

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
2972-2:1997
(ISO 5725-2:1994)**

**EXACTITUD (VERACIDAD Y
PRECISIÓN) DE MÉTODOS
DE MEDICIÓN Y
RESULTADOS. PARTE 2:
MÉTODO BÁSICO PARA LA
DETERMINACIÓN DE
REPETIBILIDAD Y
REPRODUCIBILIDAD
DE UN MÉTODO ESTÁNDAR
DE MEDICIÓN**



COVENIN
2975-2-1997
(ISO 5725-2:1994)

NORMA
VENEZOLANA

PRÓLOGO

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.5725-2:1994**, 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. **148** de fecha **10/09/97**.

En la traducción de esta Norma participaron las siguientes entidades:

CERVECERÍA POLAR, C.A., INTEVEP, S.A, IPÓSTEL, PEQUIVEN, PARMALAT, C.A., C.V.G. FERROMINERA ORINOCO, C.A., SIDOR.



NORMA VENEZOLANA
EXACTITUD (VERACIDAD Y PRECISIÓN) DE
MÉTODOS DE MEDICIÓN Y RESULTADOS
PARTE 2: MÉTODO BÁSICO PARA LA
DETERMINACIÓN DE REPETIBILIDAD Y
REPRODUCIBILIDAD DE UN MÉTODO
ESTÁNDAR DE MEDICIÓN

COVENIN
2972-2:1997
(ISO 5725-2:1994)

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 con el valor verdadero ó el valor de referencia aceptado. "Precisión" se refiere a la proximidad de la concordancia entre los diferentes resultados de un ensayo.

0.2 Se hacen consideraciones generales referente a estas cantidades en la norma Venezolana COVENIN 2794-1. La norma Venezolana COVENIN 2972-1 debe ser leída en conjunto con todas las demás partes de la ISO 5725, incluyendo ésta, ya que da las definiciones básicas y los principios generales.

0.3 Esta norma solo concierne a la estimación de la precisión, a través de la desviación estándar de repetibilidad y la desviación estándar de reproducibilidad. Aún cuando, en ciertas circunstancias, se usan otros tipos de experimentos (tal como el ensayo de nivel dividido) para la estimación de precisión, éstos no son consideradas en esta norma, ya que son tratadas en la ISO 5725-5. Esta norma tampoco considera cualquier otra medición de precisión intermedia entre las dos principales mediciones; éstas son consideradas en la ISO 5725-3.

0.4 Los datos obtenidos de un experimento para estimar la precisión son usados, en ciertas circunstancias, para estimar la veracidad. La estimación de veracidad no es considerada en esta norma; todos los aspectos referente a la veracidad son considerados en la ISO 5725-4.

1 OBJETO

1.1 Esta norma:

- amplifica los principios generales a ser considerados en el diseño de experimentos para la estimación numérica de la precisión de métodos de medición, a través de ensayos colaborativos interlaboratorios.
- provee una descripción práctica detallada del método básico para uso rutinario en la estimación de la precisión de métodos de medición.
- provee orientación a todo el personal que tenga que ver con el diseño, la ejecución o el análisis de

resultados de ensayos para la estimación de precisión.

NOTA 1 Modificaciones, para fines especiales, de este método básico se detallan en otras partes de la ISO 5725.

El anexo B da ejemplos prácticos para la estimación, por ensayo, de la precisión de métodos de medición.

1.2 Esta norma solo concierne a métodos de medición que dan resultados en una escala continua y dan un solo valor como el resultado del ensayo, aún cuando este valor único puede ser el resultado de un cálculo a partir de un conjunto de observaciones.

1.3 Esta norma asume que todos los principios detallados en la COVENIN 2972-1 han sido tomados en cuenta en el diseño y ejecución del experimento de precisión. El método básico usa el mismo número de resultados de ensayo en cada laboratorio, con cada laboratorio analizando los mismos niveles de la muestra de ensayo; es decir, un ensayo balanceado de nivel uniforme. El método básico es aplicable a procedimientos que han sido normalizados y son usados con regularidad en un número de laboratorios.

