

LAPRW 2009

Disertante: Dra. Celia Puglisi

**Departamento de Metrología Científica e
Industrial
cpuglisi@inti.gov.ar
telefax: 54-11 4713-5311**

INCERTIDUMBRE

Significa *duda*.

Cuando se aplica a una medición es un parámetro que caracteriza la dispersión de valores que pueden ser atribuidos razonablemente al mesurando.

Definida de esta manera, la incertidumbre indica un intervalo de valores que, según el criterio del operador, pueden ser razonablemente atribuidos al mesurando.

RESULTADOS PRECISOS PERO NO JUSTOS



¡No hay exactitud!

RESULTADOS NI PRECISOS NI JUSTOS



¡No hay exactitud!



**Bloques
Comerciales**

**Sistemas
de Calidad**

Comparaciones de Mediciones

**Evaluación y expresión de las incertidumbres
con una metodología uniforme**

BIPM - REC. I 1980

GUM 1992



→ 4 etapas:

1. *identificar fuentes de incertidumbre*
2. *cuantificar la incertidumbre (standard) de cada fuente*
3. *combinar las incertidumbres*
4. *expandir y expresar el resultado*

Fórmula general:

$$y = f(x_1, \dots, x_k);$$

$$u(y) = \sqrt{\sum_i c_i^2 \cdot u^2(x_i)}$$

donde

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$$

son llamados
coeficientes
de sensibilidad

- **TN 1297-NIST:** “Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results”
physics.nist.gov/Pubs/guidelines/contents
- **EA-4/02, 1997**“Expression of the Uncertainty in Calibrations”, Con ejemplos de calibraciones,
www.european-accreditation.org/documents/EA4
- **EURACHEM-CITAC** “Quantifying Uncertainty in Analytical Measurements”, con ejemplos
• *<http://www.eurachem.org>*

5.4.1

El laboratorio debe aplicar métodos y procedimientos adecuados.....Estos incluyen el muestreo, el manipuleo, transporte, almacenamiento y preparación de las muestras a ensayar...y cuando corresponda, **la estimación de la incertidumbre de medición...**

5.10.3

Los informes de ensayos deben contener....

b) Cuando sea aplicable, una declaración sobre la incertidumbre de medición estimada. **La información sobre la incertidumbre de medición es necesaria cuando así lo requiera el cliente o cuando la incertidumbre afecte el cumplimiento con un límite de especificación.**

Joint FAO / WHO food standards programme. Codex committee on pesticide residues.

Proposed draft revision of the guidelines on the estimation of uncertainty of results for the determination of pesticide residues.

ftp://ftp.fao.org/codex/ccpr41/pr41_05e.pdf

Identificación de fuentes de incertidumbre

- Operaciones externas:
muestreo (m), empaque, envío, almacenamiento de muestras
- Preparación de porciones a ensayar:
submuestreo, preparación de la muestra,
procesamiento de la muestra (pm)
- Análisis (A), extracción, clean up, evaporación, derivatización,
determinación instrumental

La incertidumbre estándar combinada (U) puede ser calculada de la siguiente manera:

$$U = \sqrt{U^2_m + U^2_{pm} + U^2_A}$$

**Measurement uncertainty revisited:
Alternative approaches to uncertainty evaluation**

http://www.eurolab.org/docs/technical%20report/Technical_Report_Measurement_Uncertainty_2007.pdf

Enfoques para la evaluación de la incertidumbre

Definición del mesurando.
Lista de componentes de incertidumbre.

Enfoque intralaboratorio

Enfoque interlaboratorio

Modelo Matemático?

Sí

No

Evaluación de incertidumbres estándar

Ley de propagación de incertidumbres GUM

Organización de mediciones replicadas, Validación de Métodos

Adición de otras contribuciones. Ej: incertidumbre del sesgo.

Comportamiento del método

Ensayo de aptitud o de comportamiento del método?

