

INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN EN LA EVALUACIÓN DE LA CONFORMIDAD

Química Johanna Paola Abella Gamba
Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos



El progreso
es de todos

Mincomercio

Contenido

Generalidades

- Definición
- Consideraciones generales
- GUM
- Consideraciones en mediciones químicas

Incertidumbre y evaluación de la conformidad

- Relación según ISO/IEC 17025
- Definiciones
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- Probabilidad de conformidad y riesgos
- Aplicación de las reglas de decisión
- Determinación del límite de zona de seguridad
- Recomendaciones

GENERALIDADES

Contenido

Generalidades

- Definición
- Consideraciones generales
- GUM
- Consideraciones en mediciones químicas

Incertidumbre y evaluación de la conformidad

- Relación según ISO/IEC 17025
- Definiciones
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- Probabilidad de conformidad y riesgos
- Aplicación de las reglas de decisión
- Determinación del límite de zona de seguridad
- Recomendaciones

INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

“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 medición incluye componentes procedentes de efectos sistemáticos... 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 estándar ... con una probabilidad de cobertura determinada”

“NOTA 3: La incertidumbre de medición incluye numerosos componentes.
Evaluación tipo A - Evaluación tipo B”

“NOTA 4: La incertidumbre de medición está asociada a un valor determinado atribuido al mensurando”

Contenido

Generalidades

- Definición
- Consideraciones generales
- GUM
- Consideraciones en mediciones químicas

Incertidumbre y evaluación de la conformidad

- Relación según ISO/IEC 17025
- Definiciones
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- Probabilidad de conformidad y riesgos
- Aplicación de las reglas de decisión
- Determinación del límite de zona de seguridad
- Recomendaciones

ERROR

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

- ERROR SISTEMÁTICO

Componente del error de medición que, en mediciones repetidas, permanece constante o varía de manera predecible

- ERROR ALEATORIO

Componente del error de medición que, en mediciones repetidas, varía de manera impredecible

