



ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

Código: P-7.6-01

Versión: 11

Revisó: Subdirector Administrativo y Financiero (E)

Aprobó: Subdirector de Planeación y O.T

Fecha: 31 de Octubre de 2024

Fecha: 31 de Octubre de 2024

Resolución: 300-03-10-23-2200-2024

Páginas: 1 de 14

1. OBJETIVO

Estimar la incertidumbre de los métodos de ensayo empleados en el Laboratorio de Análisis de Aguas.

2. ALCANCE

Aplica para los métodos de ensayo empleados en el Laboratorio de Análisis de Aguas de CORPOURABA.

3. REFERENCIAS

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. 23 ed. 2017.
- GUIA EURACHEM, Tercera Edición.
- Vocabulario Internacional de Metrología Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados. 3ª edición 2012.
- NORMA GTC 51. 1997.1126.

4. DEFINICIONES

- **Incetidumbre:** Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza. 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. El parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación típica, en cuyo caso se denomina incertidumbre típica de medida (o un múltiplo de ella), o la semi amplitud de un intervalo con una probabilidad de cobertura determinada. 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. En general, para una información dada, se sobreentiende 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.

- **Incertidumbre combinada:** incertidumbre típica obtenida a partir de las incertidumbres típicas individuales asociadas a las magnitudes de entrada de un modelo de medición. Cuando existan correlaciones entre las magnitudes de entrada en un modelo de medición, en el cálculo de la incertidumbre estándar combinada es necesario también considerar las covarianzas; véase también la Guía ISO/IEC 98-3:2008, 2.3.4.
- **Incertidumbre expandida:** producto de una incertidumbre típica combinada y un factor mayor que uno. El factor depende del tipo de distribución de probabilidad de la magnitud de salida en un modelo de medición y de la probabilidad de cobertura elegida. El factor que interviene en esta definición es un factor de cobertura. La incertidumbre expandida se denomina “incertidumbre global” en el párrafo 5 de la Recomendación INC-1 (1980) (véase la GUM) y simplemente “incertidumbre” en los documentos IEC.
- **Factor de cobertura:** número mayor que uno por el que se multiplica una incertidumbre típica combinada para obtener una incertidumbre expandida.
- **Mesurando:** magnitud que se desea medir. La especificación de un mensurando requiere el conocimiento de la naturaleza de la magnitud y la descripción del estado del fenómeno, cuerpo o sustancia cuya magnitud es una propiedad, incluyendo las componentes pertinentes y las entidades químicas involucradas. La medición, incluyendo el sistema de medida y las condiciones bajo las cuales se realiza ésta, podría alterar el fenómeno, cuerpo o sustancia, de tal forma que la magnitud bajo medición difiriera del mensurando. En este caso sería necesario efectuar la corrección apropiada.

5. DESARROLLO

Tabla 1. Estimación de la Incertidumbre de Medición

No.	Responsables	Descripción de la Actividad
01	El Director(a) Técnico, Responsables de Área y/o Analistas	<p>Realización del Cálculo Correspondiente a la Incertidumbre Después de Validada una Metodología</p> <p>Realizan el cálculo Correspondiente a la Incertidumbre Después de Validada una Metodología</p> <p>Notas:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Definición del Mesurando. El mesurando se define con base en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. 23 ed. 2017, norma guía avalada para el ensayo y la metodología del ensayo y se registra en el formato “R-7.2-03: ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN”. • Para realizar la estimación del mesurando se debe definir claramente lo que se medirá y su relación con los parámetros de los cuales depende la medida. Esta relación se obtiene a partir del procedimiento, método y principio de medición. Se describe el procedimiento de medición, haciendo una lista de los pasos y una expresión matemática cuantitativa del mesurando en función de los parámetros de los cuales depende (ecuación de cálculo de resultado), que puede incluir otros mesurandos, cantidades no medidas directamente, o constantes. En la ecuación se remplazan las variables que están dadas en función de otros mesurando, de tal manera que quede expresada en términos de los parámetros que se cuantifican en el proceso de medición.
02	El Director(a) Técnico, Responsables de Área y/o Analistas	<p>Identificación de las Fuentes de Incertidumbre</p> <p>Identifican las fuentes de la incertidumbre.</p> <p>Notas:</p> <ul style="list-style-type: none"> • La identificación de las fuentes de la incertidumbre se registran en el formato “R-7.2-03: ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN” con base en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. 23 ed. 2017, norma guía avalada para el ensayo y la metodología del ensayo. • Se elabora una lista de las fuentes relevantes de

