

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
2972-1:1996
(ISO 5725-1:1994)**

**EXACTITUD (VERACIDAD
Y PRECISIÓN) DE MÉTODOS
DE MEDICIÓN Y
RESULTADOS. PARTE 1:
PRINCIPIOS Y
DEFINICIONES GENERALES**



PROLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la COVENIN constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma es una adopción de la norma ISO No. 5725-1:1994 fue considerada bajo los lineamientos del Comité Técnico de Normalización CT23 Calidad por el Subcomité Técnico SC3 Procedimientos estadísticos y aprobada por la COVENIN en su reunión No. 142 de fecha 09-10-96.



NORMA VENEZOLANA
EXACTITUD (VERACIDAD Y PRECISIÓN)
DE MÉTODOS DE MEDICIÓN Y RESULTADOS
PARTE 1: PRINCIPIOS Y DEFINICIONES
GENERALES

COVENIN
2972-1:1996
1^{era} Revisión
(ISO 5725-1:1994)

0 INTRODUCCIÓN

0.1 Esta norma utiliza dos términos, "veracidad" y "precisión", para describir la exactitud de un método de medición. "Veracidad" se refiere a cuán cerca se encuentra la media aritmética de un gran número de resultados de ensayos y el valor verdadero o el valor de referencia aceptado. "Precisión" se refiere a la proximidad de la concordancia entre los diferentes resultados de un ensayo.

0.2 La necesidad de considerar la "precisión" surge porque ensayos ejecutados sobre materiales presumiblemente idénticos bajo condiciones presumiblemente idénticas, por lo general no dan resultados idénticos. Esto se atribuye a errores aleatorios inevitables en cualquier procedimiento de medición; todos los factores que influyen el resultado de una medición no pueden ser completamente controlados. Esta variabilidad ha de ser tomada en cuenta en la interpretación práctica de datos de medición. Por ejemplo, la diferencia entre un resultado de un ensayo y algún otro valor especificado, puede estar dentro del intervalo del error aleatorio inevitable, en cuyo caso no se ha establecido definitivamente la existencia de una diferencia con el valor especificado, igualmente, la comparación de resultados de dos lotes de material no indicaría una diferencia fundamental en la calidad si la diferencia entre los resultados puede ser atribuidos a la variación inherente del procedimiento de medición.

0.3 Muchos factores pueden contribuir a la variabilidad de los resultados de un método de medición (a demás de las variaciones que pueden existir entre dos muestras supuestamente idénticas), tales como:

- a) el operador;
- b) el equipo usado;
- c) la calibración del equipo;
- d) el ambiente (temperatura, humedad, polución del aire, etc.);
- e) el tiempo transcurrido entre una medición y otra.

La variabilidad entre mediciones ejecutadas por operadores diferentes y/o con equipos diferentes, generalmente será mayor que la variabilidad entre mediciones hechas en un intervalo corto de tiempo por un único operador usando el mismo equipo.

0.4 El término general para la variabilidad entre mediciones repetidas es "precisión". Para describir la

variabilidad de un método de medición, ha sido necesario y (en muchos casos prácticos) útil, usar dos condiciones específicas de precisión: condiciones de repetibilidad y de reproducibilidad. Bajo condiciones de repetibilidad, los factores a) a la e) antes mencionados son considerados constantes y no contribuyen a la variabilidad, mientras que bajo condiciones de reproducibilidad estos sí varían y contribuyen a la variabilidad de los resultados de un ensayo. De esta manera, repetibilidad y reproducibilidad son los dos extremos de la precisión, describiendo respectivamente la mínima y la máxima variabilidad posible en los resultados. Otras condiciones intermedias entre estas dos condiciones extremas también son factibles, cuando se permiten la variación de uno o más factores a) a la e), y son usadas bajo circunstancias específicas. La precisión se expresa normalmente en términos de desviaciones estándar.

0.5 La "veracidad" de un método de medición es de interés cuando es posible concebir un valor verdadero para la propiedad que está siendo medida. Si para algún método de medición no se puede conocer el valor verdadero con certeza, puede que sea posible tener un valor de referencia aceptado para la propiedad que está siendo medida; este sería el caso, por ejemplo, si hay disponible un material de referencia adecuado, o si es posible establecer un valor de referencia aceptable usando otro método de medición o con la preparación de una muestra de composición conocida. La veracidad de un método de medición puede determinarse comparando el valor de referencia aceptado con el nivel de los resultados dados por un método de medición. La veracidad se expresa normalmente en términos de sesgo. El sesgo aparece en un análisis químico, por ejemplo, si el método de medición deja de extraer la totalidad de un elemento, o si la presencia de un elemento interfiere con la determinación de otro elemento.

0.6 El término general "exactitud" se usa en esta norma para referirse tanto a la veracidad como también a la precisión. El término "exactitud" fue usado en el pasado únicamente para describir el componente ahora llamado "veracidad", pero muchas personas se les ocurrió que debería referirse al desplazamiento total de un resultado de su valor de referencia, tanto por causa de los efectos aleatorios como de los efectos sistemáticos.

El término "sesgo" ha sido usado durante mucho tiempo en la estadística pero, debido a que causaba ciertas objeciones filosóficas entre miembros de algunas profesiones (tal como practicantes de la medicina y la profesión legal), se ha enfatizado el aspecto positivo recurriendo al término "veracidad".

1 OBJETO

1.1 El objeto de esta norma es:

- exponer en grandes rasgos los principios generales que deberían ser comprendidos al evaluar la exactitud (veracidad y precisión) de métodos de medición y sus resultados, en la aplicación de estos términos, así como establecer estimaciones prácticas de las diferentes medidas de un experimento (COVENIN 2972-1);
- proveer un método básico para estimar las dos medidas extremas de la precisión de métodos de medición de un experimento (ISO 5725-2);
- proveer un procedimiento para obtener medidas intermedias de precisión, dando las circunstancias en las cuales se aplican y los métodos para estimarlos (ISO 5725-3);
- proveer métodos básicos para la determinación de la veracidad de un método de medición (ISO 5725-4);
- proveer algunas alternativas a los métodos básicos, dados en ISO 5725-2 e ISO 5725-4, para determinar la precisión y veracidad de métodos de medición, para su uso bajo ciertas circunstancias (ISO 5725-5);
- presentar algunas aplicaciones prácticas de estas medidas de veracidad y precisión (ISO 5725-6).

1.2 Esta norma concierne exclusivamente a métodos de medición que arrojan mediciones en una escala continua y dan un valor único como el resultado de un ensayo, aun cuando este valor único puede ser el resultado de un cálculo hecho a partir de un conjunto de observaciones.

Define valores que describen, en términos cuantitativos, la capacidad que tiene un método de medición para dar un resultado correcto (veracidad) o para replicar un dado resultado (precisión). Esto implica que se está midiendo exactamente la misma cosa, en exactamente la misma manera, y que el proceso de medición está bajo control.

Esta norma puede ser aplicada a un amplio rango de materiales, incluyendo líquidos, polvos y objetos sólidos, manufacturados o naturales, con tal de que se tome en cuenta cualquier heterogeneidad existente en el material.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos en base a ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente.

2.1 Normas Venezolanas COVENIN

COVENIN-ISO 3534-1:1995 *Estadística - Vocabulario y símbolos. Parte 1: Términos relativos a probabilidades y estadística general.*

2.2 Otras Normas

ISO 5725-2:1994 ¹⁾ *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.*

ISO 5725-3:1994 *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method.*

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.*

3 DEFINICIONES

Para el propósito de esta norma, son aplicables las siguientes definiciones.

Algunas definiciones son tomadas de la COVENIN-ISO 3534-1.

Los símbolos usados en esta norma están en el anexo A.

3.1 valor observado: valor de una característica, obtenido como el resultado de una única observación.

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.2 resultado de ensayo: valor de una característica, obtenido al ejecutar un método de ensayo específico.

NOTA 1 El método de ensayo debería especificar que una o varias observaciones individuales son hechas, y su promedio u otra función apropiada (tal como la mediana o la desviación estándar) sea reportada como el resultado del ensayo. También puede que sea necesario aplicar alguna corrección estándar a los resultados originales, tal como la corrección de volúmenes de gas a una temperatura y presión estándar. De este modo, un resultado de un ensayo puede ser el resultado calculado en base a varios valores observados. En el caso más sencillo, el resultado del ensayo es el propio valor observado.