Característica

Típicamente
esta
presente

Fuentes

Operador

Equipos

Calibrantes

Minimizar

Tipo de
calibración

Mejoras a los
métodos de
medición

Entrenamiento

Característica

Siempre
está
presente

Fuentes

Operador

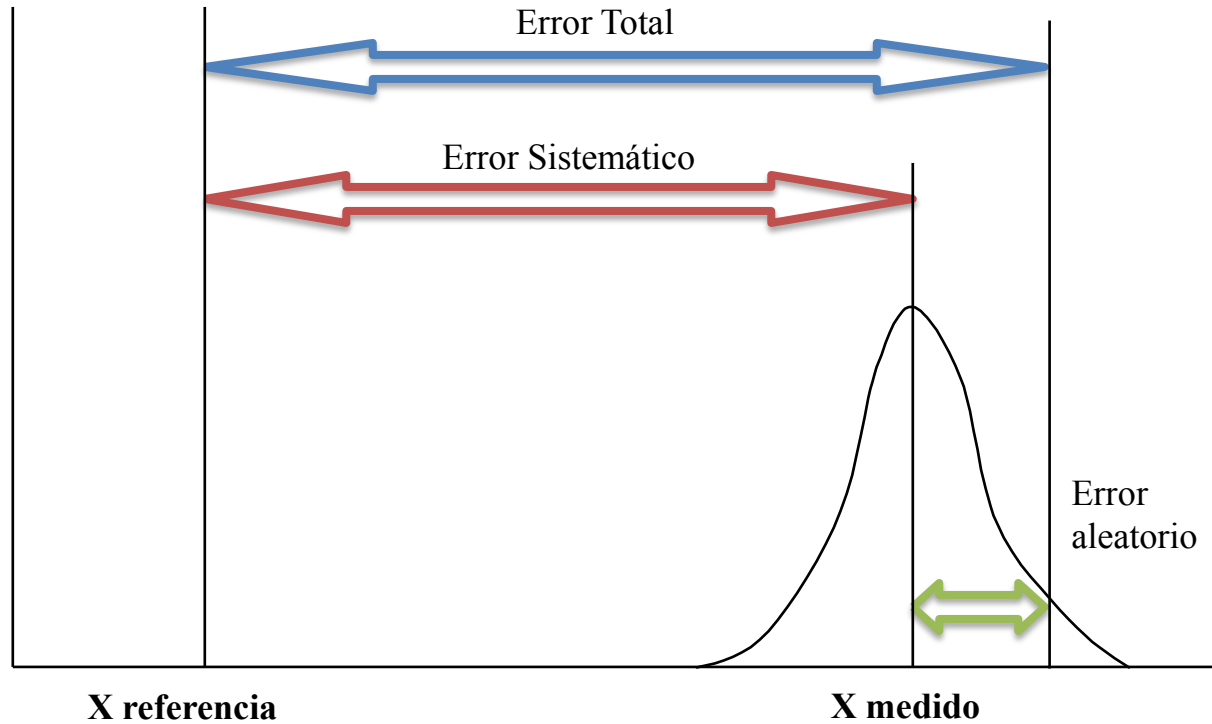
Cambios en
condiciones
experimentales

Minimizar

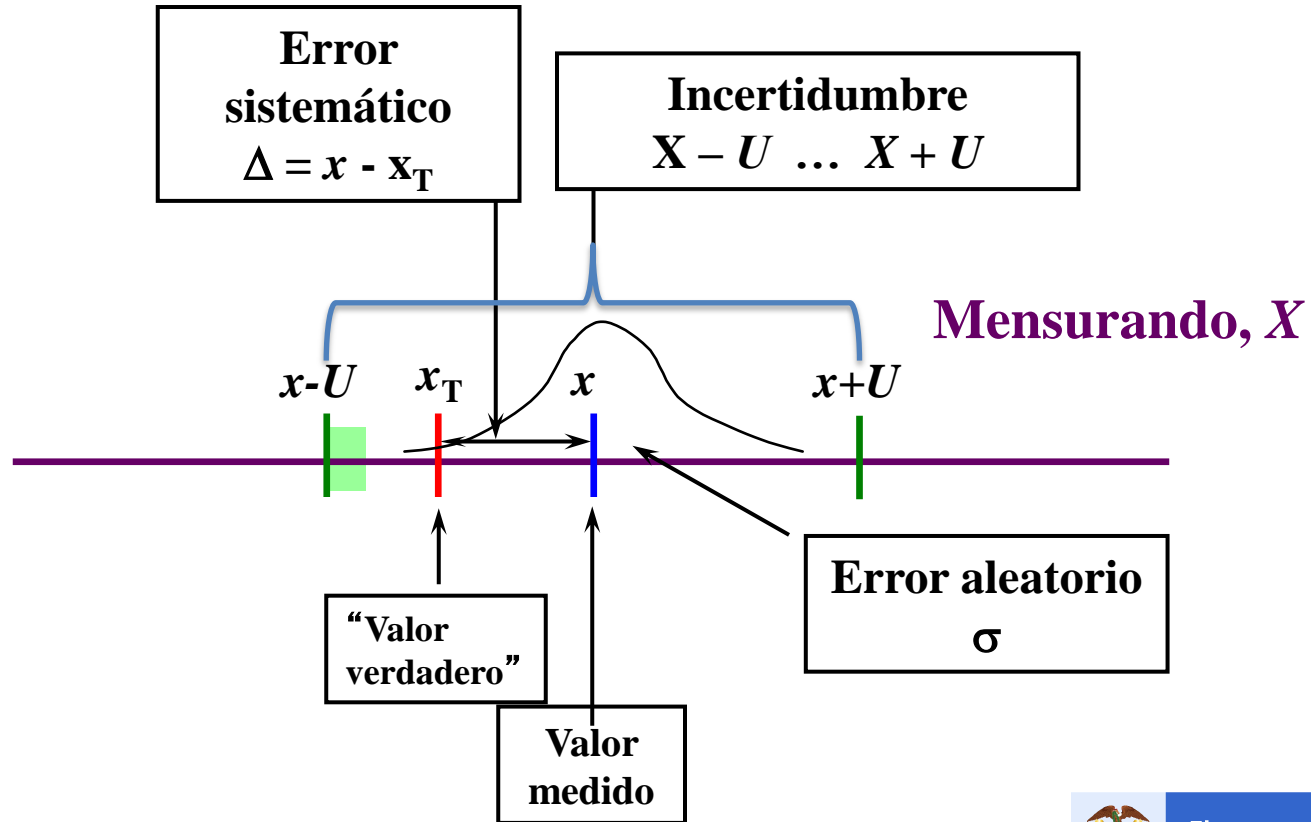
Normalización

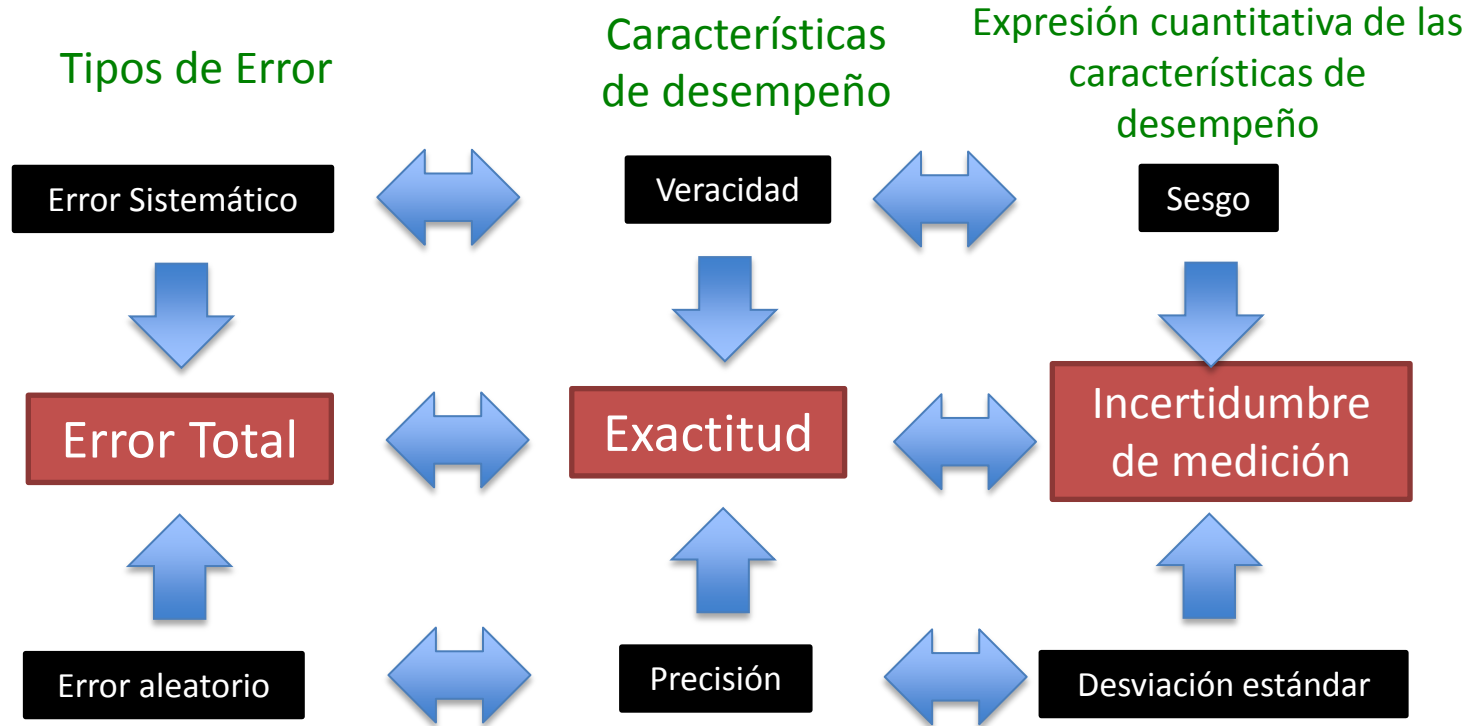
Implementación
de controles

ERROR TOTAL, SISTEMÁTICO Y ALEATORIO

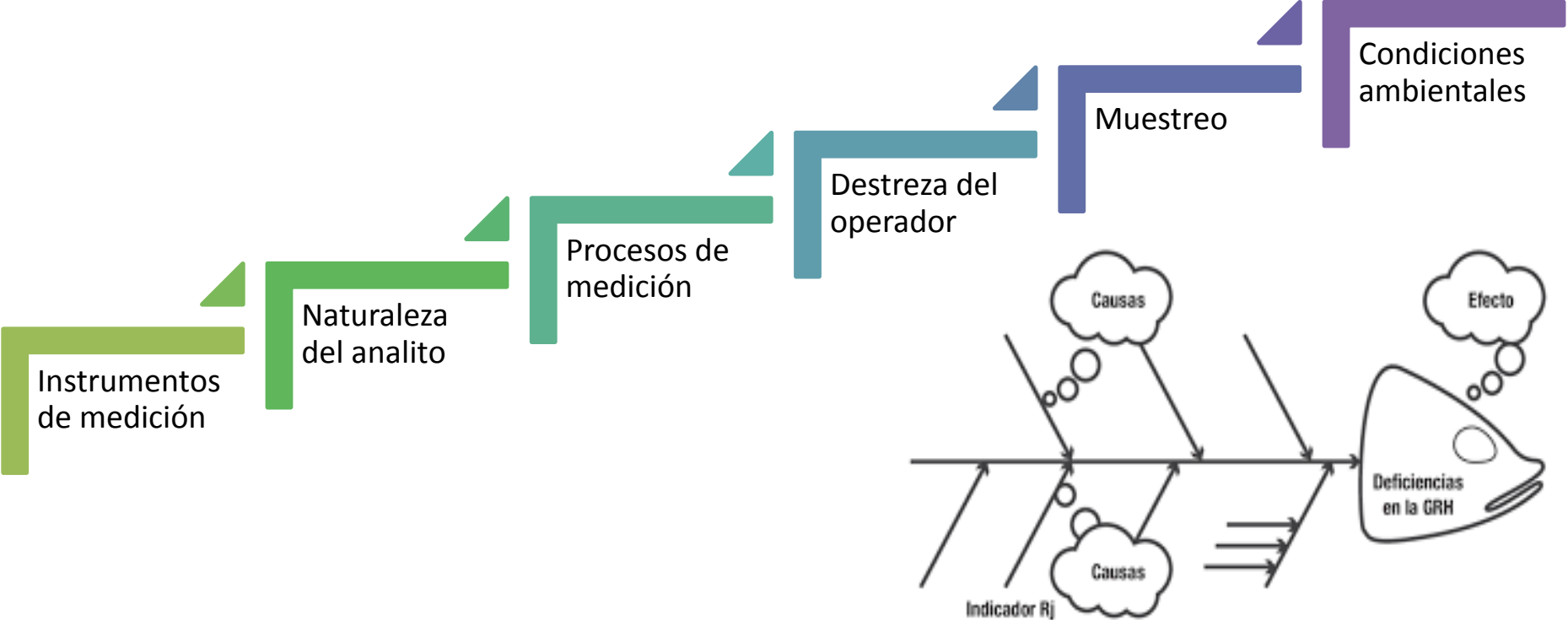


INCERTIDUMBRE Y ERROR





FUENTES DE INCERTIDUMBRE



APLICACIONES DE LA INCERTIDUMBRE



Contenido

Generalidades

- Definición
- Consideraciones generales
- **GUM**
- Consideraciones en mediciones químicas

Incertidumbre y evaluación de la conformidad

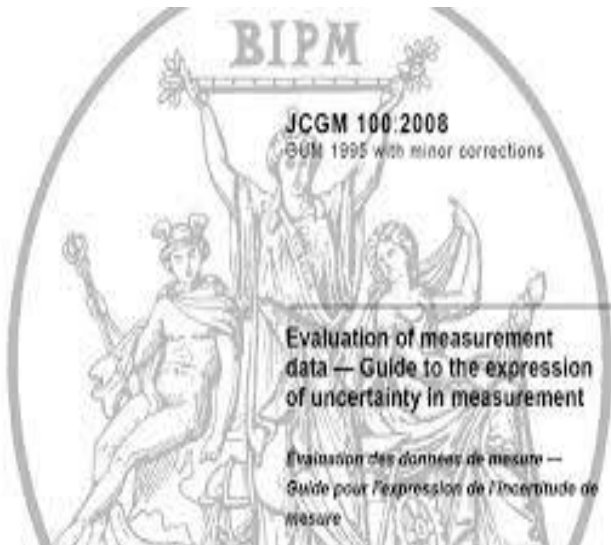
- Relación según ISO/IEC 17025
- Definiciones
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- Probabilidad de conformidad y riesgos
- Aplicación de las reglas de decisión
- Determinación del límite de zona de seguridad
- Recomendaciones