No.	Responsables	Descripción de la Actividad
		<p>incertidumbre, partiendo de la expresión básica de cálculo del mesurando. Todos los parámetros de esta expresión pueden ser fuentes potenciales de incertidumbre y además pueden haber otros parámetros que no aparecen explícitos en la ecuación pero que afectan el mesurando.</p>
03	<p>El (La) Director(a) Técnico, Responsables de Área y/o Analistas</p>	<p>Cálculo de la Incertidumbre Estándar para cada Fuente Calculan la incertidumbre estándar para cada fuente.</p> <p>Notas:</p> <ul style="list-style-type: none"> • El cálculo de la incertidumbre estándar para cada fuente se realiza con base en la GUIA EURACHEM, segunda edición y/o la NORMA GTC 51. 1997.1126 y se registra en el formato "R-7.2-03: ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN". • Para convertir cada componente de la incertidumbre a su respectiva incertidumbre estándar, se emplea los siguientes criterios para seleccionar el tipo de función de distribución que presenta el componente en cuestión: <ul style="list-style-type: none"> - <u>Distribución rectangular:</u> Se debe usar cuando cada valor en el intervalo tiene la misma probabilidad de ocurrir. Se utiliza cuando un certificado u otra especificación proporcionen límites sin un nivel específico de confianza (ej: 25ml ± 0.05ml). Donde (ux) es incertidumbre estándar. $u(x) = \frac{a}{\sqrt{3}}$ - <u>Distribución triangular:</u> se debe usar cuando son más probables los valores cercanos al centro que los límites del intervalo. Se haga un estimado en la forma de un intervalo máximo (±a) descrito por una distribución simétrica. $u(x) = \frac{a}{\sqrt{6}}$ - <u>Distribución normal:</u> Se debe usar cuando se haga un estimado a partir de observaciones

No.	Responsables	Descripción de la Actividad
		<p>repetidas de un proceso que varía aleatoriamente. Se dé una incertidumbre en la forma de una desviación estándar, una desviación estándar relativa, s/x, o un coeficiente de variación CV % sin especificar la distribución. Se dé una incertidumbre en la forma de un intervalo de confianza I al 95% (u otro) sin especificar la distribución.</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"> $u(x) = s$ $u(x) = x \cdot (s / \bar{x})$ $u(x) = \frac{CV}{100} \cdot x$ $u(x) = I/2 \text{ (para } I \text{ al 95\%)}$ </div> <ul style="list-style-type: none"> • Cálculo de la incertidumbre para algunos procesos de análisis: <ul style="list-style-type: none"> - <u>Medición de peso o masa:</u> Aplica para el pesaje de reactivo usado en el método. En cada pesaje a factores a considerar, tanto en la tara como en el peso bruto son: incertidumbre en la calibración de la balanza, reportada en el certificado de calibración y convertida a desviación estándar. Linealidad: el certificado de calibración de la balanza establece el intervalo de la linealidad (o se obtiene por medición de un juego de pesas certificadas) y generalmente recomienda considerar una distribución rectangular para convertirla a incertidumbre estándar. Resolución de la escala de la balanza, correspondiente a la mitad del último dígito significativo, que se considera con distribución rectangular para convertirlo a desviación estándar. Variación entre lecturas (repetibilidad), se estima a partir de la desviación estándar de ensayos de repetibilidad que pueden ser una serie de diez pesajes. <p>Como generalmente la pesada se hace por diferencia, la contribución se debe contar dos veces, una por cada pesada. Las contribuciones</p>