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.3 nivel del ensayo en un experimento de precisión: promedio general de los resultados de los ensayos de todos los laboratorios para un material, o para un espécimen, en particular.

¹⁾ A ser adoptada próximamente

3.4 celda en un experimento de precisión: resultados de un ensayo a un único nivel obtenido por un solo laboratorio.

3.5 valor de referencia aceptado: valor que sirve como una referencia de comparación previamente acordada, y que es determinado como:

- a) un valor teórico o establecido, basado en principios científicos;
- b) un valor asignado o certificado, basado en el trabajo experimental de una organización nacional o internacional;
- c) un valor de consenso o certificado, basado en un trabajo experimental en colaboración de varios laboratorios bajo los auspicios de un grupo científico o de ingeniería;
- d) la esperanza matemática de la cantidad mensurable cuando no se dispone de a), b) y c), es decir, la media de una población específica de mediciones.

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.6 exactitud: proximidad de la concordancia entre un resultado de ensayo y el valor de referencia aceptado.

NOTA 2 El término "exactitud", al ser aplicado a un grupo de resultados de ensayos, involucra una combinación de componentes aleatorios y de un error sistemático común o de un componente sesgado.

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.7 veracidad: proximidad de la concordancia entre el valor promedio obtenido a partir de una larga serie de resultados de ensayo, y un valor de referencia aceptado.

NOTAS

3 La medida de la veracidad es usualmente expresada en términos de sesgo.

4 La veracidad ha sido referida en el pasado como "la exactitud de la media". Este uso no es recomendado

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.8 sesgo: diferencia entre la esperanza matemática de los resultados de ensayo y el valor de referencia aceptado.

NOTA 5 El sesgo es el error sistemático total, a diferencia del error aleatorio. Puede haber uno o más componentes de errores sistemáticos contribuyendo al sesgo. Una mayor diferencia sistemática del valor de referencia aceptado, es reflejado por un mayor valor del sesgo.

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.9 sesgo de un laboratorio: diferencia entre la esperanza matemática de los resultados de ensayos de un laboratorio en particular y un valor de referencia aceptado.

3.10 sesgo de un método de medición: diferencia entre la esperanza matemática de los resultados de ensayo obtenidos de todos los laboratorios usando dicho método, y un valor de referencia aceptado.

NOTA 6 Un ejemplo de esto sería el de un método, que se supone mide el contenido de azufre de un compuesto, y consistentemente deja de extraer la totalidad del azufre, dando un sesgo negativo al método de medición. El sesgo de un método de medición es dado por la diferencia del valor de referencia aceptado con el promedio de los resultados de un gran número de laboratorios usando el mismo método. El sesgo de un método de medición puede ser diferente en distintos niveles de la característica que esta siendo medida.

3.11 componente del laboratorio en el sesgo: diferencia entre el sesgo del laboratorio y el sesgo del método de medición.

NOTAS

7 El componente del laboratorio en el sesgo es específico para un determinado laboratorio y las condiciones de la medición dentro de ese laboratorio, y puede también ser diferente a diferentes niveles del ensayo.

8 El componente del laboratorio en el sesgo es en relación al resultado promedio general, y no en relación al valor verdadero o de referencia.

3.12 precisión: proximidad de la concordancia entre los resultados de ensayo independientes obtenidos bajo condiciones estipuladas.

NOTAS

9 La precisión depende solamente de la distribución de errores aleatorios y no guarda ninguna relación con el valor verdadero o el valor especificado.

10 La medida de la precisión es usualmente expresada en términos de imprecisión y calculada como una desviación estándar de los resultados de ensayo. Una menor precisión es reflejada por una mayor desviación estándar.

11 "Resultados de ensayos independientes" significa resultados obtenidos en una forma no influenciada por cualquier resultado previo sobre el mismo o similar objeto de ensayo. Las medidas cuantitativas de precisión dependen fuertemente de las condiciones estipuladas. Condiciones de repetibilidad y de reproducibilidad son conjuntos particulares de condiciones extremas.

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.13 repetibilidad: precisión bajo condiciones de repetibilidad.

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.14 condiciones de repetibilidad: condiciones donde resultados independientes de ensayo son obtenidos con el mismo método de ensayo sobre ítems de ensayo idénticos en el mismo laboratorio por el mismo operador usando el mismo equipo en un corto intervalo de tiempo.

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.15 desviación estándar de repetibilidad: desviación estándar de los resultados de ensayo obtenidos bajo condiciones de repetibilidad.

NOTAS

12 Es una medida de la dispersión de la distribución de los resultados de ensayo bajo condiciones de repetibilidad.

13 Igualmente, la "varianza de repetibilidad" y el "coeficiente de variación de repetibilidad" podrían ser definidos y usados como medidas de la dispersión de los resultados de ensayo, bajo condiciones de repetibilidad.

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.16 límite de repetibilidad: valor máximo, con una probabilidad del 95 %, de la diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo obtenidos bajo condiciones de repetibilidad.

NOTA 14 El símbolo usado es r .

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.17 reproducibilidad: precisión bajo condiciones de reproducibilidad.

3.18 condiciones de reproducibilidad: condiciones donde resultados independientes de ensayo son obtenidos con el mismo método sobre ítems de ensayo idénticos en laboratorios diferentes con operadores diferentes usando equipos diferentes.

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.19 desviación estándar de reproducibilidad: desviación estándar de los resultados de ensayo obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad.

NOTAS

15 Es una medida de dispersión de la distribución de los resultados de ensayo bajo condiciones de reproducibilidad.

16 Igualmente, la "varianza de reproducibilidad" y el "coeficiente de variación de reproducibilidad" podrían ser definidos y usados como medidas de la dispersión de

los resultados de ensayo, bajo condiciones de reproducibilidad.

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.20 límite de reproducibilidad: valor máximo, con una probabilidad del 95 %, de la diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad.

NOTA 17 El símbolo usado es R .

[COVENIN-ISO 3534-1]

3.21 valor atípico: valor en un conjunto de valores que no es consistente con los demás valores del conjunto.

NOTA 18 La ISO 5725-2 especifica las pruebas estadísticas y el nivel de significancia a ser usado en la identificación de valores atípicos en experimentos de veracidad y de precisión.

3.22 experimento colaborativo de evaluación: experimento interlaboratorio en el que se evalúa el desempeño de cada laboratorio usando el mismo método estándar de medición sobre muestras idénticas.

NOTAS

19 Las definiciones dadas en 3.16 al 3.20 son aplicables a resultados que varían en una escala continua. Si el resultado del ensayo es discreto o redondeado, el límite de repetibilidad y el límite de reproducibilidad tal como fue definido anteriormente es, en cada caso, el valor máximo, con una probabilidad no menor del 95 % de la diferencia absoluta entre dos resultados sencillos de ensayo.

20 Las definiciones dadas en 3.8 al 3.11, 3.15, 3.16, 3.19 y 3.20 se refieren a valores teóricos que en realidad no son conocidos. Los valores de las desviaciones estándar de reproducibilidad y repetibilidad y el sesgo determinado experimentalmente (según lo descrito en ISO 5725-2 y 5725-4) son, en términos estadísticos, estimadores de estos valores, y como tal, están sujetos a errores. Como consecuencia, por ejemplo, los niveles de probabilidades asociados con los límites r y R no serían exactamente 95 %. Serían aproximadamente el 95 % cuando muchos laboratorios que participan en el experimento de precisión, pero puede ser muy diferente al 95 % cuando participan menos de 30 laboratorios. Esto es inevitable pero no afecta seriamente la utilidad práctica como herramienta para juzgar si las diferencias entre resultados pueden ser atribuidos a incertidumbres aleatorias inherentes al método de medición, o no. Las diferencias mayores que el límite de repetibilidad r o del límite de reproducibilidad R serían cuestionables.

21 Los símbolos r y R ya tienen uso general para otros propósitos; en COVENIN-ISO 3534-1 r se recomienda como símbolo del coeficiente de correlación, y R (σ_W) para el rango de una serie de observaciones sencillas.