Ensayo de Aptitud

Exactitud del método ISO 5725

Uso de valores ya publicados + incertidumbre del sesgo y factores que no se tuvieron en cuenta durante el estudio interlaboratorio ISO TS 21748

Ensayo de aptitud Guía ISO 43 + ISO 13528

Variabilidad + incertidumbre del sesgo y factores no tenidos en cuenta durante el estudio interlaboratorio

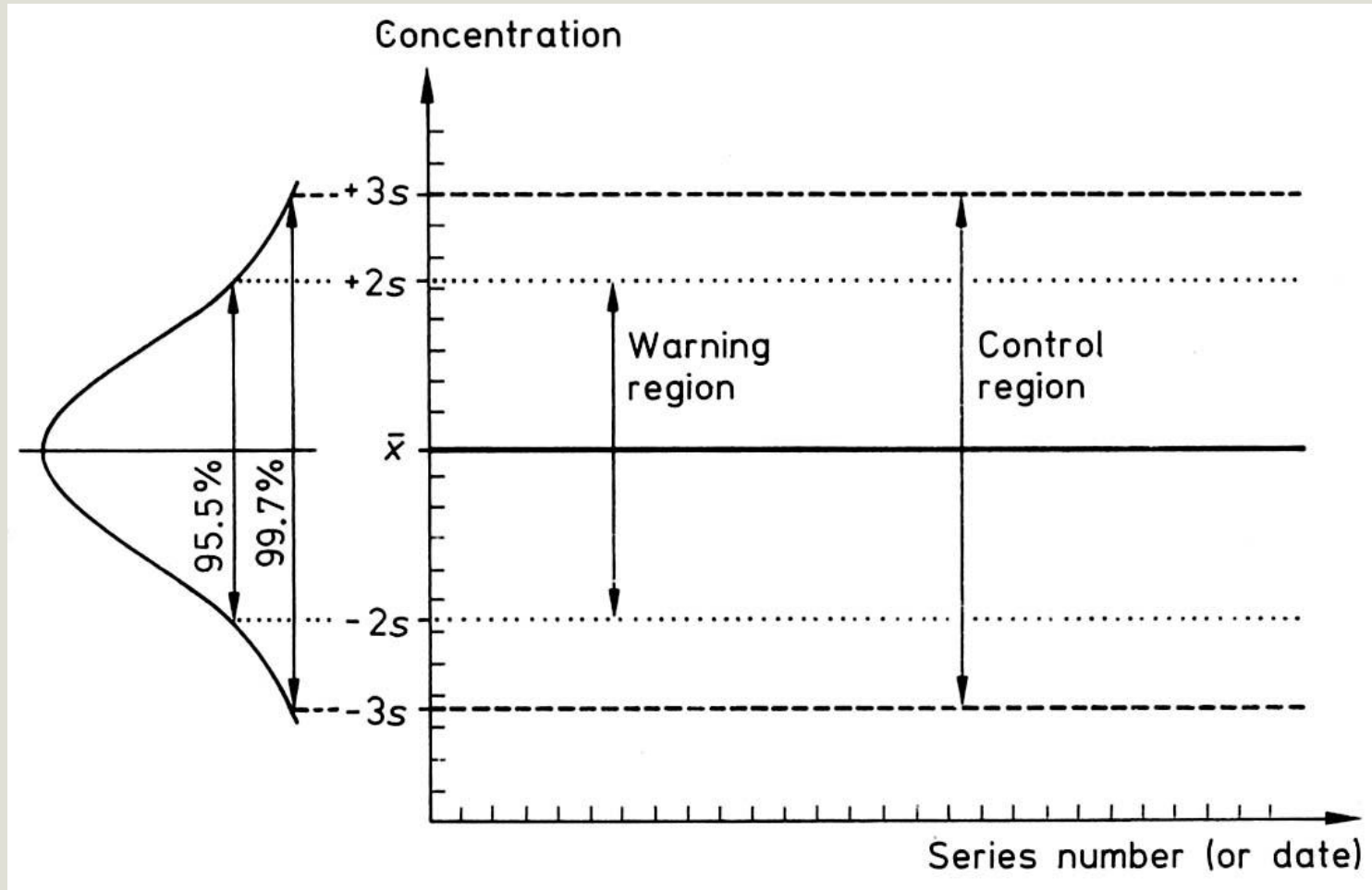
Enfoque basado en el modelo

Enfoque de validación por único laboratorio

Enfoque por ensayo de aptitud

Enfoque por validación interlaboratorio

Enfoque empírico



USE OF UNCERTAINTY INFORMATION IN COMPLIANCE ASSESMENT

http://www.eurachem.org/guides/Interpretation_with_expanded%20uncertainty_2007_v1.pdf