No.	Responsables	Descripción de la Actividad
		<p>más significativas se combinan para dar la incertidumbre estándar de la masa, como la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de cada contribución.</p> <p>- <u>Medición de volumen:</u> La medición de volumen está sujeta a tres principales fuentes de incertidumbre; certificado del volumen interno certificado del material, establecida en las especificaciones dadas por el fabricante que se debe convertir a desviación estándar; si este no reporta un nivel de confianza o tipo de distribución para el volumen calibrado y su intervalo o tolerancia, se asume una distribución triangular. La diferencia entre la temperatura de preparación de la solución y la temperatura a la que fue calibrado el material causa diferencias de volumen; se calcula del intervalo estimado de temperatura del laboratorio, y el coeficiente de expansión de volumen, la incertidumbre estándar se calcula asumiendo una distribución rectangular para la variación de la temperatura.</p> $u = [x \cdot DT \cdot CE] / (3)^{1/2}$ <p>donde x= volumen del material DT= Intervalo de temperatura del laboratorio. CE= Coeficiente de expansión de volumen. Variación en el llenado del material hasta el aforo (repetibilidad entre lecturas) se calcula la desviación estándar a partir de ensayos de repetibilidad que pueden ser una serie de diez llenados y pesajes. Las tres contribuciones se combinan para dar la incertidumbre estándar $u(V)$ del volumen V, como la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de cada contribución.</p> <p>- <u>Preparación de estándares:</u> En la preparación de estándares o material de referencia se consideran como fuentes de incertidumbre: la pureza del reactivo patrón, P como fracción de masa ($P = \%P/100$), es reportada por el fabricante usualmente con los límites (intervalo de pureza) y para calcular la incertidumbre estándar se asume una distribución rectangular. La</p>