NOTA 2 Se dan ejemplos para demostrar conjuntos uniformes balanceados de resultados de ensayo, aunque en un ejemplo se reportaron un número variable de réplicas por celda (diseño no balanceado), y en otro ejemplo faltaban algunos datos. Es que ensayos diseñados para ser balanceados pueden terminar siendo no balanceados. También se consideran valores dudosos y valores atípicos.

1.4 El modelo estadístico de la cláusula 5 de la COVENIN 2972-1:1996 es aceptado como una base adecuada para la interpretación y análisis de resultados de ensayos, siendo su distribución aproximadamente normal.

1.5 El método básico descrito en esta norma (usualmente) estimará la precisión de un método de medición:

- a) cuando se requiere determinar las desviaciones estándar de repetibilidad y de reproducibilidad tal como son definidos en la COVENIN 2972-1;
- b) cuando los materiales a ensayar son homogéneos, o cuando los efectos de su heterogeneidad pueden ser incluidos dentro de los valores de precisión; y

c) cuando es aceptable el uso de un ensayo balanceado de nivel uniforme.

1.6 Se puede usar el mismo método para hacer una estimación preliminar de la precisión de métodos de medición que aún no han sido normalizadas o que aún no son usados rutinariamente.

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 basados en ellos, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente.

COVENIN 2972-1, *Exactitud (Veracidad y Precisión) de métodos de medición y resultados - Parte 1: Principios y definiciones generales (ISO 5725-1:1994)*.

COVENIN-ISO 3534-1:1996, *Estadística - Vocabulario y símbolos - Parte 1: Términos referentes a la probabilidad y a la estadística en general (ISO 3534-1:1993)*.

3 DEFINICIONES

Las definiciones dadas en las normas COVENIN 3534-1 y 2972-1 son aplicables a esta norma.

Los símbolos usados en la norma Venezolana COVENIN 2972 están dados en el anexo A.

4 ESTIMADOS DE LOS PARÁMETROS DEL MODELO BÁSICO

4.1 Los procedimientos dados en esta norma están basados en el modelo estadístico de la cláusula 5 de la COVENIN 2972-1:1996 comentado en más detalle en la subcláusula 1.2 de la COVENIN 2972-1:1996. Específicamente, estos procedimientos están basados en las ecuaciones (2) y (6) de la cláusula 5 de la ISO COVENIN 2972-1:1996.

El modelo es

$$y = m + B + e$$

donde, para el material en particular ensayado,

m es la media general (esperanza matemática);

B es el componente de sesgo del laboratorio en condiciones de repetibilidad;

e es el error aleatorio que ocurre en cada medición en condiciones de repetibilidad.

4.2 Ecuaciones (2) y (6) de la cláusula 5 de COVENIN 2972-1:1996 se expresan en términos de la desviación

estándar verdadera de las poblaciones consideradas. En la práctica, estos valores exactos de la desviación estándar no son conocidos, y la estimación de valores de precisión han de hacerse basados en una muestra relativamente pequeña de todos los posibles laboratorios, y dentro de cada uno de estos laboratorios seleccionados se toma solo una pequeña muestra de todos los posibles resultados de ensayo.

4.3 En la práctica estadística, donde el valor verdadero de la desviación estándar, σ , no es conocido y es reemplazado con un estimado basado en una muestra, el símbolo σ es reemplazado con s para indicar que es un estimado de ese valor. Esto debe ser hecho en cada una de las ecuaciones (2) y (6) de la COVENIN 2972-1:1996, dando:

s_L^2 es el estimado de la varianza entre laboratorios;

s_W^2 es el estimado de la varianza intralaboratorio;

s_r^2 es la media aritmética de s_W^2 y es el estimado de la varianza de repetibilidad; esta media aritmética es calculada basados en todos los laboratorios que toman parte en el ensayo de precisión, después de excluir los valores atípicos;

s_R^2 es el estimado de la varianza de reproducibilidad;

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 \quad \dots(1)$$

5 REQUISITOS PARA UN ENSAYO DE PRECISIÓN

5.1 Disposición del ensayo

5.1.1 En la disposición usada en el método básico, muestras de q lotes de materiales, representando q niveles diferentes del ensayo, son enviadas a p laboratorios que a su vez obtienen exactamente n réplicas de resultados de ensayos en condiciones de repetibilidad a cada uno de los q niveles. Este tipo de ensayo se llama un ensayo balanceado de nivel uniforme.