Sin embargo, no debería existir ninguna confusión si se usa el término completo de límite de repetibilidad r o límite de reproducibilidad R cada vez que exista la posibilidad de un mal entendido, especialmente cuando se citan estos valores en normas.

4 IMPLICACIONES PRÁCTICAS DE LAS DEFINICIONES PARA LOS EXPERIMENTOS DE EXACTITUD

4.1 Método estándar de medición

4.1.1 Para que las mediciones sean hechas de la misma manera, los métodos de mediciones deben haber sido normalizados. Todas las mediciones deben realizarse de acuerdo a un método estándar. Esto quiere decir que debe existir un documento escrito que regule todos los detalles de la ejecución de la medición, incluyendo una descripción de como la muestra o probeta a ser medida debería ser obtenida y preparada.

4.1.2 La existencia de un método documentado para la medición implica la existencia de una organización responsable por la implantación del método bajo estudio.

NOTA 22 El método estándar de medición es tratado con más detalle en 6.2.

4.2 Experimentos de exactitud

4.2.1 La exactitud (veracidad y precisión) de las medidas debería ser determinada por los resultados de una serie de ensayos reportados por los laboratorios participantes organizados bajo un comité de expertos establecido específicamente para tal fin.

Tal experimento interlaboratorios se denomina "experimento de exactitud". Este experimento también se puede denominar un experimento de "veracidad" o "precisión" de acuerdo a su propósito limitado. Si el propósito es determinar la veracidad, se debe haber realizado previamente el experimento de precisión o ambos deben realizarse simultáneamente.

Los estimados de la exactitud derivados de cada experimento siempre deberían ser designados como válidos solamente para ensayos realizados de acuerdo con el método estándar de medición.

4.2.2 A menudo se considera un experimento de exactitud, como un ensayo práctico de la adecuación del método estándar de medición. Uno de los propósitos principales de la normalización, es eliminar tanto como sea posible, las diferencias entre los usuarios (laboratorios) y los datos obtenidos a través del experimento de exactitud que revelaran con que efectividad este propósito ha sido alcanzado. Grandes diferencias en las varianzas intralaboratorio o en los promedios entre laboratorios, (véase 7) puede indicar que el método estándar de medición no está lo suficientemente detallado y posiblemente pueda ser mejorado. En todo caso esto debería ser reportado al

grupo normalizador, junto con una petición que sea investigada más a fondo..

4.3 Ítems idénticos de ensayo

4.3.1 En un experimento de exactitud, las muestras o probetas de un producto específico son enviadas desde un mismo sitio a un número de laboratorios en diferentes lugares, países e inclusive a continentes diferentes. La definición de las condiciones de repetibilidad (3.14) al decir que las mediciones de esos laboratorios deben desarrollarse con ítems idénticos de ensayo, se refiere al momento cuando las mismas son realmente realizadas. Esto significa, que las dos condiciones siguientes deben ser satisfechas:

- las muestras deben ser idénticas cuando se despachan a los laboratorios;
- las muestras deben mantenerse idénticas durante el transporte y durante los intervalos de tiempo que puedan transcurrir hasta que se realicen realmente las mediciones.

Al organizar experimentos de exactitud, se deben observar cuidadosamente ambas condiciones.

NOTA 23 La selección del material apropiado se discute más profundamente en 6.4.

4.4 Intervalos cortos de tiempo

4.4.1 De acuerdo con las definiciones de condiciones de repetibilidad (véase 3.14), las mediciones para determinar la repetibilidad deben ser hechas bajo condiciones constantes de operación; es decir, durante el tiempo de ejecución de la medición, los factores considerados en 0.3 deberían ser constantes. Principalmente, el equipo no debería ser recalibrado entre mediciones a menos que esto sea una parte esencial de cada medición individual. En la práctica, los ensayos bajo condiciones de repetibilidad deberían ser realizados en períodos de tiempo tan cortos como sea posible, con el fin de minimizar cambios en aquellos factores tales como el medio ambiente, donde su constancia no puede ser garantizada.

4.4.2 Existe también una segunda consideración la cual puede surgir en el intervalo de tiempo entre mediciones, y es que se asume que los resultados de los ensayos son independientes. Si se cree que resultados previos puede influir en el subsecuente resultado del ensayo (reduciendo el estimado de la varianza de repetibilidad) puede ser necesario proveer una probetas separadas e identificadas de manera tal que un operador no sepa que son supuestamente idénticas. Se darían instrucciones sobre el orden en que aquellas probetas serían medidas, y ese orden sería aleatorio, de forma tal que todos los ítems idénticos no sean medidos al mismo tiempo. Esto conlleva a que el intervalo de tiempo entre medidas repetidas no sea tan corto como lo deseado, a menos que la naturaleza de las mediciones permita que una serie de

ellas puedan ser realizadas completamente en intervalos cortos de tiempo. Debe prevalecer el sentido común.

4.5 Laboratorios participantes

4.5.1 Una premisa básica considerada en esta norma es que para el método estándar de medición, la repetibilidad será la misma, al menos aproximadamente, para todos los laboratorios que aplican el procedimiento estándar, lo que permite establecer un promedio común de la desviación estándar de repetibilidad, el cual puede ser aplicado a cualquier laboratorio. Sin embargo, cualquier laboratorio puede a través de la ejecución de una serie de mediciones bajo condiciones de repetibilidad, alcanzar su propio estimado de desviación estándar de repetibilidad para el método de medición y compararlo contra el valor común estándar. Un procedimiento para realizar esto está definido en la ISO 5725-6.

4.5.2 Las cantidades definidas en 3.8 a 3.20 en teoría aplican a todos los laboratorios que desarrollan por igual, el método de medición. En la práctica, son determinadas apartir de una muestra de esta población de laboratorios. Detalles adicionales para la selección de la muestra son dados en 6.3. Con tal de seguir estas instrucciones con respecto al número de laboratorios para ser incluidos y el número de mediciones que ellos realizan, los estimados de exactitud y precisión resultante deberían cumplir las expectativas. Sin embargo, si posteriormente se encuentra evidencia de que los laboratorios participantes no fueron, o ya no son, lo suficientemente representativos de todos aquellos que utilizan el método de medición estándar, entonces la medición debe ser repetida.

4.6 Condiciones de observación

4.6.1 Los factores que contribuyen a la variación de los valores observados en un laboratorio, se listan en 0.3. Estos pueden ser dados como tiempo, operador y equipos cuando las observaciones en diferentes momentos incluyen los efectos debidos a los cambios en las condiciones del medio ambiente y a la recalibración de equipos entre observaciones. Bajo condiciones de repetibilidad, las observaciones se realizan con estos factores constantes, mientras que bajo condiciones de reproducibilidad, las observaciones se realizan en diferentes laboratorios; es decir, no solamente variando estos factores sino también con efectos adicionales debido a la diferencia entre laboratorios con respecto al tipo de gerencia, mantenimiento del laboratorio, revisión de la estabilidad de las observaciones, etc.

4.6.2 En algunas ocasiones puede ser útil considerar las condiciones intermedias de precisión bajo las cuales las observaciones se realizan en un mismo laboratorio, donde se permite variar uno o más de los factores de tiempo, operador o equipo. En la determinación de la precisión de un método de medición es muy importante definir las condiciones apropiadas de observación, es

decir, si los tres factores arriba mencionados deberían ser constantes o no.

Además, el tamaño de la variación proveniente de un factor dependerá del método de medición. Por ejemplo, en los análisis químicos, los factores "tiempo" y "operador" pueden predominar, mientras que en los microanálisis los factores son "equipo" y "ambiente", y para los ensayos físicos predominan "equipo" y "calibración".

5 MODELO ESTADÍSTICO

5.1 Modelo básico

Para estimaciones de la exactitud (veracidad y precisión) de un método de medición, es útil asumir que el resultado, y , de cada ensayo es la suma de tres componentes:

$$y = m + B + e \quad \dots(1)$$

donde, para el material ensayado,

- m es la media general (esperanza matemática);
- B es el componente de sesgo del laboratorio bajo condiciones de repetibilidad;
- e es el error aleatorio que ocurre en cada medición bajo condiciones de repetibilidad.