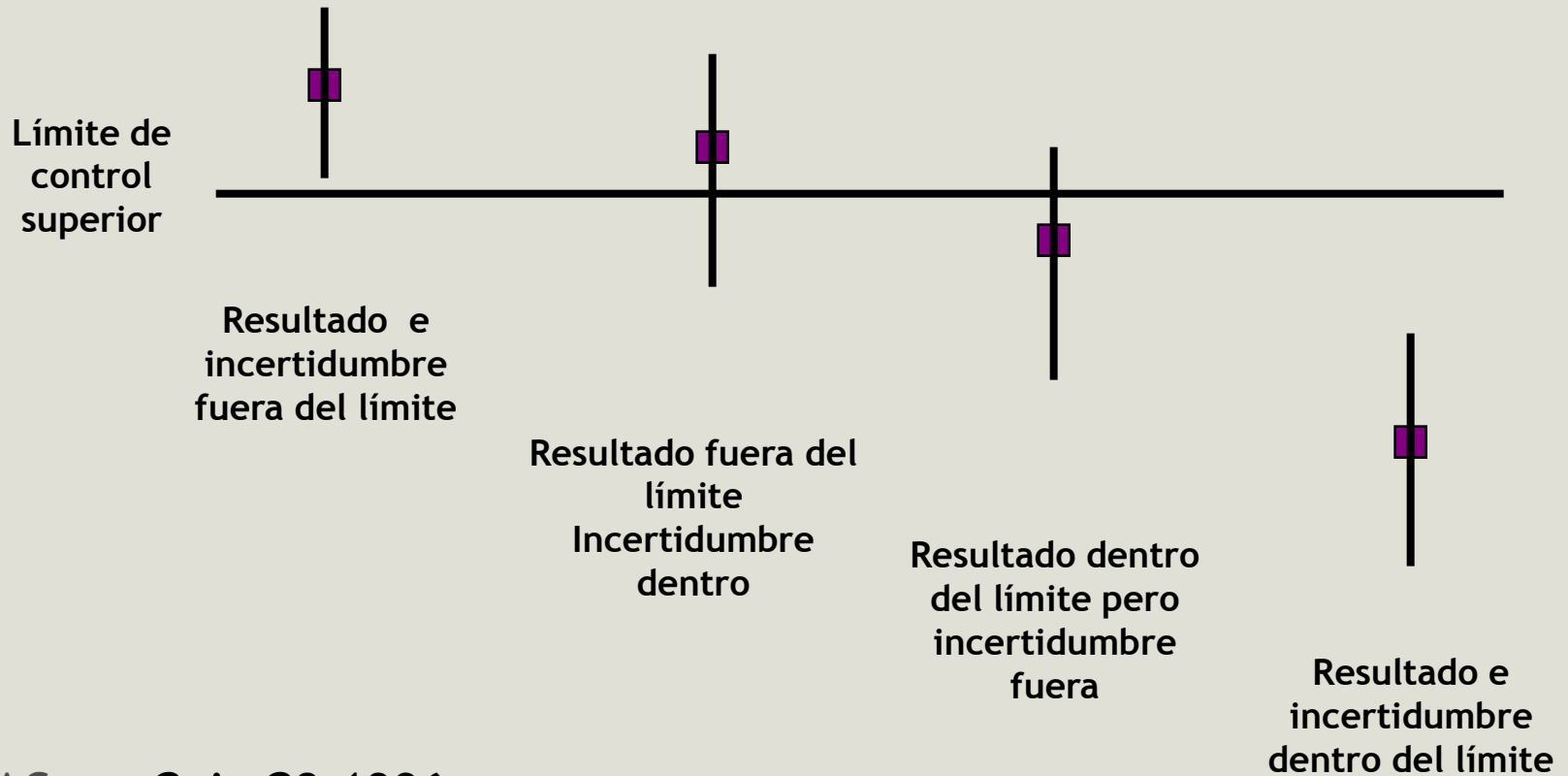
DECISIÓN DE LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS (12 de agosto de 2002)

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

http://www.cde.ua.es/dsi/elpdf/l_22120020817es00080036.pdf

Cuando se desarrolla una legislación debe tenerse en cuenta como mínimo:

- Las unidades en que debe expresarse un resultado
- El n° de cifras significativas que debe contener el informe
- La interpretación de un resultado analítico en relación con el límite de la especificación
- La exactitud esperada para el método que probablemente se use y por lo tanto evaluar si el n° de cifras significativas expresadas en la legislación es “*realista*”





En caso de alguna acción judicial solo se tomarán acciones si el analista está seguro (más allá de dudas razonables), que el límite ha sido excedido.