5.1.2 La ejecución de estas mediciones debe ser organizada siguiendo las siguientes instrucciones:

a) La revisión preliminar del equipo debería hacerse tal como se especifica en el método estándar.

b) Cada grupo de n mediciones pertenecientes a un nivel debería hacerse en condiciones de repetibilidad, es decir, dentro de un intervalo de tiempo lo más corto practicable y por el mismo operador, sin la recalibración del equipo entre mediciones (a menos

que esa recalibración repetida forma parte integral de la ejecución de la medición).

- c) Es esencial que un grupo de n ensayos en condiciones de repetibilidad sean ejecutados independientemente, como si fuesen n ensayos sobre materiales diferentes. Sin embargo, el operador por lo general sabrá que se está ensayando material idéntico, pero debe hacerse hincapié en las instrucciones que el propósito final del ensayo es determinar las diferencias que pueden ocurrir en las pruebas por realizar. Si se teme que, a pesar de esta advertencia, los resultados previos puedan influenciar los resultados de ensayo posteriores (y en consecuencia, a la varianza de repetibilidad), debe considerarse la conveniencia de usar n muestras separadas para cada uno de los q niveles, codificados de tal manera que el operador no sepa cuáles son las réplicas para un dado nivel. Sin embargo, dicho procedimiento puede causar problemas en cuanto al seguimiento estricto de condiciones de repetibilidad aplicable entre réplicas de un ensayo. Solo sería posible si las mediciones fuesen de tal naturaleza que todas las qn mediciones pudiesen ejecutarse en un corto intervalo de tiempo.
- d) No es esencial que todos los q grupos de n mediciones sean ejecutados estrictamente dentro de un corto intervalo de tiempo; diferentes grupos de mediciones pueden ser hechas en diferentes días.
- e) Las mediciones para todos los q niveles deben ser ejecutadas por el mismo operador y las n mediciones a un dado nivel deben ser todas ejecutadas con el mismo equipo.
- f) Si un operador de pronto no puede continuar con las mediciones en el transcurso de un ensayo de precisión, otro operador podrá continuar con las mediciones con tal de que el cambio ocurra únicamente entre dos de los q grupos y no entre dos de las n mediciones en un nivel dado. Dicho cambio debe ser reportado junto con los resultados.
- g) Se debe fijar un límite de tiempo dentro del cuál han de completarse todas las mediciones. Esto pueda que sea necesario para limitar el tiempo que se permita pasar entre el día que se reciban las muestras y el día en que se toman las mediciones.
- h) Todas las muestras deben estar marcadas claramente con el nombre del experimento y la identificación de la muestra.

5.1.3 Se ha hecho referencia al "operador" en 5.1.2 y en otros lugares de esta norma. Para algunas mediciones puede que exista un equipo de operadores, cada uno ejecutando alguna parte específica del procedimiento. En este caso, el equipo será considerado "el operador" y

cualquier cambio en el equipo será considerado como un cambio del "operador".

5.1.4 En la práctica comercial, los resultados de los ensayos pueden ser redondeados de manera basta, pero en un ensayo de precisión los resultados de ensayo deben ser reportados al menos un dígito adicional de lo especificado en el método estándar. Si el método no especifica el número de dígitos, el redondeo no debe ser mayor que la mitad del estimado de la desviación estándar de repetibilidad. Cuando la precisión puede depender del nivel m , puede ser necesario usar diferentes grados de redondeo según los diferentes niveles del ensayo.