5.1.1 Media general, m

5.1.1.1 La media general m es el nivel del ensayo; muestras de diferentes purezas de un compuesto químico o materiales diferentes (por ejemplo: diferentes tipos de acero), corresponderán a diferentes niveles. En muchas situaciones técnicas el nivel de ensayo es exclusivamente definido por el método de medición, y el concepto de un valor verdadero independiente no aplica. Sin embargo en algunas situaciones, el concepto de valor verdadero μ del ensayo es apropiado, como es el caso de la concentración verdadera de una solución que está siendo titulada. El nivel m no es necesariamente igual al valor verdadero μ .

5.1.1.2 Cuando se revisa la diferencia entre los resultados de los ensayos obtenidos por el mismo método de medición, el sesgo del método de medición no influirá y podrá ser ignorado. Sin embargo cuando se comparan resultados de ensayos con valores especificados en un contrato o un estándar donde el contrato o especificación se refiere al valor verdadero (μ) y no al "nivel del ensayo" (m), o cuando se comparan resultados generados a través de diferentes métodos de medición, el sesgo del método de medición debe ser tomado en consideración. Si existe un valor verdadero y un material de referencia satisfactorio entonces el sesgo del método de medición debería ser determinado como lo dice la norma ISO 5725-4.

5.1.2 Término B

5.1.2.1 Este término es considerado constante durante una serie de ensayos bajo condiciones de repetibilidad, pero tendrá valores diferentes bajo otras condiciones. Cuando los resultados de los ensayos son comparados siempre entre los mismos dos laboratorios, es necesario que ellos determinen su sesgo relativo, bien sea determinado sus sesgos individuales, en experimento de exactitud, o a través de ensayos privados establecidos entre ellos. Sin embargo para establecer declaraciones generalizadas referentes a las diferencias entre dos laboratorios no especificados, o al hacer comparaciones entre dos laboratorios que no han determinado sus propios sesgos, entonces se debe considerar la distribución general de los componentes de los laboratorios sobre el sesgo. Este fue el razonamiento que originó el concepto de reproducibilidad. Los procedimientos dados en ISO 5725-2 fueron desarrollados asumiendo que la distribución de los componentes del laboratorio en el sesgo sigue una distribución aproximadamente normal, pero en la práctica estos sirven para la mayoría de las distribuciones con tal que sean unimodales.

5.1.2.2 La varianza de B es llamada varianza interlaboratorios y es expresada como:

$$\text{var}(B) = \sigma_L^2 \quad \dots(2)$$

donde σ_L^2 incluye variaciones entre equipos y entre operadores.

En el experimento básico de precisión descrito en la ISO 5725-2, estos componentes no están separados. Los métodos para medir el tamaño de algunos de los componentes aleatorios de B se dan en la ISO 5725-3.

5.1.2.3 En General, B puede ser considerado como la suma de los componentes aleatorios y sistemáticos. No se pretende dar aquí una lista exhaustiva de los factores que contribuyan a B , pero ellos incluyen condiciones climáticas diferentes, variaciones de los equipos dentro de las tolerancias del fabricante, e inclusive diferencias en las técnicas bajo las cuales los operadores son entrenados en diferentes lugares.

5.1.3 Término error e

5.1.3.1 Este término representa el error aleatorio que ocurre en cada resultado de ensayo, y los procedimientos establecidos para esta norma fueron desarrollados asumiendo que la distribución de esta variable error era aproximadamente normal, pero en la práctica ellas funcionan para la mayoría de las distribuciones con tal de que sean unimodales.

5.1.3.2 La varianza en un solo laboratorio bajo condiciones de repetibilidad es denominada varianza intralaboratorio y esta expresada por:

$$\text{var}(e) = \sigma_w^2 \quad \dots (3)$$

5.1.3.3 Se puede esperar que σ_w^2 tenga diferentes valores en diferentes laboratorios, debido, por ejemplo, a las diferencias en las destrezas de los operadores, pero en esta norma se asume que para un método estándar de medición tales diferencias entre laboratorios deberían ser pequeñas y se justifica tener un valor común de varianza intralaboratorio para todos los laboratorios que están utilizando el método de medición. Este valor común el cual es estimado por la media aritmética de las varianzas intralaboratorio, se denomina la varianza de repetibilidad y se designa por:

$$\sigma_r^2 = \overline{\text{var}(e)} = \overline{\sigma_w^2} \quad \dots (4)$$

Esta media aritmética es tomada de todo los laboratorios involucrados en el experimento de exactitud, los cuales permanecen después de que los valores atípicos confiables fueron excluidos.

5.2 Relaciones entre el modelo básico y la precisión

5.2.1 Cuando se adopta el modelo básico señalado en 5.1, la varianza de repetibilidad es medida directamente como la varianza del término error e , pero la varianza de reproducibilidad depende de la suma de la repetibilidad y la varianza interlaboratorios señalada en 5.1.2.2.

5.2.2 Se requiere de dos cantidades como medidas de precisión, la desviación estándar de repetibilidad.

$$\sigma_r = \sqrt{\text{var}(e)} \quad \dots(5)$$

y la desviación estándar de reproducibilidad

$$\sigma_R = \sqrt{\sigma_L^2 + \sigma_w^2} \quad \dots(6)$$

5.3 Modelos alternativos

Las alternativas al modelo básico son utilizadas cuando se consideran apropiadas y son descritas en las partes pertinentes de la ISO 5725.

6 CONSIDERACIONES DEL DISEÑO EXPERIMENTALES AL ESTIMAR EXACTITUD

6.1 Planificación de un experimento de exactitud

6.1.1 La planificación real de un experimento para estimar la precisión y/o veracidad de un método de medición estándar debería ser tarea de una comisión de expertos familiarizados con el método de medición y su aplicación. Al menos un miembro de la comisión debería tener experiencia en el diseño estadístico y análisis de experimentos.

6.1.2 Las siguientes preguntas deberían ser consideradas cuando se planifica el experimento:

- a) ¿Existe un estándar satisfactorio disponible para el método de medición?
- b) ¿Cuántos laboratorios deberían seleccionarse en el experimento?
- c) ¿Cómo deberían seleccionarse los laboratorios, y qué requisitos deberían satisfacer?
- d) ¿Cuál es el rango de niveles encontrados en la práctica?
- e) ¿Cuántos niveles deberían usarse en el experimento?
- f) ¿Qué materiales son adecuados para representar estos niveles y cómo deberían prepararse?
- g) ¿Qué número de réplicas deberían prepararse?
- h) ¿Qué lapso de tiempo debería especificarse para la culminación de todas las mediciones?
- i) ¿Es el modelo básico de 5.1 apropiado, o debería considerarse uno modificado?
- j) ¿Se debería tomar precauciones especiales para asegurar que materiales idénticos se miden en el mismo estado en todos los laboratorios?

Estas preguntas son consideradas en 6.2 a 6.4.

6.2 Método de medición estándar

Como se estableció en 4.1, el método de medición bajo investigación debe ser uno que ya ha sido normalizado. Tal método tiene que ser robusto, es decir, pequeñas variaciones en el procedimiento no deberían producir cambios inesperadamente grandes en los resultados. Si esto puede suceder, debe existir precauciones adecuadas o advertencias. Es también deseable que en el proceso de desarrollo de un método de medición estándar se haga todo el esfuerzo para eliminar o reducir el sesgo.

Pueden usarse procedimientos experimentales similares para medir la veracidad y precisión, tanto de métodos de medición establecidos como de métodos de medición recientemente normalizados. En el último caso, los resultados obtenidos deberían considerarse como estimados preliminares, porque la veracidad y la precisión podrían cambiar a medida que los laboratorios adquieren experiencia.

El documento que expone el método de medición debe ser completo y no ambiguo. Todas las operaciones esenciales concernientes al ambiente donde se desarrolla el procedimiento, los reactivos y aparatos, verificación preliminar del equipo y la preparación de la muestra de ensayo deberían incluirse en el método de medición, posiblemente mediante referencias a otros procedimientos escritos que estén disponibles a los operadores. La manera de calcular y expresar el resultado de ensayo debería especificarse precisamente,

incluyendo el número de cifras significativas a ser reportadas.