La legislación que contiene niveles máximos debe siempre tener en cuenta como deben expresarse e interpretarse los resultados analíticos.

- Si existe un límite permitido para alguna propiedad de un determinado producto y se lo clasifica como que “pasa” y esta clasificación es incorrecta esto constituye un riesgo.
- Es necesario poder asegurar que los métodos de ensayo producen resultados con bajo riesgo de clasificación incorrecta
- Por lo general se puede dar una indicación de la probabilidad de que una clasificación sea correcta.

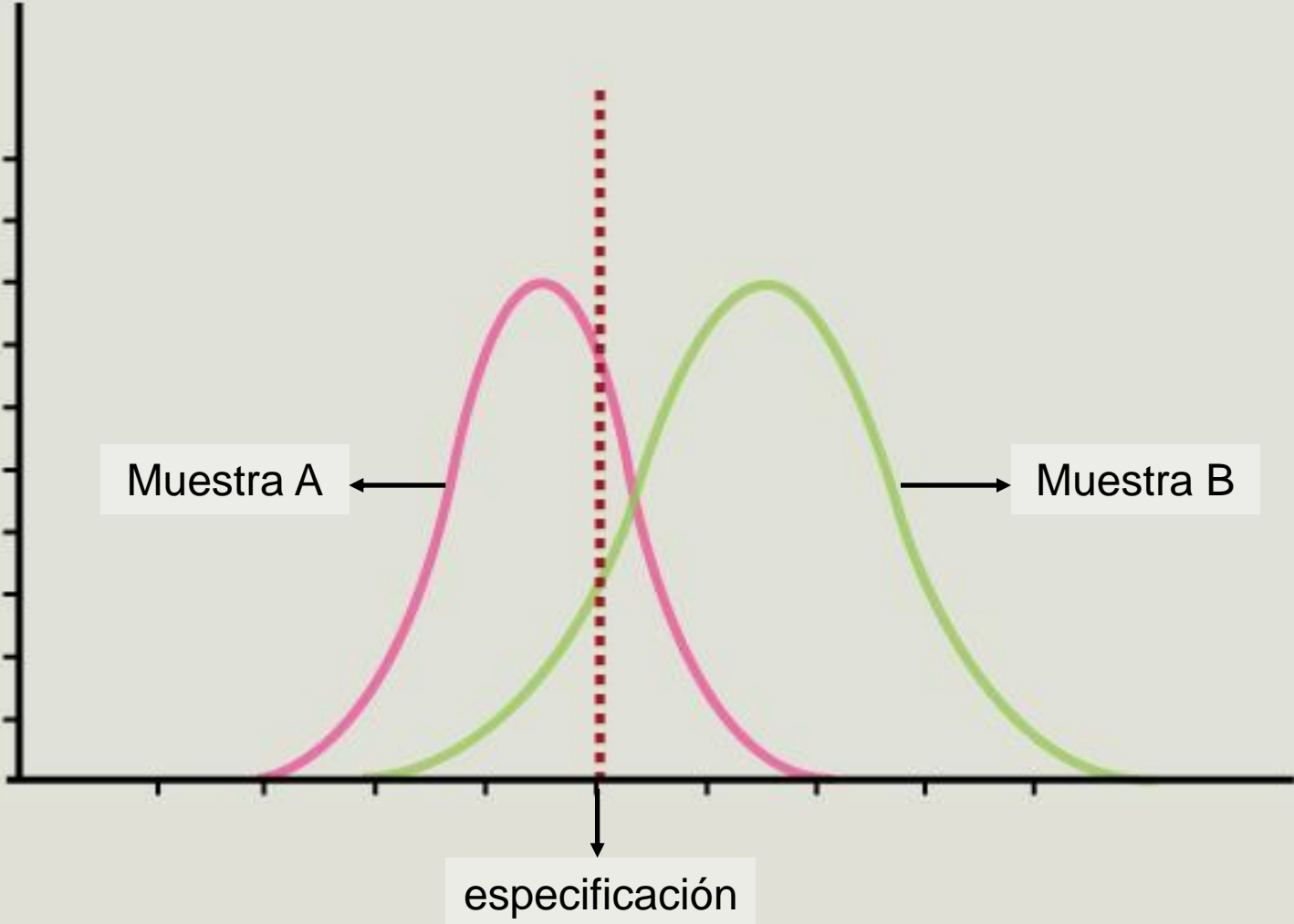
El conocimiento de la incertidumbre de los resultados de una medición es esencial para la interpretación de los resultados.