ALCANCE

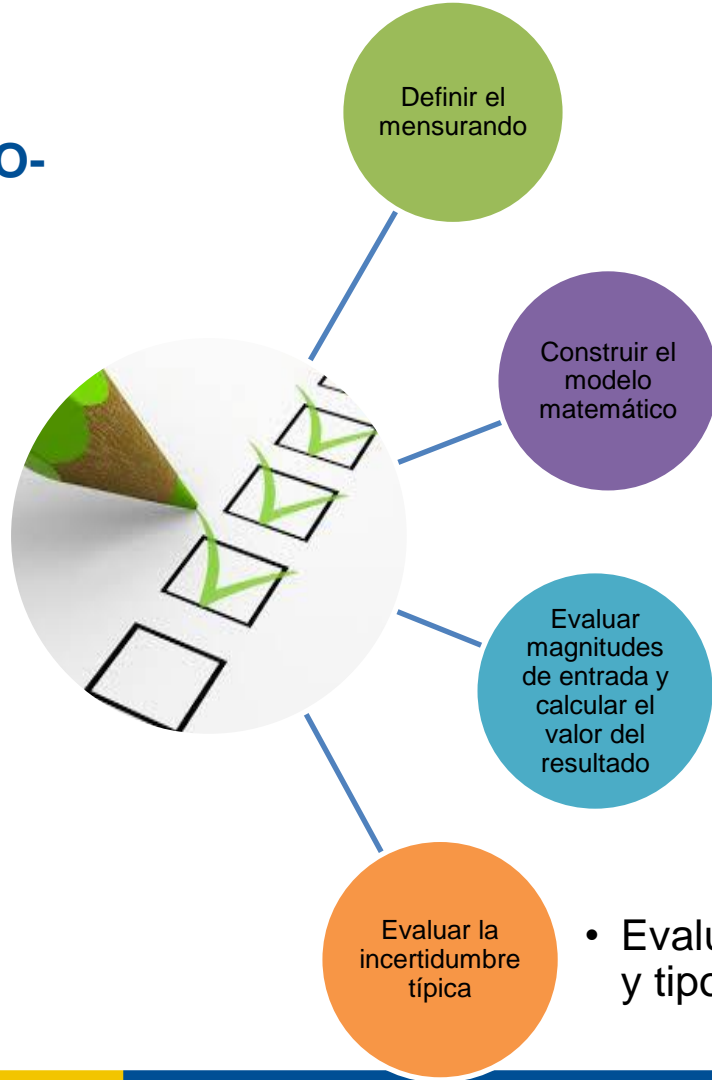
Reglas generales para evaluar y expresar la incertidumbre de medición

Aplicable en diversos campos de mediciones, incluyendo las necesarias para:

- Mantener el control y el aseguramiento de la calidad en producción
 - Cumplir con leyes y reglamentos
- Apoyar I+D aplicados en ciencia e ingeniería
- Calibrar patrones, equipos y realizar ensayos para demostrar trazabilidad
- Desarrollar, mantener y comparar patrones físicos y materiales de referencia



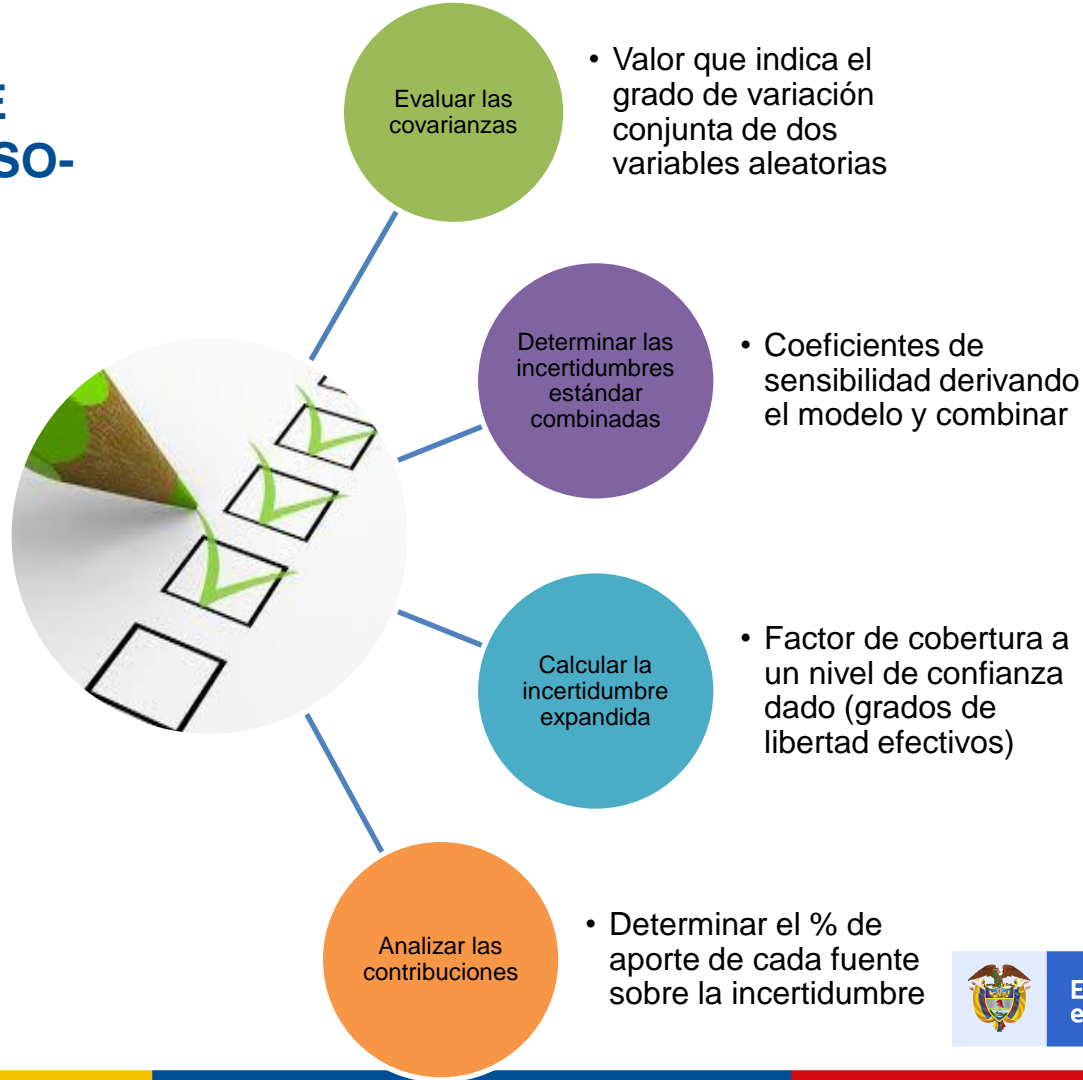
PASOS PARA ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE ISO-GUM



$$C_{muestra} = C_{Reg} * \frac{W_{total}}{W_{muestra}} * R * D$$

Aporte	Valores
Regresión	55.75054535
Factor de dilución	330.9454204
Repetibilidad	1
Deriva	1
Cmuestra	18450.38767

PASOS PARA ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE ISO-GUM



Contenido

Generalidades

- Definición
- Consideraciones generales
- GUM
- Consideraciones en mediciones químicas

Incertidumbre y evaluación de la conformidad

- Relación según ISO/IEC 17025
- Definiciones
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- Probabilidad de conformidad y riesgos
- Aplicación de las reglas de decisión
- Determinación del límite de zona de seguridad
- Recomendaciones

Para tener en cuenta...

El método debe ser conocido lo suficientemente bien

El modelo debe considerar todos los componentes de la incertidumbre

Realizar experimentos previos (desarrollo)

Tener definidas las condiciones de ejecución del método

Condiciones de rutina

Fuentes típicas en química

Todas las fuentes se deben considerar... Complicado o mucho trabajo

Preparación de la muestra	Calibración del instrumento	Medición
Heterogeneidad	Reactivos	Deriva
Extracción	Proceso de trabajo	Selectividad
Estabilidad		Condiciones ambientales

Directrices...

Reportar y $\pm U$ con las mismas unidades

El valor de k utilizado

Nivel de confianza

Expresar la incertidumbre con 2 cifras significativas

El valor se expresa según la incertidumbre

La incertidumbre se redondea en exceso

INCERTIDUMBRE Y EVALUACIÓN DE LA CONFORMIDAD

Contenido

Generalidades

- Definición
- Consideraciones generales
- GUM
- Consideraciones en mediciones químicas

Incertidumbre y evaluación de la conformidad

- Relación según ISO/IEC 17025
- Definiciones
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- Probabilidad de conformidad y riesgos
- Aplicación de las reglas de decisión
- Determinación del límite de zona de seguridad
- Recomendaciones

Contenido

Generalidades

- Definición
- Consideraciones generales
- GUM
- Consideraciones en mediciones químicas

Incertidumbre y evaluación de la conformidad

- Relación según ISO/IEC 17025
- Definiciones
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- Probabilidad de conformidad y riesgos
- Aplicación de las reglas de decisión
- Determinación del límite de zona de seguridad
- Recomendaciones

ISO/IEC 17025:2017

7.8.6 Informe de declaraciones de conformidad

7.8.6.1 Cuando se suministra una **declaración de conformidad** con una especificación o norma, el laboratorio debe documentar la **regla de decisión** aplicada, teniendo en cuenta el **nivel de riesgo** (por aceptación o rechazo incorrectos y las hipótesis estadísticas) asociado con la regla de decisión empleada y aplicar la regla de decisión.

Nota: Cuando el cliente es quien prescribe la regla de decisión, o se prescribe en reglamentos o documentos normativos, no es necesario considerar adicionalmente el nivel de riesgo.