5.2 Selección de los laboratorios

5.2.1 Los principios generales para la selección de los laboratorios que han de participar en un ensayo interlaboratorios están dados en la cláusula 6.3 de COVENIN 2972-1:1996. Al solicitar la cooperación del número requerido de laboratorios, se les debe informar claramente sobre sus responsabilidades. En la figura 1 se da un ejemplo de un cuestionario para laboratorios apropiados.

5.2.2 Para los propósitos de esta norma, se denomina "laboratorio" a la combinación de operador, equipo y lugar de ensayo. Un lugar de ensayo (lo que normalmente se denominaría "laboratorio") puede así dar lugar a varios "laboratorios" si puede proveer a varios operadores, conjuntos independientes de equipos y sitios de trabajo.

5.3 Preparación de los materiales

5.3.1 En la cláusula 6.4 de la COVENIN 2972-1:1996 se discuten temas que han de ser considerados al seleccionar materiales para un ensayo de precisión.

5.3.2 Al tomar una decisión con respecto a la cantidad de material que ha de proveerse, se debe incluir una cantidad adicional para prever contra derrames o errores en la obtención de algunos resultados de ensayo. La cantidad de material preparado debe ser suficiente para ejecutar el ensayo y dejar una cantidad adecuada de reserva.

5.3.3 Se debe considerar si es deseable que todos los laboratorios hagan ensayos preliminares para familiarizarse con el método de medición, antes de obtener resultados oficiales, y, de ser así, si sería necesario proveer material adicional para estos propósitos; estas últimas muestras no deben ser del ensayo de precisión.

5.3.4 Cuando un material ha de ser homogeneizado. Esto debe hacerse de la manera más apropiada para el material en cuestión. Cuando el material que va a ser ensayado no es homogéneo, es importante que se preparen los materiales de la manera especificada en el método, preferiblemente comenzando con un lote de

material comercial para cada nivel. En el caso de materiales inestables, se deben especificar instrucciones especiales en cuanto a su almacenaje y manejo.

5.3.5 Si existe algún peligro de que los materiales se deterioren después de abiertos (por oxidación, pérdida de componentes volátiles o por material higroscópico, por ejemplo), se deben usar *n* envases separados en cada uno de los niveles para cada laboratorio. Se deben tomar precauciones para asegurar que las muestras se mantengan idénticas hasta el momento de hacer las mediciones. Se deben tomar medidas para evitar la segregación del material como el resultado de vibraciones (durante el transporte, por ejemplo) cuando

el material a que va a ser ensayado consiste en una mezcla de polvos de diferente densidad relativa o si se trata de granos de diferentes tamaños. Cuando puede esperarse que haya una reacción con la atmósfera, se deben sellar las muestras en ampollas previamente evacuadas o llenadas con un gas inerte. Para materiales perecederos, como muestras de alimentos o de sangre, puede ser necesario mandarlas a los laboratorios en un estado de congelación a muy bajas temperaturas, con instrucciones detalladas para el procedimiento de su descongelación.

CUESTIONARIO PARA UN ENSAYO INTERLABORATORIOS

Titulo del método de medición (copia anexa)

1. Nuestro laboratorio está dispuesto a participar en un ensayo de precisión para este método estándar de medición.

SI NO

2. Como participante, entiendo que:

- a) debemos tener en nuestro laboratorio, para el momento de iniciar el programa, todos los equipos, reactivos y otros requisitos esenciales especificados en el método;
- b) requisitos con respecto a fecha de inicio, orden de ensayo de las muestras y fecha de finalización del programa han de ser respetados estrictamente;
- c) se ha de adherirse estrictamente al método;
- d) se ha de manejar las muestras de acuerdo con las instrucciones;
- e) las mediciones deben ser ejecutadas por un operador calificado.

Habiendo estudiado el método y hecho una evaluación objetiva en cuanto a nuestras facilidades y habilidades, pensamos que estamos adecuadamente preparados para participar en un ensayo cooperativo de este método.