6.3 Selección de laboratorios para el experimento de exactitud

6.3.1 Elección de laboratorios

Desde un punto de vista estadístico, aquellos laboratorios que participan en cualquier experimento para estimar exactitud deberían haber sido escogidos al azar de todos los laboratorios que usan el método de medición. Los voluntarios podrían no constituir una sección representativa. Sin embargo otras consideraciones prácticas, tales como un requisito de que los laboratorios participantes estén distribuidos sobre diferentes continentes o regiones climáticas, pueden afectar el patrón de representación.

Los laboratorios participantes no deberían ser exclusivamente aquellos que han obtenido experiencia especial durante el proceso de normalización del método. Tampoco deberían ser exclusivamente aquellos laboratorios de "referencia" especializados con el objeto de demostrar la exactitud con la cual el método puede realizarse por manos expertas.

El número de laboratorios a seleccionarse para participar en un experimento cooperativo interlaboratorios y el número de resultados de ensayo requerido de cada laboratorio a cada nivel del ensayo son interdependientes. Una guía para decidir cuántos deberían ser se da en 6.3.2 a 6.3.4.

6.3.2 Número de laboratorios requeridos para un estimado de precisión

6.3.2.1 Las diversas cantidades representadas mediante el símbolo σ en las ecuaciones de (2) a (6) de la cláusula 5 son desviaciones estándar verdaderas cuyos valores no son conocidos, y estimación es uno de los objetivos de un experimento de precisión. Cuando se va a realizar un estimado (s) de una desviación estándar verdadera (σ), pueden inferirse conclusiones como el rango alrededor de σ dentro del cual el estimado (s). Esto es un problema estadístico bien comprendido que se resuelve mediante el uso de la distribución chi-cuadrada y el número de resultados a partir del cual se basó el estimado de s . Una fórmula usada frecuentemente es:

$$P\left[-A < \frac{s - \sigma}{\sigma} < +A\right] = P \quad \dots (7)$$

Usualmente A es expresado en términos de porcentaje, permitiendo declarar que el estimado estándar (s) puede esperarse que esté dentro de A a cada lado de la desviación estándar verdadera (σ) con una cierta probabilidad P .

6.3.2.2 Para un solo nivel del ensayo, la incertidumbre en la desviación estándar de repetibilidad dependerá del

número de laboratorios (p) y el número de resultados de ensayo de cada laboratorio (n). Para la desviación estándar de reproducibilidad, el procedimiento es más complicado en la medida en que se determina a partir de dos desviaciones estándar [véase ecuación (6)]. Un factor extra γ se necesita, representado por el cociente de la desviación estándar de reproducibilidad entre la desviación estándar de repetibilidad, esto es:

$$\gamma = \sigma_R / \sigma_r \quad \dots (8)$$

6.3.2.3 Asumiendo un nivel de probabilidad P de 95 %, se han preparado ecuaciones aproximadas para los valores de A y se dan más adelante. Las ecuaciones se aplican para propósitos de planificar cuantos laboratorios seleccionar y decidir cuantos resultados de ensayos se requieren de cada laboratorio en cada nivel del ensayo. Estas ecuaciones no dan límites de confianza y por tanto no deberían usarse durante la etapa de análisis para calcular límites de confianza. Las ecuaciones son las siguientes,

Para repetibilidad

$$A = A_r = 1.96 \sqrt{\frac{1}{2p(n-1)}} \quad \dots (9)$$

Para reproducibilidad

$$A = A_R = 1.96 \sqrt{\frac{p[1 + n(\gamma^2 - 1)]^2 + (n-1)(p-1)}{2\gamma^4 n^2 (n-1)p}} \quad \dots (10)$$

NOTA 24 Una varianza de la muestra la cual tiene v grados de libertad y esperanza matemática σ^2 puede asumirse que siguen, aproximadamente, una distribución normal con varianza $2\sigma^4/v$. Las ecuaciones (9) y (10) fueron derivadas haciendo esta suposición sobre las varianzas involucradas en la estimación de σ_r y σ_R . La adecuación de la aproximación fue verificada mediante un cálculo exacto.

6.3.2.4 El valor de γ no es conocido, pero a menudo los estimados preliminares están disponibles para las desviaciones estándar intralaboratorio y las desviaciones estándar interlaboratorio obtenidas durante el proceso estándar del método de medición. Valores exactos de los porcentajes de incertidumbre para desviaciones estándar de repetibilidad y reproducibilidad con diferentes números de laboratorios (p) y diferentes números de resultados por laboratorio (n) se dan en la tabla 1 y son gráficos en el anexo B.

6.3.3 Número de laboratorios requeridos para el estimado del sesgo

6.3.3.1 El sesgo del método de medición, δ , puede ser estimado a partir de:

$$\hat{\delta} = \bar{y} - \mu \quad \dots (11)$$

$\bar{y}$

es la gran media de todos los resultados de ensayo obtenidos por todos los laboratorios en un nivel particular del experimento;

μ

es el valor de referencia aceptado

Tabla 1 - Valores que muestran la incertidumbre de los estimados de las desviaciones estándar de reproducibilidad y repetibilidad

No. de laboratorios p	A_r			$\gamma = 1$			A_R			$\gamma = 5$		
	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$
5	0,62	0,44	0,36	0,46	0,37	0,32	0,61	0,58	0,57	0,68	0,67	0,67
10	0,44	0,31	0,25	0,32	0,26	0,22	0,41	0,39	0,38	0,45	0,45	0,45
15	0,36	0,25	0,21	0,26	0,21	0,18	0,33	0,31	0,30	0,36	0,36	0,36
20	0,31	0,22	0,18	0,22	0,18	0,16	0,28	0,27	0,26	0,31	0,31	0,31
25	0,28	0,20	0,16	0,20	0,16	0,14	0,25	0,24	0,23	0,28	0,28	0,27
30	0,25	0,18	0,15	0,18	0,15	0,13	0,23	0,22	0,21	0,25	0,25	0,25
35	0,23	0,17	0,14	0,17	0,14	0,12	0,21	0,20	0,19	0,23	0,23	0,23
40	0,22	0,16	0,13	0,16	0,13	0,11	0,20	0,19	0,18	0,22	0,22	0,22

La incertidumbre de este estimado puede ser expresado por la ecuación:

$$p[\delta - A\sigma_R < \hat{\delta} < \delta + A\sigma_R] = 0,95 \quad \dots (12)$$

la cual muestra que el estimado estará dentro de $A\sigma_R$ del sesgo verdadero del método de medición verdadero con una posibilidad de 0,95. En términos de factor γ [véase ecuación (8)]:

$$A = 1,96 \sqrt{\frac{n(\gamma^2 - 1) + 1}{\gamma^2 pn}} \quad \dots (13)$$

En la tabla 2 se dan valores de A.

6.3.3.2 El sesgo de laboratorio, Δ , en el momento del experimento puede ser estimado a partir de:

$$\hat{\Delta} = \bar{y} - \mu \quad \dots (14)$$

donde:

$\bar{y}$ es la media aritmética de todos los resultados obtenidos por el laboratorio en un nivel particular del experimento;

μ es el valor de referencia aceptado.

La incertidumbre de este estimado puede ser expresado por la ecuación:

$$p[\Delta - A_w\sigma_r < \hat{\Delta} < \Delta + A_w\sigma_r] = 0,95 \quad \dots (15)$$

la cual muestra que el estimado estará dentro de $A_w\sigma_r$ del sesgo verdadero de laboratorio con una probabilidad de 0,95. Aquí la incertidumbre intralaboratorio es:

$$A_w = \frac{1,96}{\sqrt{n}} \quad \dots (16)$$

En la tabla 3 se dan valores de A_w .