ISO/IEC 17025:2017

7.8.6 Informe de declaraciones de conformidad

7.8.6.2 El laboratorio debe informar sobre la declaración de conformidad, de manera que la declaración identifique claramente:

- a. A cuáles resultados se aplica la declaración de conformidad; y
- b. qué especificaciones, normas o partes de esta se cumplen o no;
- c. **la regla de decisión aplicada (a menos que sea inherente a la especificación o norma solicitada).**

Nota: Para información adicional, véase la Guía ISO/IEC 98-4

Contenido

Generalidades

- Definición
- Consideraciones generales
- GUM
- Consideraciones en mediciones químicas

Incertidumbre y evaluación de la conformidad

- Relación según ISO/IEC 17025
- **Definiciones**
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- Probabilidad de conformidad y riesgos
- Aplicación de las reglas de decisión
- Determinación del límite de zona de seguridad
- Recomendaciones

Definiciones

Necesidad o expectativa establecida

Nota. Los requisitos específicos pueden establecerse en documentos normativos tales como regulaciones, normas y especificaciones técnicas.

REQUISITO ESPECIFICO

Nota. En el documento JCGM 106:2012, un requisito específico corresponde a un intervalo establecido de valores permitidos para una propiedad mensurable de un elemento

Ejemplo. Una muestra de agua residual industrial debe tener una concentración de Hg disuelto no mayor a 10 ng/L

Definiciones

LIMITE DE TOLERANCIA

Límite especificado, superior o inferior, de los valores permitidos para una propiedad

TOLERANCIA

Diferencia entre los límites de tolerancia superior e inferior

Intervalo de valores permitidos para una propiedad

INTERVALO DE TOLERANCIA

Nota. a menos que se indique lo contrario, los límites de tolerancia pertenecen al intervalo de tolerancia

Nota. Al intervalo de tolerancia se le denomina zona de especificación (ASME B 89.7.3.1:2001)

Definiciones

PROBABILIDAD DE CONFORMIDAD

Probabilidad de que un elemento cumpla un requisito específico

LÍMITE DE ACEPTACIÓN

Límite especificado, superior o inferior, de los valores permitidos para la magnitud medida

INTERVALO DE ACEPTACIÓN

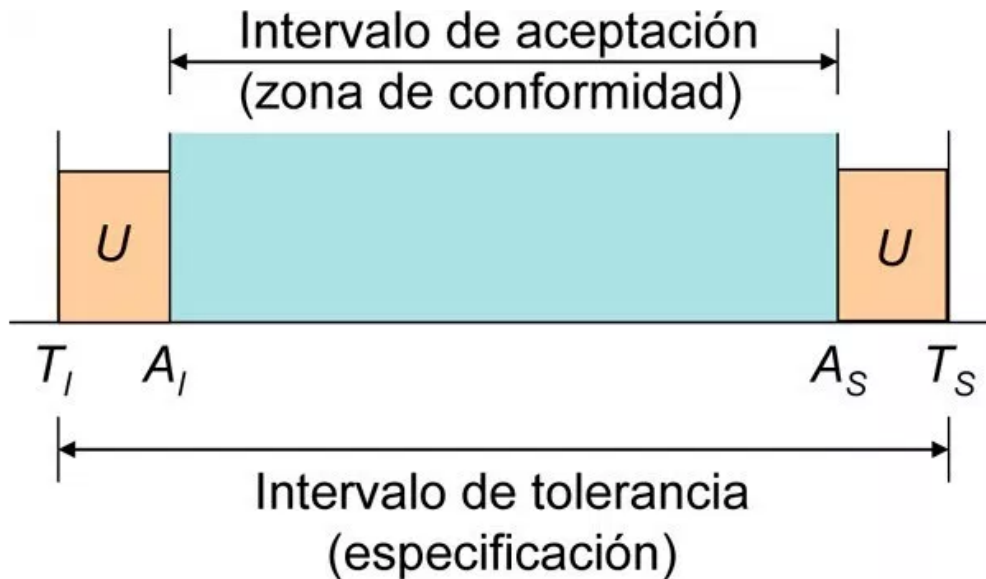
Intervalo de valores permitidos para la magnitud medida

Nota. a menos que se indique lo contrario, los límites de aceptación pertenecen al intervalo de aceptación.

Nota. Al intervalo de aceptación se le denomina zona de aceptación (ASME B 89.7.3.1:2001)

Definiciones

Descripción gráfica del intervalo de tolerancia y de aceptación



Definiciones

INTERVALO DE RECHAZO

Intervalo de valores no permitidos para la magnitud medida

Nota. Al intervalo de rechazo se le denomina zona de rechazo (ASME B 89.7.3.1:2001)

ZONA DE SEGURIDAD

Intervalo entre un límite de tolerancia y el límite de aceptación correspondiente

RIESGO ESPECÍFICO DEL CONSUMIDOR

Probabilidad de que un determinado elemento **aceptado sea no conforme**

RIESGO ESPECÍFICO DEL FABRICANTE

Probabilidad de que un determinado elemento **rechazado sea conforme**

Contenido

Generalidades

- Definición
- Consideraciones generales
- GUM
- Consideraciones en mediciones químicas

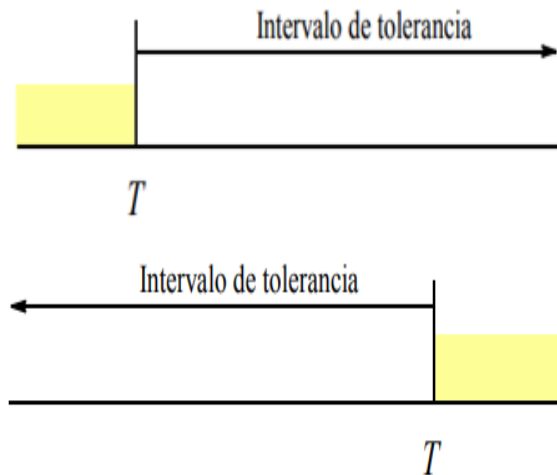
Incertidumbre y evaluación de la conformidad

- Relación según ISO/IEC 17025
- Definiciones
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- Probabilidad de conformidad y riesgos
- Aplicación de las reglas de decisión
- Determinación del límite de zona de seguridad
- Recomendaciones

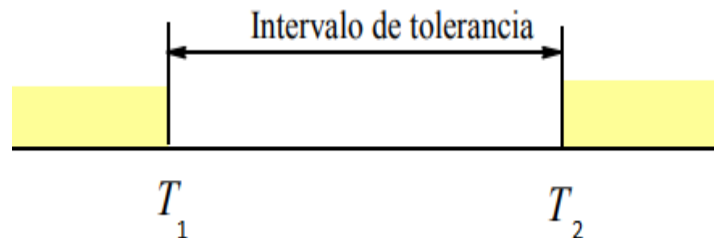
Intervalo de tolerancia

Los intervalos pueden ser de dos tipos:

1. Unilateral

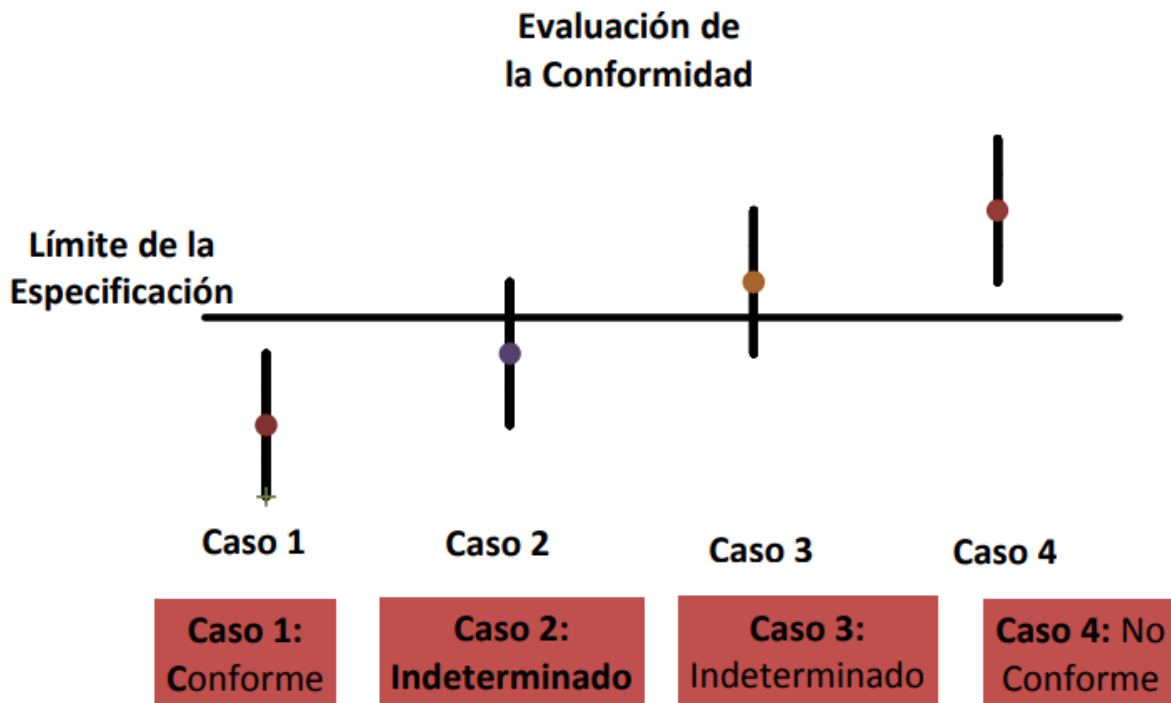


2. Bilateral



Explícitos o implícitos

Intervalo de tolerancia



Intervalo de aceptación y regla de decisión

La conformidad o no conformidad de un elemento acorde con una especificación se basa en un valor medido de una propiedad en relación con una regla de decisión, la cual especifica el papel de la incertidumbre de medición al formular los criterios de aceptación.



