por tanto, una modificación de este valor supone una modificación de la incertidumbre asociada.

Confirmación metrológica

Conjunto de operaciones requeridas para asegurar que el equipo de medición es conforme a los requisitos correspondientes a su uso previsto.

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO

Validación
Verificación de que los requisitos especificados son adecuados para un uso previsto

Mesurado
Es el atributo de un fenómeno cuerpo o sustancia, sujeto a medición que puede ser distinguido cualitativamente y determinado cuantitativamente.

Incertidumbre estándar u(y´)
Cada componente de la incertidumbre expresada como desviación estándar.

Incertidumbre estándar combinada uC(y)
Es una desviación estándar estimada usando la ley de propagación de incertidumbre, igual a la raíz cuadrada positiva de la varianza total obtenida por la combinación de los componentes de incertidumbre evaluados.

Incertidumbre expandida
Intervalo dentro del cual se cree que está el valor del mensurado, con un alto nivel de confianza. U=K*uC(y)

K
Factor de seguridad o cobertura. K=2 para un nivel de confianza aproximado del 95%.

Error
Diferencia entre un resultado individual y el valor verdadero de un mesurado. En principio el valor de un error conocido puede ser aplicado como corrección al resultado.

CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO CONTROLADO