Table 2.- Valores de A, la incertidumbre de un estimado del sesgo del método de medición

No. de laboratorios p	Valores de A			
	$\gamma=0$ todo n	$\gamma=1$		
		$n=2$	$n=3$	$n=4$
5	0,88	0,76	0,72	0,69
10	0,62	0,54	0,51	0,49
15	0,51	0,44	0,41	0,40
20	0,44	0,38	0,36	0,35
25	0,39	0,34	0,32	0,31
30	0,36	0,31	0,29	0,28
35	0,33	0,29	0,27	0,26
40	0,31	0,27	0,25	0,25

Tabla 3 - Valores de A_w , la incertidumbre de un estimado del sesgo intralaboratorio

No. of resultados del ensayo n	Valores de A_w
5	0,88
10	0,62
15	0,51
20	0,44
25	0,39
30	0,36
35	0,33
40	0,31

6.3.4 Implicaciones en la selección de laboratorios

La selección del número de laboratorios será un compromiso entre la disponibilidad de recursos y un deseo de reducir la incertidumbre de los estimados a un nivel satisfactorio. A partir de las figuras B.1 y B.2 en el anexo B puede verse que los estimados de la desviación estándar de repetibilidad y reproducibilidad podrían diferir substancialmente de sus valores verdaderos si sólo un pequeño número ($p = 5$) de laboratorios toma parte en un experimento de precisión, y que aumentar el número de los laboratorios por dos o tres produce sólo pequeñas reducciones en las incertidumbres de los estimados cuando p es mayor que 20. Es común escoger un valor de p entre 8 y 15. Cuando σ_L es mayor que σ_r (es decir, γ es mayor que 2), como a menudo es el caso, poco se gana obteniendo más que $n = 2$ resultados de ensayo por laboratorios para cada nivel.

6.4 Selección de materiales a ser usados para un experimento de exactitud.

6.4.1 Los materiales a usarse en un experimento para determinar la exactitud de un método de medición debería representar completamente aquellos a los cuales se va a aplicar el método de medición en uso normal. Como regla general, cinco materiales diferentes usualmente proveerán un rango suficientemente amplio de niveles para permitir que se establezca adecuadamente la exactitud. Un número menor puede ser apropiado en la primera investigación de un método de medición recientemente desarrollado cuando se sospecha que modificaciones al método pueden ser necesarias, seguidas por experimentos de exactitud adicionales.

6.4.2 Cuando las mediciones tienen que ejecutarse sobre objetos discretos que no son alterados por la medición, ellas podrían, al menos en principio, ser llevadas a cabo usando el mismo conjunto de objetos en diferentes laboratorios. Estos, sin embargo, requeriría circular el mismo conjunto de objetos a laboratorios que a menudo están situados distantes uno del otro, en diferentes países o continentes, con un considerable riesgo de pérdida o daño durante el transporte. Si se van a usar ítems diferentes en laboratorios diferentes, entonces ellos deben seleccionarse de tal manera que

pueda asumirse que son idénticos para los propósitos prácticos.

6.4.3 Al seleccionar el material que represente los diferentes niveles, debería considerarse si el material debe ser especialmente homogeneizado antes de preparar las muestras para el despacho, o si el efecto de la heterogeneidad del material debe incluirse en los valores de exactitud.

6.4.4 Cuando las mediciones tienen que realizarse sobre materiales sólidos que no pueden homogeneizarse (tales como metales, goma o productos textiles) y cuando la medición no puede ser repetida sobre la misma pieza de ensayo, la falta de homogeneidad en el material de ensayo formará un componente esencial de la precisión de la medición y el concepto de material idéntico ya no es válido. Los experimentos de precisión todavía pueden llevarse a cabo, pero los valores de precisión pueden ser válidos sólo para el material particular usado y deberían ser referidos como tales. Un uso más universal de la precisión determinada será aceptable sólo si puede demostrarse que los valores no difieren significativamente entre materiales producidos en tiempos diferentes o por productores diferentes. Esto requeriría un experimento más elaborado que el que ha sido considerado en ISO 5725.

6.4.5 En general donde están involucrados ensayos destructivos, la contribución a la variabilidad en los resultados de ensayo causada por las diferencias entre las muestras sobre las cuales se realizan las mediciones deben ser despreciables, comparadas a la variabilidad del método de medición mismo, o forma parte de inherente de la variabilidad del método de medición, y ser así verdaderamente un componente de la precisión.

6.4.6 Cuando los materiales bajo medición pueden cambiar con el tiempo, la escala general de tiempo del experimento debería seleccionarse para tomar esto en cuenta. Puede ser apropiado en algunos casos especificar el momento en el cual las muestras van a ser medidas.

6.4.7 En todo lo anterior, se hace referencia a mediciones en diferentes laboratorios, requiriendo el transporte de las muestras de ensayo a los laboratorio, pero algunas muestras de ensayo no son transportables, tales como tanques de almacenamiento de petróleo. En tales casos, la medición por diferentes laboratorios se hace enviando a diferentes operadores con sus equipos al sitio de ensayo. En otros casos, la cantidad que esta siendo medida puede ser transitoria o variable, tales como el flujo de agua en un río; es aquí cuando deben tomarse precauciones de que diferentes mediciones sean hechas bajo las mismas condiciones, en la medida que sea posible. Es importante tener presente que el objetivo es determinar la aptitud para repetir la misma medición.

6.4.8 El establecimiento de valores de precisión para un método de medición presupone que la precisión es independiente del material que está siendo ensayado, o

depende del material en una manera predecible. Con algunos métodos de medición es posible referir la precisión sólo en relación a una o más clases definibles de material de ensayo. Tales datos serán sólo una guía aproximada a la precisión en otras aplicaciones. Más a menudo se encuentra que la precisión está estrechamente relacionada al nivel del ensayo, y la determinación de la precisión incluye entonces el establecimiento de una relación entre precisión y nivel. Por lo tanto, cuando se publiquen valores de precisión para un método de medición estándar, se recomienda que el material usado en el experimento de precisión debería ser claramente especificado junto con la gama de materiales a la cual los valores puede esperarse que apliquen.

6.4.9 Para la evaluación de la veracidad, al menos uno de los materiales usados deberían tener un valor de referencia aceptado. Si es probable que la veracidad varíe con el nivel, se necesitarán materiales con valores de referencia aceptados a varios niveles.

7 UTILIZACIÓN DE LA EXACTITUD DE DATOS

7.1 Publicación de valores de veracidad y precisión

7.1.1 Cuando el propósito de un experimento de precisión es obtener estimados de desviación estándar de repetibilidad y reproducibilidad, bajo las condiciones definidas en 3.14 y 3.18, se debe usar el modelo básico explicado en el punto 5.1. La ISO 5725-2, proporciona un método apropiado para obtener estimados de las desviaciones estándar; otro método alternativo se encuentra en la ISO 5725-5. Cuando el propósito es obtener estimados de mediciones intermedias de precisión, se utilizará el modelo alternativo y los métodos explicados en la ISO 5725-3.

7.1.2 Una vez determinado el sesgo del método de medición, éste debería ser publicado con una declaración indicando la referencia contra la cual el sesgo se determinó. Donde el sesgo varía con el nivel del ensayo, la declaración estará en forma de una tabla especificando el nivel, el sesgo determinado y la referencia usada en dicha determinación.

7.1.3 Cuando un experimento de interlaboratorio ha sido realizado para estimar veracidad o precisión, cada laboratorio participante debería ser informado de la participación relativa de su componente del sesgo relativo a la media general determinada en experimento. Esta información podrá ser valiosa en el futuro si se llevarán acabo experimento similares, pero no debería ser usada para propósitos de calibración.

7.1.4 La desviación estándar de repetibilidad y de reproducibilidad para cualquier método estándar de medición, debe determinarse tal como se explicó previamente en las partes 2 y 4 de la ISO 5725, y debería ser publicada como parte del método estándar de medición bajo una sección titulada precisión. Esta sección también puede mostrar los límites de

repetibilidad y reproducibilidad (r y R). Cuando la precisión no varía con el nivel, cifras promedio únicas pueden darse para cada caso. Donde la precisión varía con el nivel del ensayo, la publicación debería estar en forma de tabla, tal como la tabla 4 y también puede ser expresada como una relación matemática. Mediciones intermedias de precisión debería ser presentadas en forma similar.

Tabla 4 - Ejemplo de método de reporte de desviación estándar

Rango o nivel	Desviación estándar de repetibilidad s_r	Desviación estándar de reproducibilidad s_R
Desde.....hasta		
Desde.....hasta		
Desde.....hasta		

7.1.5 Las definiciones de las condiciones de repetibilidad y reproducibilidad (3.14 y 3.18), serán dadas en el capítulo de precisión. Cuando se den mediciones intermedias de precisión, se debería tener cuidado al establecer cuáles factores (tiempo, operadores, equipo) se ha permitido variar. Cuando se dan los límites de repetibilidad y reproducibilidad, se debería incorporar una declaración haciendo saber que estos límites están relacionados con la diferencia entre dos resultados del ensayo y el nivel de probabilidad del 95 %. A continuación se muestran estilos sugeridos:

La diferencia encontrada entre dos resultados de ensayo con idéntico material de prueba por un operador usando el mismo equipo dentro del intervalo de tiempo, lo más corto posible, excederá el límite de repetibilidad (r) en promedio no más de una vez en 20 casos en la ejecución normal y correcta del método.