Al definir la regla de decisión se determina una zona de aceptación y una zona de rechazo de tal modo que dependiendo de donde se encuentre el resultado de medición se declara una conformidad o no conformidad

Intervalo de aceptación y regla de decisión

Los límites de aceptación y las reglas de decisión se seleccionan de tal manera que se consideren las consecuencias de decisiones erróneas.

Regla de decisión basada en aceptación simple o riesgo compartido



Regla de decisión basada en zonas de seguridad (banda de seguridad)

Intervalo de aceptación y regla de decisión

Regla de decisión basada en aceptación simple o riesgo compartido

- Las dos partes acuerdan aceptar o rechazar un elemento cuya propiedad tenga el resultado de medición en el intervalo de tolerancia
- Se comparten las consecuencias de decisiones erróneas, por lo que se incorpora el requisito de considerar y juzgar la incertidumbre como aceptable para el fin previsto.



Si $T / U \geq 10$



No implica mayores riesgos para cada una de las partes

Intervalo de aceptación y regla de decisión

Regla de decisión basada en aceptación simple o riesgo compartido

Cuando la incertidumbre no es apropiada para el fin previsto y no existen vías para su disminución, no resulta conveniente aplicar la aceptación simple



- a. Uso de instrumentos
- b. Control de condiciones
- c. Normalización
- d. Competencia del personal



REGLA DE DECISIÓN BASADA EN ZONAS DE
SEGURIDAD
(Reducir el riesgo)

Intervalo de aceptación y regla de decisión

Regla de decisión basada en zonas de seguridad

Valor medido de una propiedad cerca a un límite de tolerancia



Decisiones incorrectas



- Aceptar un resultado no conforme
- Rechazar un resultado conforme



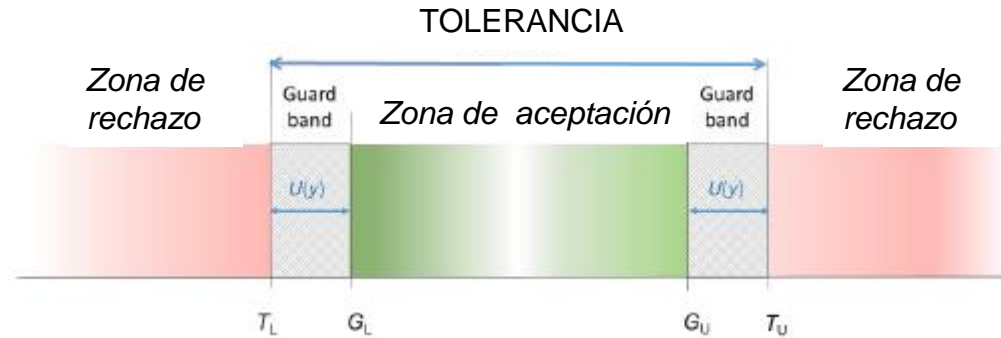
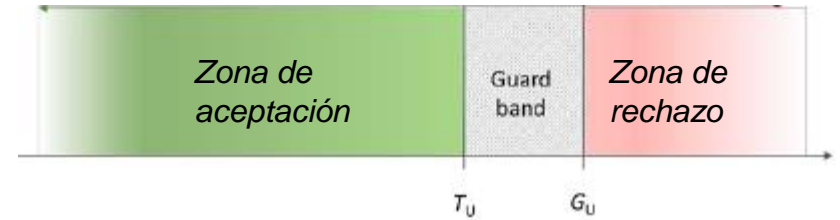
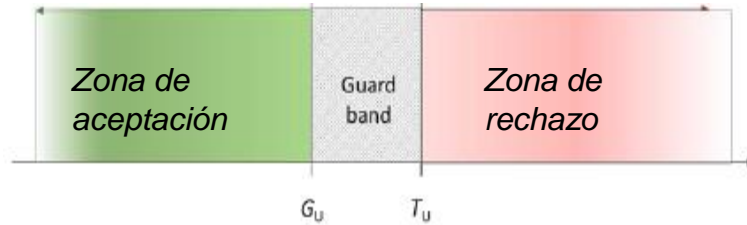
Zonas de seguridad

Se utiliza principalmente con el enfoque de proteger al usuario, reduciendo el riesgo al consumidor.



Intervalo de aceptación y regla de decisión

Regla de decisión basada en zonas de seguridad



Contenido

Generalidades

- Definición
- Consideraciones generales
- GUM
- Consideraciones en mediciones químicas

Incertidumbre y evaluación de la conformidad

- Relación según ISO/IEC 17025
- Definiciones
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- **Probabilidad de conformidad y riesgos**
- Aplicación de las reglas de decisión
- Determinación del límite de zona de seguridad
- Recomendaciones

Probabilidad de conformidad - riesgos

El contenido de tiamina (vitamina B1) en una harina de trigo es de 6.8 mg/kg con $u(y)$ de 0.2 mg/kg.
(intervalo de confianza del 95% $k=2$)

El límite de tolerancia mínimo es de 6.3 mg/kg

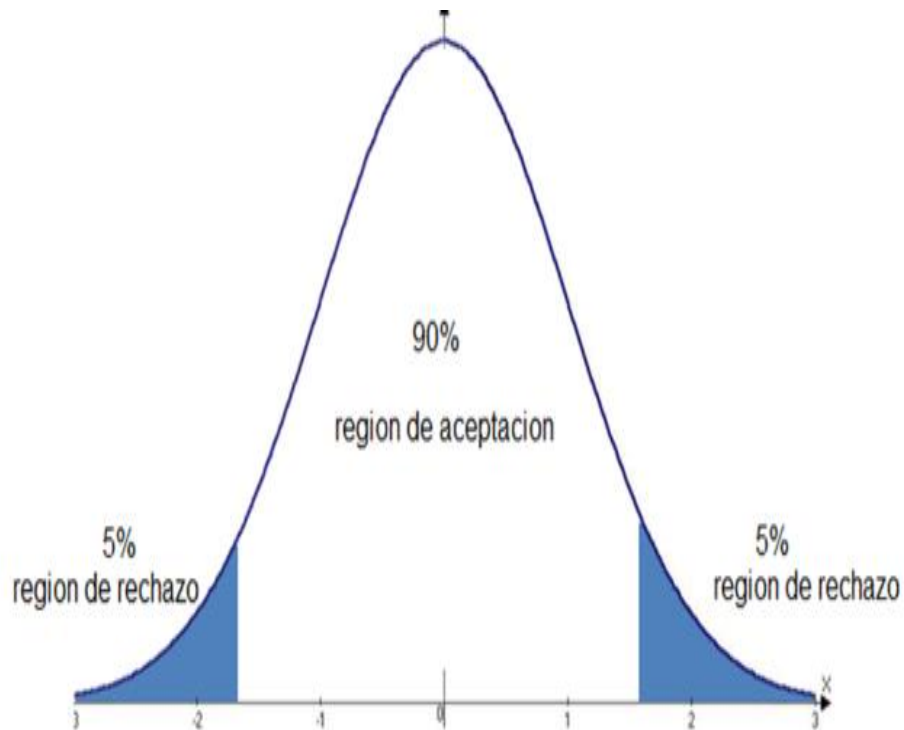


Probabilidad de conformidad - riesgos

La probabilidad de conformidad o P_c es la probabilidad de que un elemento cumpla un requisito específico