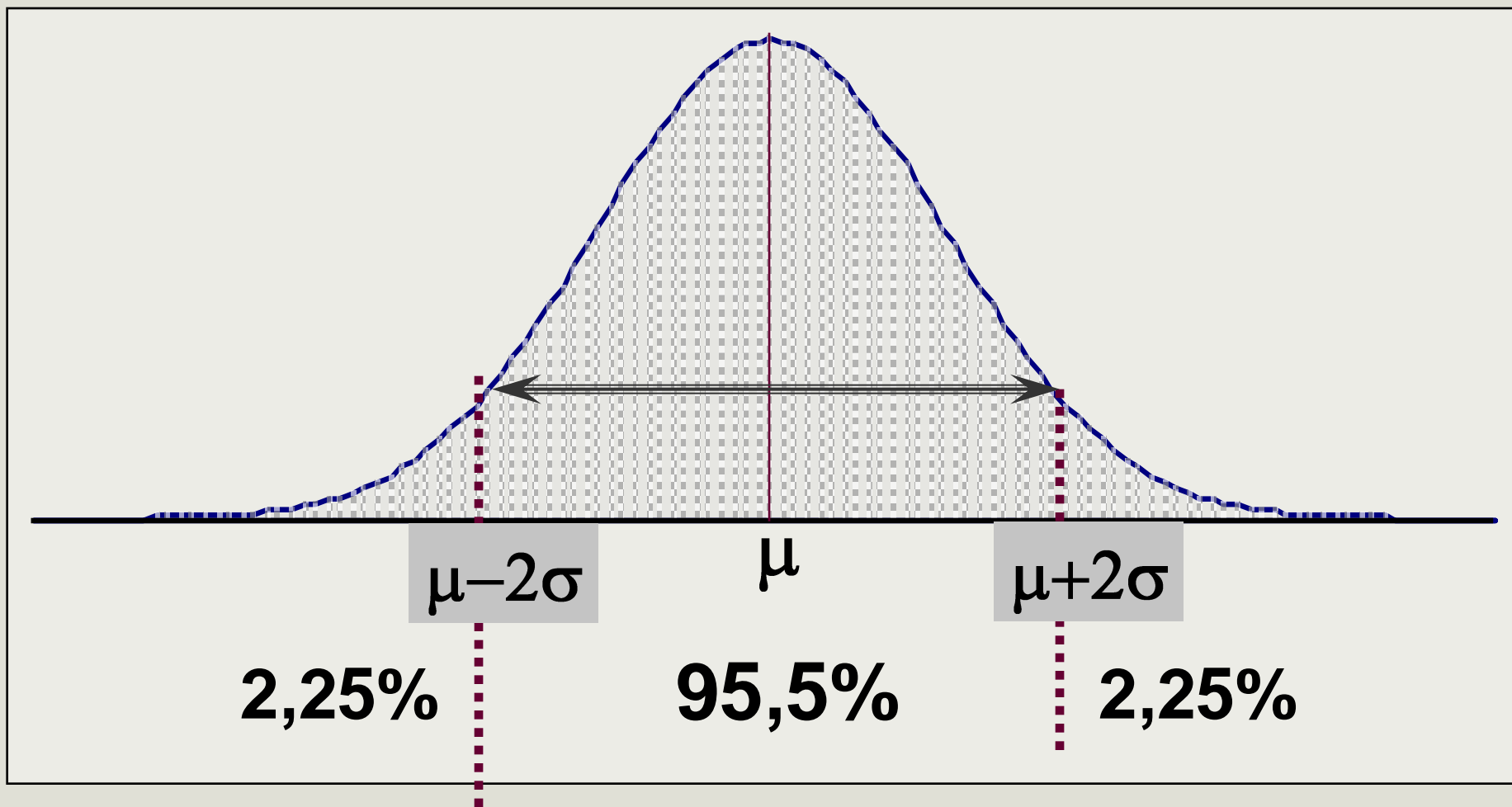
Si no hay una declaración cuantitativa de la incertidumbre es imposible decidir :

- Si las diferencias observadas entre resultados refleja algo más que una variabilidad experimental
- Si las muestras cumplen o no con leyes que están basadas en límites.



Decisiones incorrectas tomadas sobre esta base pueden resultar en innecesarios gastos en la industria, aplicación incorrecta de una ley o consecuencias adversas en la salud de la sociedad.







INTI

¡Muchas Gracias!