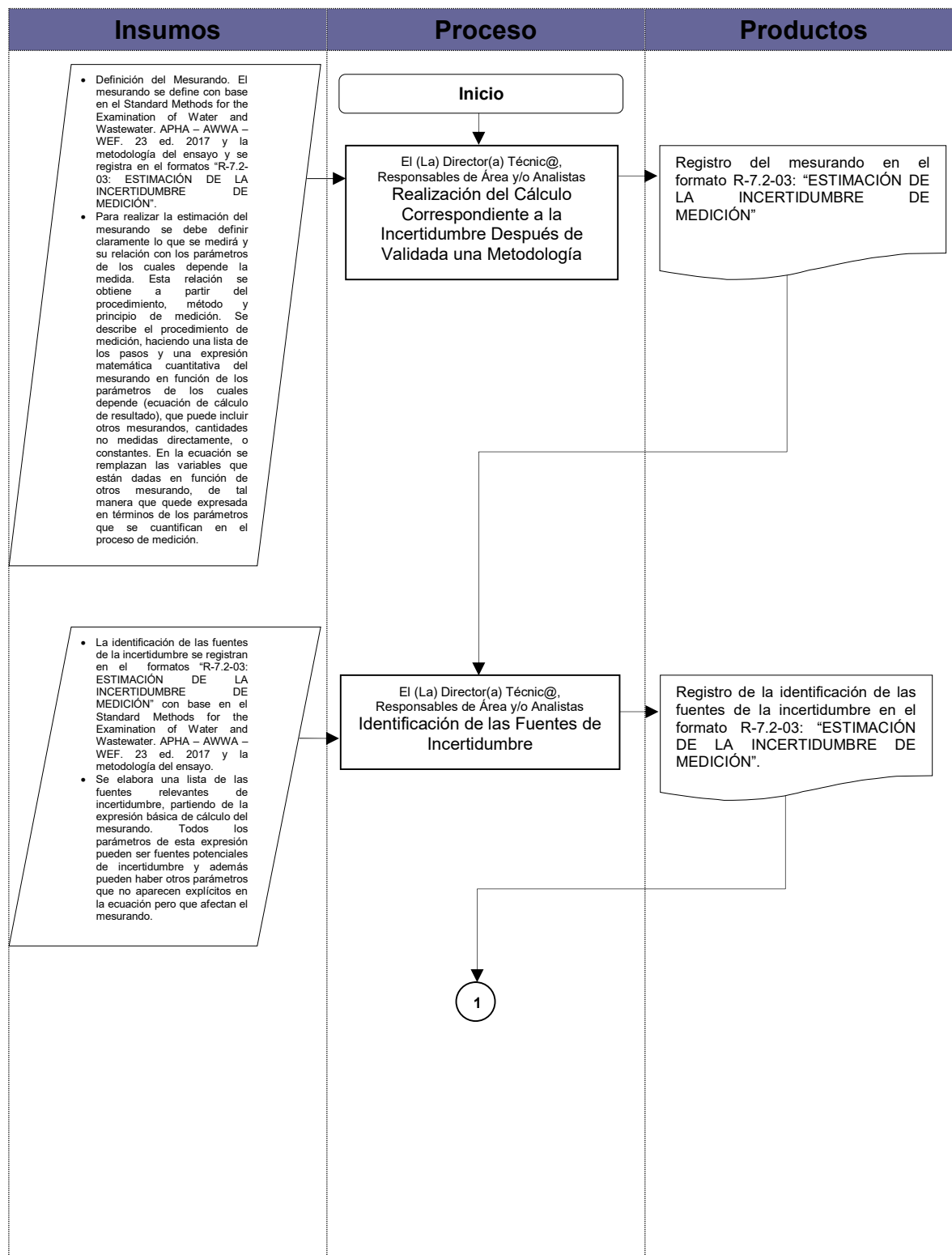
No.	Responsables	Descripción de la Actividad
		<p>concentración del reactivo patrón, reportada por el fabricante en el certificado, usualmente con límites que deben considerarse como una distribución rectangular para calcular la incertidumbre estándar (es decir la incertidumbre relacionada en el certificado de análisis). La concentración por diluciones del material de referencia, debida a las diluciones del patrón para llegar a la solución de trabajo, se obtiene según el material volumétrico empleado.</p> <ul style="list-style-type: none"> - <u>Absorbancia</u>: Calibración del instrumento, relacionado con la lectura de absorbancia contra una absorbancia de referencia, que es reportada en el certificado de calibración del equipo como límite y se debe convertir a desviación estándar. Variación entre lecturas, que se obtienen como la desviación estándar de determinaciones replicadas o del control de calidad. - <u>Curvas de calibración</u>: La construcción de la curva debe incluir los efectos relacionados con la matriz, con la precisión de las lecturas del equipo y con el procedimiento de regresión lineal. Para la regresión lineal se utiliza la formula de incertidumbre de regresiones lineales de la guía EURACEM, calculando la desviación residual de los puntos de calibración S.
04	El Director(a) Técnico, Responsables de Área y/o Analistas (La)	<p>Cálculo de la Incertidumbre Combinada para Cada Fuente Calculan la incertidumbre combinada para cada fuente. Notas:</p> <ul style="list-style-type: none"> • El cálculo de la incertidumbre combinada para cada fuente se realiza con base en la GUIA EURACHEM, segunda edición y/o la NORMA GTC 51. 1997.1126 y se registra en el formato "R-7.2-03: ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN". • La incertidumbre combinada es el resultado de propagar la incertidumbre estándar según la teoría de propagación. Para modelos que involucran solo una suma o diferencia de cantidades, ej. $y = (p+q+r+...)$ la incertidumbre estándar combinada $uc(y)$ es dada por:

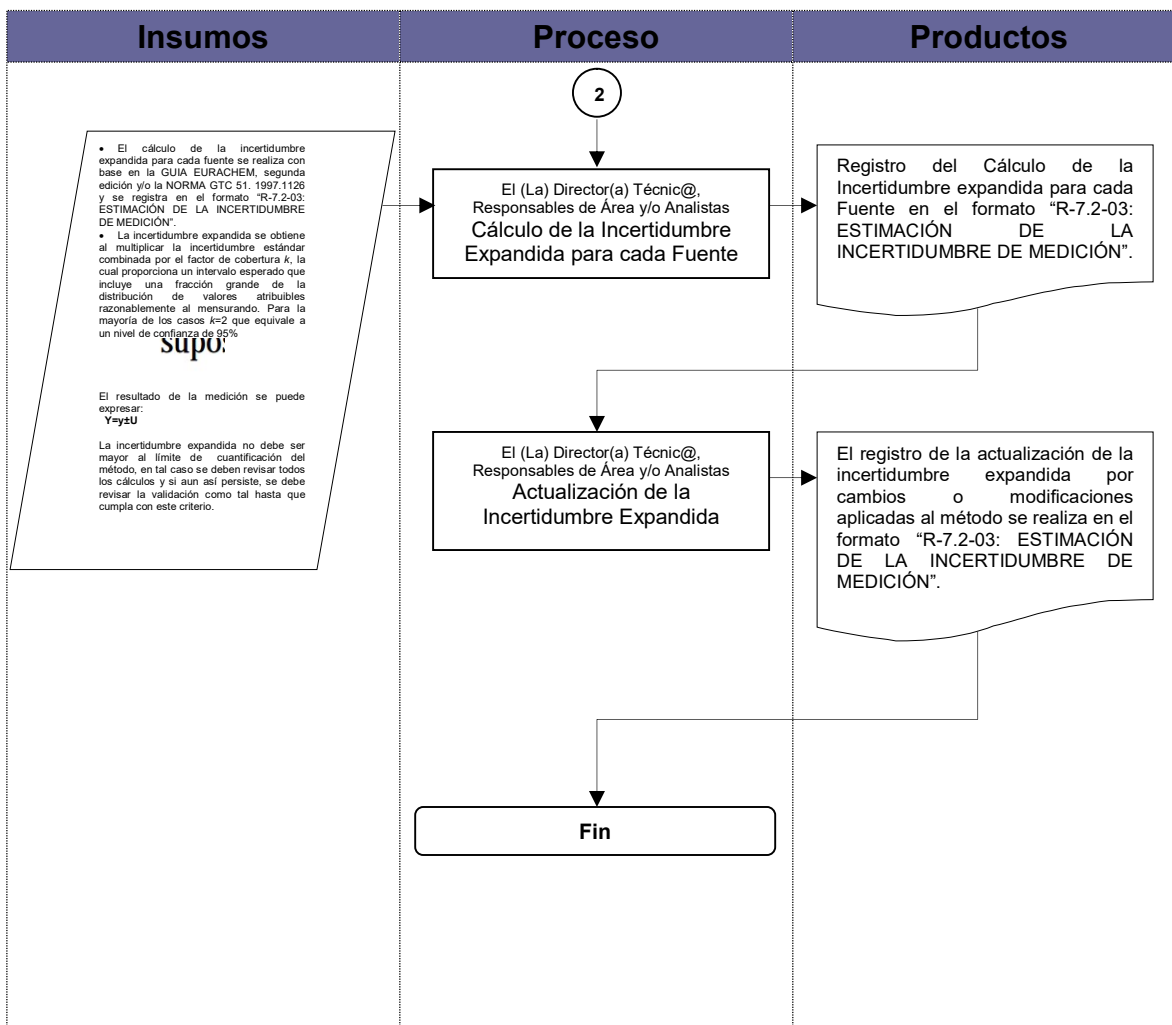
No.	Responsables	Descripción de la Actividad
		$u_c(y(p,q,...)) = k \cdot \sqrt{u(p)^2 + u(q)^2 + \dots}$ <p>Donde k es una constante.</p> <ul style="list-style-type: none"> Para modelos que involucran solo un producto o cociente, ej. $y=k(pqr\dots)$, donde k es una constante, la incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$ es dado por: $u_c(y) = y \cdot k \cdot \sqrt{\left(\frac{u(p)}{p}\right)^2 + \left(\frac{u(q)}{q}\right)^2 + \dots}$ <p>Donde $(u(p)/p)$ etc, son las incertidumbres de los parámetros, expresadas como desviaciones estándar relativas.</p>
05	El Director(a) Técnico, Responsables de Área y/o Analistas	<p>Cálculo de la Incertidumbre Expandida para cada Fuente</p> <p>Calculan la incertidumbre expandida para cada fuente.</p> <p>Notas:</p> <ul style="list-style-type: none"> El cálculo de la incertidumbre expandida para cada fuente se realiza con base en la GUIA EURACHEM, segunda edición y/o la NORMA GTC 51. 1997.1126 y se registra en el formato "R-7.2-03: ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN". La incertidumbre expandida se obtiene al multiplicar la incertidumbre estándar combinada por el factor de cobertura k, la cual proporciona un intervalo esperado que incluye una fracción grande de la distribución de valores atribuibles razonablemente al mensurando. Para la mayoría de los casos $k=2$ que equivale a un nivel de confianza de 95% $U = k u_c$ <p>El resultado de la medición se puede expresar:</p> <p>$Y = y \pm U$</p> <ul style="list-style-type: none"> La incertidumbre expandida no debe ser mayor al límite de cuantificación del método, en tal caso se deben revisar todos los cálculos y si aun así persiste, se debe revisar la validación como tal hasta que cumpla con este criterio.