Tener en cuenta la distribución

FDP Normal



Probabilidad de conformidad - riesgos

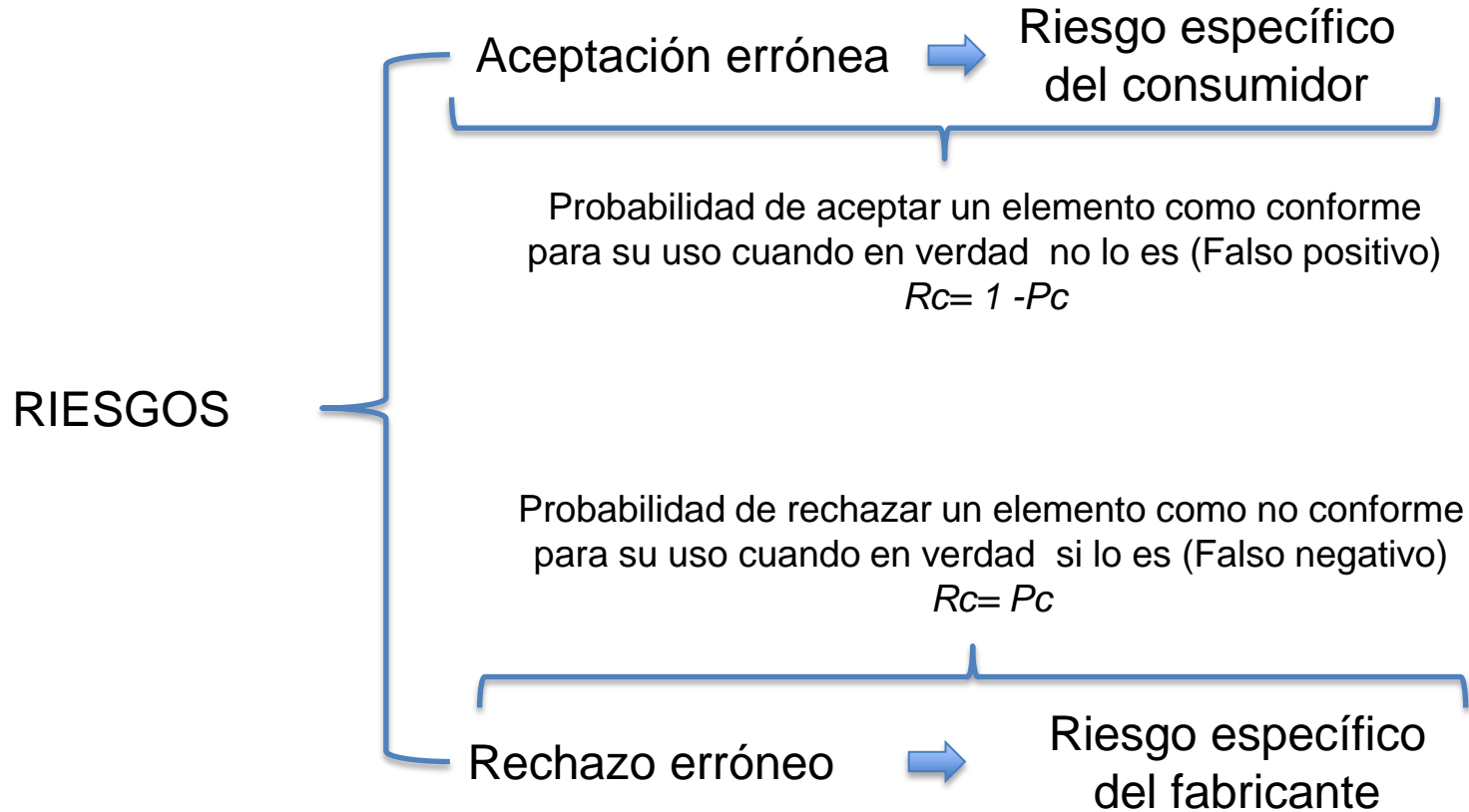
Si los valores determinados para una propiedad están lejos de los límites de tolerancia hay menos probabilidad de tomar decisiones erróneas



Si los valores determinados para una propiedad están cerca de los límites de tolerancia hay más probabilidad de tomar decisiones erróneas

Si todos los sistemas de medición fueran completamente exactos, las decisiones de conformidad serían correctas y los riesgos serían nulos.

Probabilidad de conformidad - riesgos



Contenido

Generalidades

- Definición
- Consideraciones generales
- GUM
- Consideraciones en mediciones químicas

Incertidumbre y evaluación de la conformidad

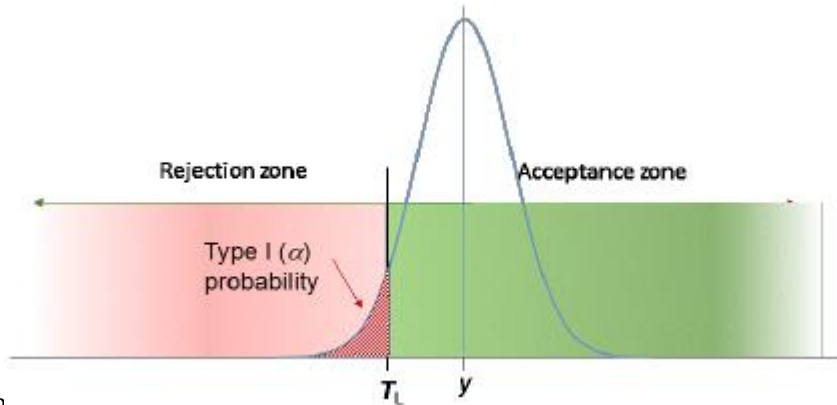
- Relación según ISO/IEC 17025
- Definiciones
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- Probabilidad de conformidad y riesgos
- **Aplicación de las reglas de decisión**
- Determinación del límite de zona de seguridad
- Recomendaciones

Aplicación de las reglas de decisión

Un límite de tolerancia inferior sin zona de seguridad

El contenido de tiamina (vitamina B1) en una harina de trigo es de 6.8 mg/kg con $u(y)$ de 0.2 mg/kg.
(intervalo de confianza del 95% $k=2$)

El límite de tolerancia mínimo es de 6.3 mg/kg



6.4 mg/kg - 7.2 mg/kg

Un límite de tolerancia sin zona de seguridad

Regla de decisión:

Conforme: $P(Y \geq LTI) \geq (1-\alpha)$

No conforme: $P(Y \geq LTI) < (1-\alpha)$

Conforme: $P(Y \geq 6.3) \geq (1-0,05)$

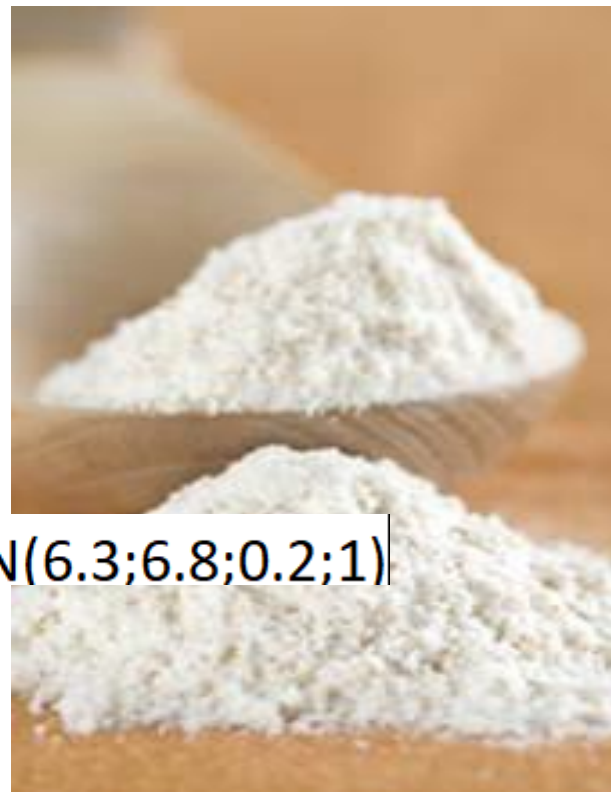
$$P_c = P(Y \geq 6.3) = 1 - \Phi\left(\frac{LTI - y}{u(y)}\right)$$

$$P_c = 99,34\%$$

$$= \text{DISTR.NORM.N}(6.3; 6.8; 0.2; 1)$$

$$0.993 \geq 0.95$$

Cumple

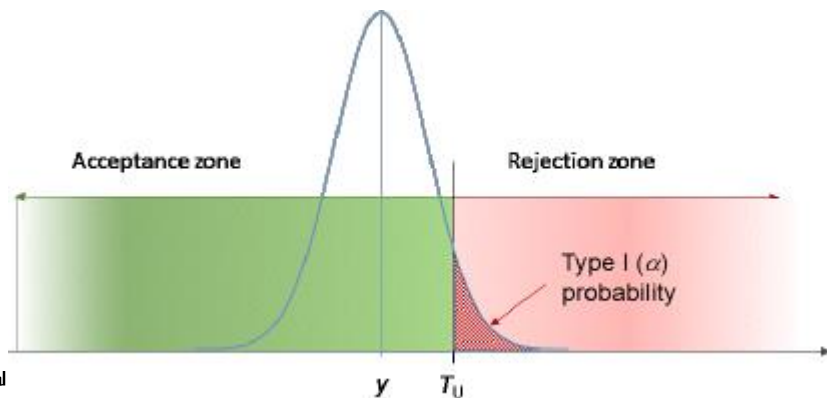


Aplicación de las reglas de decisión

Un límite de tolerancia superior sin zona de seguridad

El contenido de Clorpirifos en aguacate es de $8.3 \mu\text{g}/\text{kg}$ con $u(y)$ de $0.9 \text{ mg}/\text{kg}$. (intervalo de confianza del 95% $k=2$)