Los resultados reportados por dos laboratorios que utilizan idéntico material de prueba, diferirán por más del límite de reproducibilidad (R) en promedio no más de una vez en 20 casos en la ejecución normal y correcta del método.

Asegúrese que la definición del resultado del ensayo sea claro, señalando el número de las cláusulas del método estándar de medición a seguir para obtener el resultado del ensayo o por otros medios.

7.1.6 En general, una breve mención del experimento de exactitud, debería anexarse al final de la sección de precisión. A continuación se sugieren algunos estilos:

Los datos de exactitud fueron determinados a partir de un experimento organizado y analizado de acuerdo a la norma ISO 5725- (parte) en (año) abarcando (p) laboratorios y (q) niveles. Datos de ()

laboratorios contenían valores atípicos. Los valores atípicos no fueron incluidos en el cálculo de la desviación estándar de repetibilidad y de reproducibilidad.

Debería anexarse una descripción de los materiales usados en el experimento de precisión, especialmente cuando la veracidad o la precisión dependen de los materiales.

7.2 Aplicaciones prácticas de los valores de veracidad y precisión

Los valores de veracidad y precisión están cubiertos en detalle en la norma ISO 5725-6. A continuación, se presentan algunos ejemplos.

7.2.1 Verificación de la aceptabilidad de los resultados de los ensayos

Una especificación de un producto podría requerir mediciones repetidas a ser obtenidas bajo condiciones de repetibilidad. Una desviación estándar de repetibilidad puede ser usada en estas circunstancias para comprobar la aceptabilidad de los resultados de los ensayos y decidir sobre las acciones a ser tomadas si no son aceptables. Cuando ambos, un proveedor y un comprador miden el mismo material y sus resultados difieren, la desviación estándar de repetibilidad y reproducibilidad pueden ser usadas para decidir si la diferencia es de una magnitud esperada de acuerdo al método de medición.

7.2.2 Estabilidad de los resultados de ensayos en un laboratorio

Realizando mediciones regulares sobre materiales de referencia, un laboratorio puede comprobar la estabilidad de sus resultados y generar evidencia para demostrar su competencia con relación tanto al sesgo como la repetibilidad de su ensayo.

7.2.3 Evaluación del desempeño de un laboratorio

Los esquemas de acreditación de laboratorio se han ido incrementado ampliamente. El conocimiento de la veracidad y la precisión de un método de medición permite evaluar el sesgo y la repetibilidad de un laboratorio candidato, bien sea usando materiales de referencia o un experimento de interlaboratorio.

7.2.4 Comparación de métodos alternativos de medición

Dos métodos de medición pueden estar disponibles para medir la misma propiedad, siendo uno es más simple y menos costoso que el otro pero de una aplicación menos universal. Los valores de veracidad y precisión pueden ser empleados para justificar el uso de métodos menos costosos para un rango restringido de materiales.

ANEXO A (normativo)

Símbolos y abreviaciones usadas en la COVENIN 2972 (ISO 5725)

a	Intercepto en la relación $s = a + bm$	k	Estadístico de la prueba de Mandel para la consistencia intralaboratorio
A	Factor usado para calcular la incertidumbre de un estimado	LCL	Límite de control inferior (límite de acción o límite de advertencia)
b	Pendiente en la relación $s = a + bm$	m	Media general de la propiedad del ensayo; nivel
B	Componente en el resultado de un ensayo, que representa la desviación de un laboratorio del promedio general (componente del sesgo del laboratorio)	M	Número de factores considerados en condiciones de precisión intermedia
B_0	Componente de B que representa todos los factores que no cambian en condiciones de precisión intermedia	N	Número de iteraciones
$B_{(1)}, B_{(2)}, \text{etc.},$	Componentes de B que representan factores que varían en condiciones de precisión intermedia	n	Número de resultados de ensayo obtenidos en un laboratorio a un nivel (es decir, por celda)
c	Intercepto en la relación $\lg s = c + s \lg m$	p	Número de laboratorios participantes en un experimento interlaboratorio
C, C', C''	Estadísticos del ensayo	P	Probabilidad
$C_{\text{crit}}, C'_{\text{crit}}, C''_{\text{crit}}$	Valores críticos para ensayos estadísticos	q	Número de niveles de la propiedad de la ensayo en un experimento de interlaboratorios
CD_p	Diferencia crítica para la probabilidad P	r	Límite de repetibilidad
CR_p	Rango crítico para la probabilidad P	R	Límite de reproducibilidad
d	Pendiente en la relación $\lg s = c + d \lg m$	MR	Material de referencia
e	Componente en el resultado de un ensayo que representa el error aleatorio que ocurre en cada resultado del ensayo	s	Estimado de desviación estándar
f	Factor crítico del rango	$\hat{s}$	Desviación estándar pronosticada
$F_p(v_1, v_2)$	p -cuantil de la distribución F con v_1 y v_2 grados de libertad	T	Total o suma de alguna de expresión
G	Estadístico de la prueba de Grubb	t	Número de objeto o grupo del ensayo
h	Estadístico de la prueba de Mandel para la consistencia entre laboratorios	LCS	Límite de control superior (límite de acción o límite de advertencia)
		W	Factor de ponderación usado en el cálculo de una regresión ponderada
		w	Rango de un conjunto de resultados del ensayo
		x	Datos usados para la prueba de Grubb
		y	Resultado del ensayo
		$\bar{y}$	Media aritmética de los resultados del ensayo

		Símbolos usados	
$\bar{y}$	Gran media de los resultados del ensayo	C	Diferente calibración
α	Nivel de significación	E	Diferente equipo
β	Probabilidad de cometer error tipo II	i	Identificador para un laboratorio particular
γ	Cociente de la desviación estándar de reproducibilidad a la desviación estándar de repetibilidad	I()	Identificador para mediciones intermedias de precisión; en paréntesis, identificación del tipo de situación intermedia
Δ	Sesgo del laboratorio	j	Identificador para un nivel particular (COVENIN 2972-2).
$\hat{\Delta}$	Estimado de Δ		Identificación de un grupo de ensayos o para un factor (ISO 5725-3).
δ	Sesgo del método de medición	k	Identificador para el resultado particular de un ensayo en un laboratorio i en un nivel j
$\hat{\delta}$	Estimado de δ	L	Interlaboratorio (entre laboratorio)
λ	Diferencia detectable entre los sesgos de dos laboratorios o los sesgos de dos métodos de medición	m	Identificador para el sesgo detectable
μ	Valor verdadero o valor de referencia aceptado de la propiedad de una ensayo	M	Muestra entre ensayos
ν	Número de los grados de libertad	O	Diferente operador
ρ	Cociente detectable entre las desviaciones estándar de repetibilidad del método B y el método A	P	Probabilidad
σ	Valor verdadero de la desviación estándar	r	Repetibilidad
τ	Componente en el resultado de un ensayo que representa la variación debida al tiempo desde la última calibración.	R	Reproducibilidad
ϕ	Cociente detectable entre las raíces cuadradas de las medias cuadradas entre laboratorios del método B y el método A	T	Diferente tiempo
$\chi_p^{2(\nu)}$	p-quantil de la distribución χ^2 con ν grados de libertad	W	Intralaboratorio (dentro de un laboratorio)
		1,2,3...	Para resultados del ensayo, numeración en orden de obtención
		(1), (2), (3)...	Para resultados del ensayo, numeración en el orden de incremento de la magnitud