No.	Responsables	Descripción de la Actividad
06	El Director(a) Técnico, Responsables de Área y/o Analistas	<p>Actualización de la Incertidumbre Expandida. Actualiza la incertidumbre expandida.</p> <p>Notas:</p> <ul style="list-style-type: none"> • La actualización se puede dar por cambios o modificaciones aplicadas al método o alguna variabilidad impactante del proceso que afecten los resultados analíticos. • El registro de la actualización de la incertidumbre expandida por cambios o modificaciones aplicadas al método se realiza en el formato “R-7.2-03: ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN”.

6. FLUJOGRAMA

Tabla 2. Flujograma de la Estimación de la Incertidumbre de Medición





7. REGISTROS

Identificación		Almacenamiento, Protección y Recuperación		Acceso	Retención	Disposición Final
COD	Nombre	Ubicación	Clasificación	Personal Autorizado	Tiempo	Método
R-7.2-03	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN	Carpeta en las instalaciones del Laboratorio de Análisis Aguas.	Número y Nombre	Líderes de Proceso o funcionarios autorizados por ellos. Auditores Internos.	2 años	Archivo Central

8. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
26/12/2006	03-01-02-002115	01	Aprobación inicial con código y nombre "P-5.4-05: ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE" en el Sistema de Gestión de Calidad del Laboratorio de Análisis de Aguas.
17/11/2009	300-03-10-23-1527	02	El contenido del procedimiento con ajustes, se pasó a la estructura del Sistema de Gestión Corporativo de CORPOURABA con código y nombre "P-5.4-05: ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN", ya que el Laboratorio de Análisis de Aguas se incorporó como un proceso de apoyo a dicho sistema.
12/10/2010	300-03-10-23-1426	03	Se modifica el logo de La Corporación y se incluye el ítem control de cambios.
25/06/2011	300-03-10-23-0686	04	Se incluye el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. 21 ed. 2005 y se ajustan las actividades del procedimiento referenciando el estándar, Guía EURACHEM y la norma GTC 51.
09/04/2012	300-03-10-23-0357	05	Se incluyó la actividad de actualización de la incertidumbre expandida.
20/06/2014	300-03-10-23-0842	06	Se especifica la manera de realizar cada una de las actividades del presente procedimiento.
09/06/2016	300-03-10-23-0649	07	Se modifica el nombre del formato R-5.4-03: "INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN" por "ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN".
05/10/2016	300-03-10-23-1303	08	Se actualiza el logo corporativo. Se incluye en el numeral 1 la condición "Después de validada una metodología, se tienen 30 días de plazo para realizar el cálculo correspondiente a la incertidumbre". Se incluye en el numeral 5 el criterio "La incertidumbre expandida no debe ser mayor al límite de cuantificación del método, en tal caso se deben revisar todos los cálculos y si aun así persiste, se debe revisar la validación como tal hasta que cumpla con este criterio".
19/11/2019	300-03-10-23-1429	09	Se cambia la codificación del procedimiento pasando de P-5.4-05 a P-7.2-05 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017, así como también se modifican los demás documentos y registros referenciados en éste. Además, se actualiza la versión del Standard Methods pasando de la 22° Ed de 2005 a la 23° Ed de 2017 a lo largo del procedimiento donde es mencionada.
06/10/2020	300-03-10-23-1125	10	Se cambia el código del documento de P-7.2-05 a P-7.6-01. Se modifica el párrafo "Después de validada una metodología, se tienen 30 días de plazo para realizar el cálculo correspondiente a la incertidumbre" a "Después de validada una metodología se debe realizar el cálculo correspondiente a la incertidumbre"
31/10/2024	300-03-10-23-2200	11	Se incluye la necesidad de actualización de las determinaciones de incertidumbre de las metodologías analíticas para así incluir cualquier cambio o modificación de las fuentes de incertidumbre, principalmente del material de referencia certificado.

Última línea-----última línea-----última línea