El límite de tolerancia máximo es de $10 \mu\text{g}/\text{kg}$ Riesgo del 1%



$6.5 \mu\text{g}/\text{kg} - 10.1 \mu\text{g}/\text{kg}$

Un límite de tolerancia sin zona de seguridad

Regla de decisión:

Conforme: $P(Y \leq LTu) \geq (1-\alpha)$

No conforme: $P(Y \leq LTu) < (1-\alpha)$

Conforme: $P(Y \leq 10) \geq (1-0,01)$

$$P_c = P(Y \leq 10) = \Phi\left(\frac{LTu - y}{u(y)}\right) = \text{DISTR.NORM.N}(10; 8.3; 0.9; 1)$$

$$P_c = 97,05\%$$

$$0.9705 < 0.99$$

No Cumple

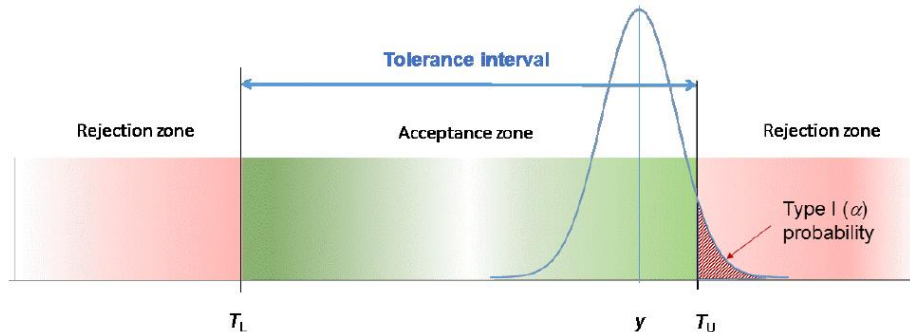


Aplicación de las reglas de decisión

Un intervalo de tolerancia sin zona de seguridad

El contenido de Acetaminofén para adultos se debe encontrar entre 495 mg y 503 mg. Se analizan varias muestras y se tiene un resultado de 502 mg con $u(y)$ de 0.5 mg. (intervalo de confianza del 95% $k=2$)

Riesgo del 1%



501 mg - 503 mg

Un límite de tolerancia sin zona de seguridad

Regla de decisión:

Conforme: $P(LTI \leq Y \leq LTu) \geq (1-\alpha)$

No conforme: $P(LTI \leq Y \leq LTu) < (1-\alpha)$

Conforme: $P(495 \leq Y \leq 503) \geq (1-0,01)$

$$P_c = P(495 \leq Y \leq 503) = \Phi\left(\frac{LTu - y}{u(y)}\right) - \Phi\left(\frac{LTI - y}{u(y)}\right)$$

$$P_c = 97.72\%$$

$$0.9772 < 0.99$$

No Cumple

Aplicación de las reglas de decisión



Contenido

Generalidades

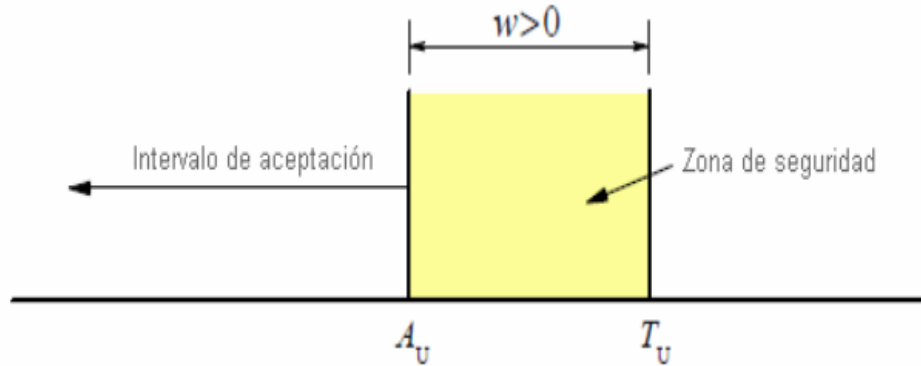
- Definición
- Consideraciones generales
- GUM
- Consideraciones en mediciones químicas

Incertidumbre y evaluación de la conformidad

- Relación según ISO/IEC 17025
- Definiciones
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- Probabilidad de conformidad y riesgos
- Aplicación de las reglas de decisión
- **Determinación del límite de zona de seguridad**
- Recomendaciones

Determinación del límite de zona de seguridad

Regla de decisión basada en zonas de seguridad



Regla de decisión: aceptación conservadora

$$\omega = T_u - A_u > 0$$

ω : Longitud de zona de seguridad

En la regla de aceptación conservadora $\omega > 0$

$$\omega = r \times U(y)$$

Donde r: multiplicador de la zona de seguridad

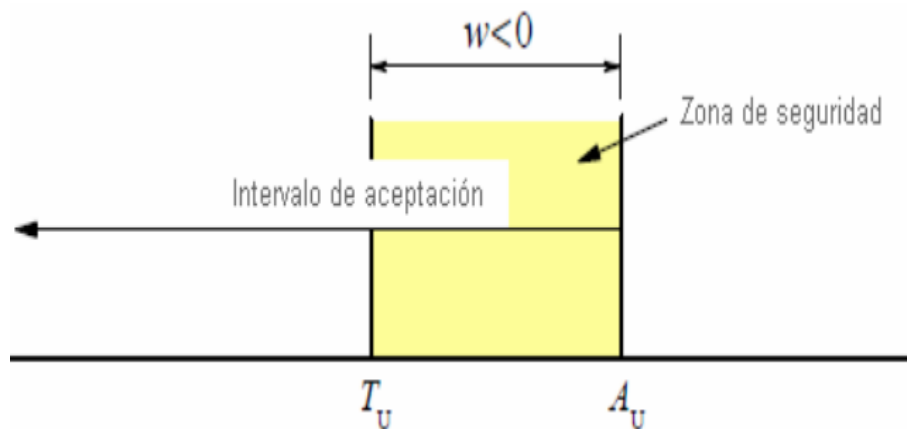
Determinación del límite de zona de seguridad

Regla de decisión basada en zonas de seguridad

Regla de decisión: rechazo conservador

Límite de aceptación fuera del intervalo de tolerancia.

Reduce la probabilidad de rechazar erróneamente un elemento conforme (riesgo del fabricante)



$$\omega = T_u - A_u < 0$$

ω : Longitud de zona de seguridad

Determinación del límite de zona de seguridad

Regla de decisión basada en zonas de seguridad

ISO 14253-1 :2017

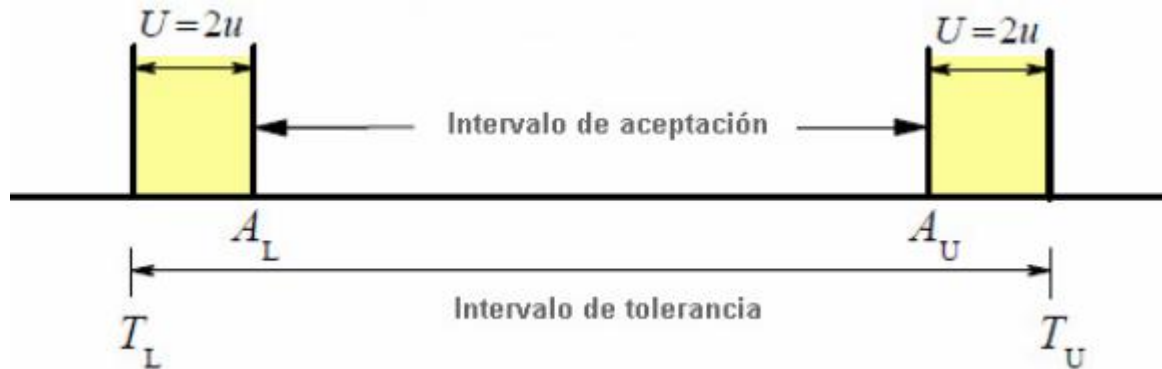
Regla de decisión: aceptación conservadora

$$\omega = r \times U(y)$$

$$r = 1$$

$$A_U = T_U - U(y)$$

$$A_L = T_L + U(y)$$



Un límite de tolerancia superior con zona de seguridad

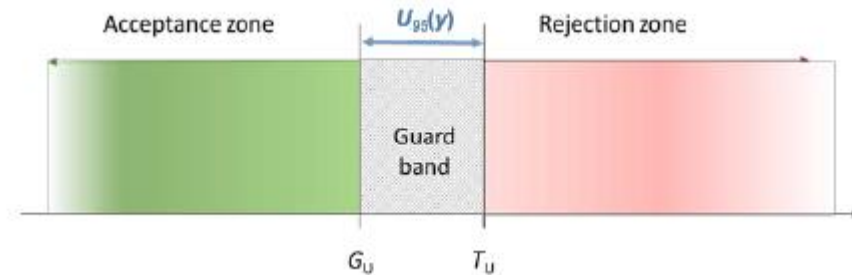
El contenido máximo de Hg en pescado es de 0.5 mg/kg (según Resolución 122 de 2012)