ANEXO B
(normativo)
Gráfico de incertidumbre para mediciones de precisión

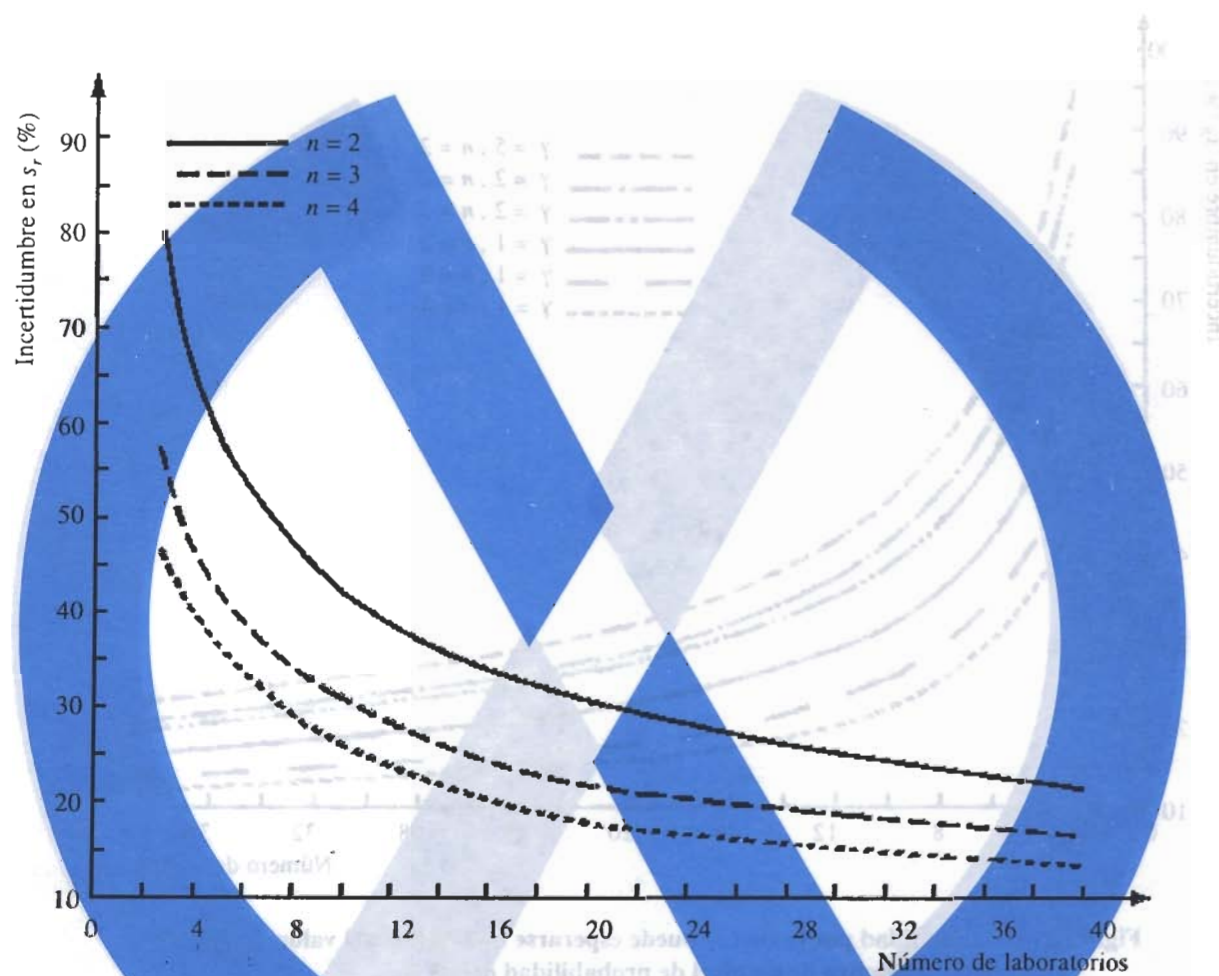


Figura B.1 - La cantidad por la cual s_r puede esperarse que difiera del valor verdadero dentro de un nivel de probabilidad del 95 %

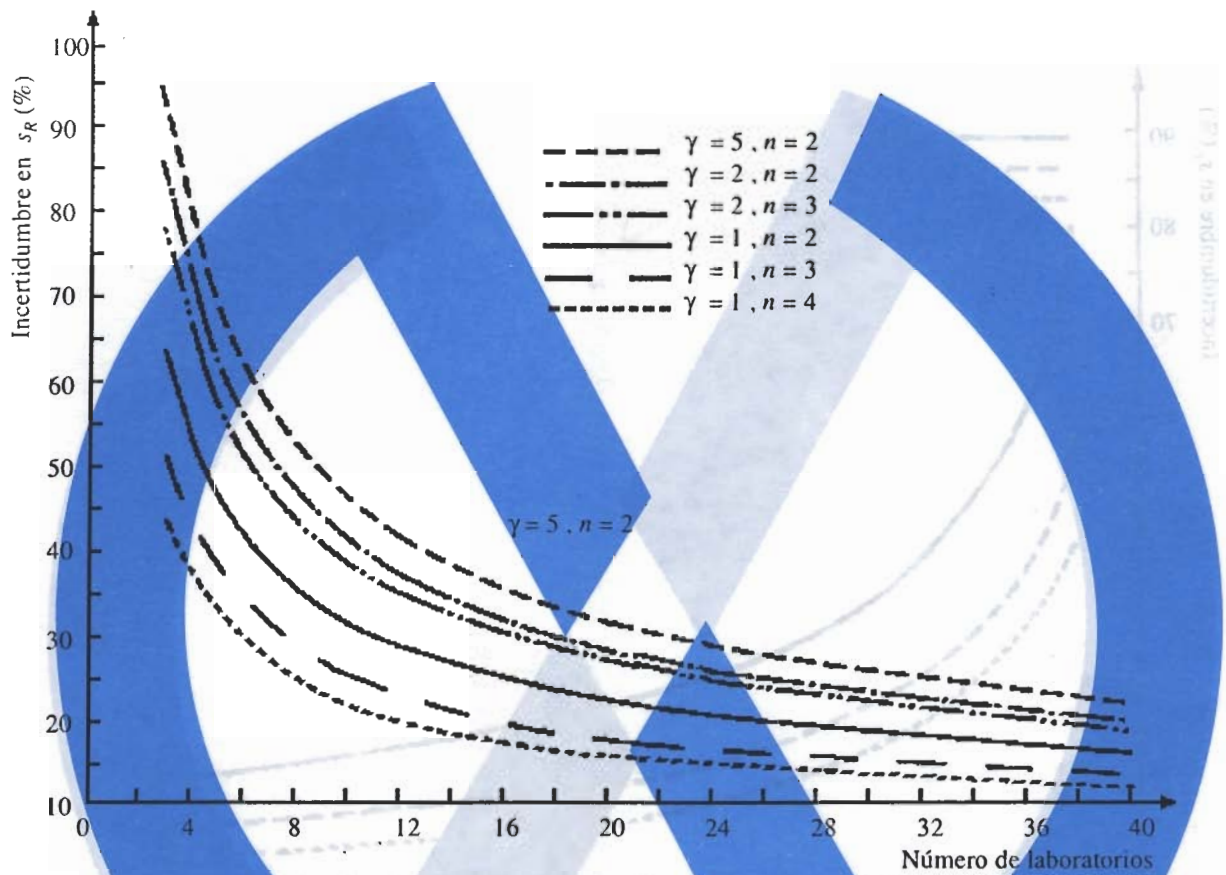


Figura B.2 - La cantidad por la cual s_R puede esperarse que difiera del valor verdadero dentro de un nivel de probabilidad del 95 %

ANEXO C
(informativo)
BIBLIOGRAFÍA

- [1] ISO 3534-2:1993, *Statistics - Vocabulary and symbols - Part 2: Statistical quality control.*
- [12] ISO 3534-3:1985, *Statistics - Vocabulary and symbols - Part 3: Design of experiments.*
- [3] ISO 5725-5:-¹⁾, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method.*
- [4] ISO 5725-6:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 6: Use in practice of accuracy values.*
- [5] ISO Guide 33:1989, *Use of certified reference materials.*
- [6] ISO Guide 35:1989, *Certification of reference materials - General and statistical principles.*

¹⁾ para ser publicada

COVENIN
2972-1:1994
(ISO 5725-1:1994)

CATEGORÍA
C

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



I.C.S: 03.120.30

ISBN: 980-06-1727-2

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptores: Medición, ensayo, resultados de ensayo, exactitud, reproducibilidad, análisis estadístico, definiciones/generalidades.