El resultado promedio del contenido de Hg en trucha es de 0.38 mg/kg con $u(y)$ 0.08 mg/kg.

$$G_u = L_{tu} - U(y)$$

$$G_u = 0.5 - (0.08 * 2)$$

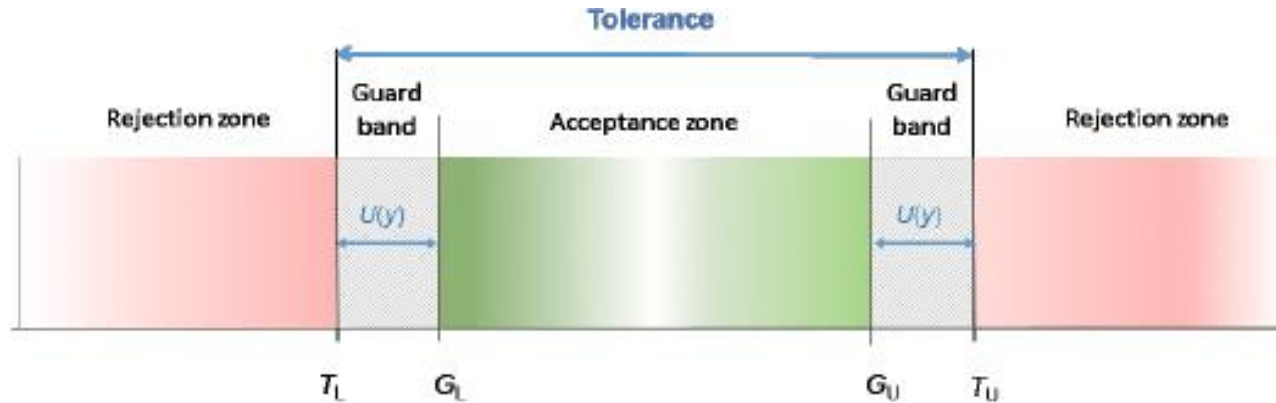
$$G_u = 0.34 \text{ mg/kg}$$



Intervalo de tolerancia con zona de seguridad

$$G_u = L_{tu} - U(y)$$

$$G_l = L_{tl} + U(y)$$



Un límite de tolerancia superior con zona de seguridad

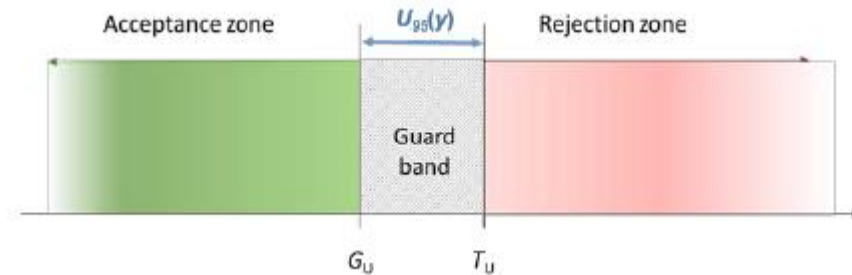
El contenido máximo de Hg en pescado es de 0.5 mg/kg (según Resolución 122 de 2012). Riesgo del 1%

El resultado promedio del contenido de Hg en trucha es de 0.38 mg/kg con $u(y)$ 0.08 mg/kg.

$$G_u = 0.5 - 0.08^*$$

$$G_u = 0.5 - (0.08 * 2.33)$$

$$G_u = 0.31 \text{ mg/kg}$$



Determinación del límite de zona de seguridad

Regla de decisión basada en zonas de seguridad

Regla de decisión: aceptación conservadora

Otras formas de estimar el límite de aceptación

ISO 14253-1 :2017

$$A_U = T_U - U(y)$$

M3003 (M2)

$$A_U = T_U - 0.82 * U(y)$$

M3003 (M3)

$$A_U = \sqrt{[T_U]^2 - [U(y)]^2}$$

NCSL RP-10

$$A_U = T_U * \left[1.25 - \frac{1}{TUR} \right]$$

Contenido

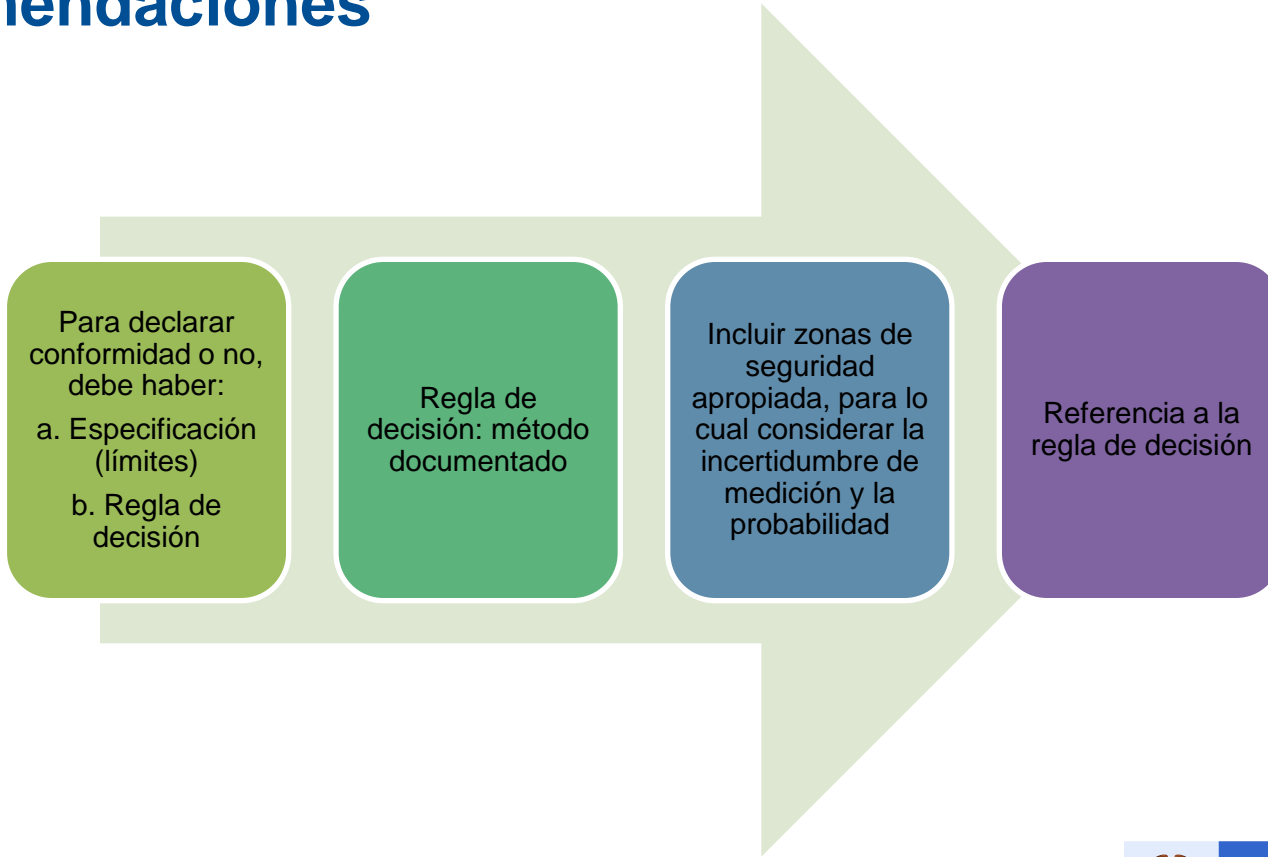
Generalidades

- Definición
- Consideraciones generales
- GUM
- Consideraciones en mediciones químicas

Incertidumbre y evaluación de la conformidad

- Relación según ISO/IEC 17025
- Definiciones
- Intervalo de tolerancia, intervalo de aceptación y regla de decisión
- Probabilidad de conformidad y riesgos
- Aplicación de las reglas de decisión
- Determinación del límite de zona de seguridad
- Recomendaciones

Recomendaciones



BIBLIOGRAFIA

- JCGM 106:2012. Evaluación de datos de medición – el papel de la incertidumbre de medición en la evaluación de la conformidad. 2012
- EURACHEM / CITAC Guide. Use of uncertainty information in compliance assessment. 2007
- EUROLAB Technical Report No.1/2017. Decision rules applied to conformity assessment. 2017.
- A.M. Sánchez Perez, E. Prieto, J. de Vicente y Oliva. Errores, incertidumbre y evaluación de la conformidad. Revista Española de Metrología. 2012
- Análisis de Riesgo y reglas de decisión en la evaluación de la conformidad para ISO/IEC 17025:2017. La Guía MetAs. 2018