3. Comentarios

(Firmado):

(Compañía o Laboratorio):

Figura 1.- Cuestionario para la participación de laboratorios

6 PERSONAL INVOLUCRADO EN UN ENSAYO DE PRECISIÓN

NOTA 3 No se espera que los métodos de operación dentro de los distintos laboratorios sean idénticos. Por tanto, esta cláusula solo ha de servir de orientación, a ser modificada apropiadamente de acuerdo con cada situación.

6.1 Comisión

6.1.1 La comisión debe estar formada por expertos familiarizados con el método de medición y su aplicación.

6.1.2 Las tareas de la comisión son:

- a) planificar y coordinar el ensayo;
- b) decidir sobre el número de laboratorios, niveles y mediciones a ser practicadas, y el número de dígitos significativos que se han de requerir;
- c) nombrar una persona para ejecutar las funciones estadísticas (véase 6.2);
- d) nombrar una persona para cumplir con las funciones ejecutivas (véase 6.3);
- e) considerar las instrucciones que va a ser impartidas a los supervisores de laboratorio, adicionales a las del método estándar del método de medición;
- f) decidir si se ha de permitir que algunos operadores hagan algunas mediciones no oficiales para renovar su experiencia después de un intervalo muy largo (dichas mediciones nunca deberían hacerse sobre las muestras oficiales del ensayo);
- g) discutir el reporte referente al análisis estadístico al completar el análisis de los resultados del ensayo;
- h) establecer los valores finales de la desviación estándar de repetibilidad y de la desviación estándar de reproducibilidad;
- i) decidir si se requiere tomar alguna acción adicional para mejorar el método estándar de medición, o con respecto a los laboratorios cuyos resultados fueron rechazados por tratarse de valores atípicos.

6.2 Funciones estadísticas

Al menos una persona en la comisión ha de tener experiencia en el diseño estadístico y análisis de experimentos. Sus tareas son:

- a) contribuir con sus conocimientos especializados en el diseño del ensayo;
- b) analizar los datos;

- c) escribir y someter un reporte a la comisión siguiendo las instrucciones contenidas en la cláusula 7.7.

6.3 Funciones ejecutivas

6.3.1 La organización del ensayo ha de ser responsabilidad de un único laboratorio. Un representante de ese laboratorio debe tomar total responsabilidad por el ensayo; éste es denominado el oficial ejecutivo y es nombrado por la comisión.

6.3.2 Las tareas del oficial ejecutivo son:

- a) conseguir la cooperación del número requerido de laboratorios y asegurar que supervisores del ensayo sean designados;
- b) organizar y supervisar la preparación de los materiales y las muestras, y de su despacho; se debe separar una cantidad adecuada de material, como inventario de reserva, para cada nivel;
- c) esbozar instrucciones referente a los puntos a) al h) de la cláusula 5.1.2 y circularlos a los supervisores con tiempo suficiente previa al ensayo, para que puedan hacer comentarios o preguntas a su respecto, y para asegurar que los operadores seleccionados sean aquellos quienes normalmente harían dichas mediciones en sus operaciones de rutina;
- d) diseñar formatos apropiados para ser usados por el operador como un registro de trabajo y para que el supervisor reporte los resultados al número de dígitos significativos requeridos (dichos formatos pueden también incluir el nombre del operador, las fechas en que fueron recibidas las muestras y en que se realizaron las mediciones, el equipo usado y otra información relevante);
- e) responder cualquier pregunta de los laboratorios referente a la ejecución de las mediciones;
- f) vigilar que el tiempo programado se cumpla;
- g) recolectar los formatos con los datos pertinentes y presentarlos al especialista de estadística.

6.4 Supervisores

6.4.1 Un representante de cada uno de los laboratorios participantes debe hacerse responsable por la organización de la realización de las mediciones (de acuerdo con las instrucciones recibidas del oficial ejecutivo) y para reportar los resultados del ensayo.

6.4.2 Las tareas del supervisor son:

- a) asegurar que los operadores seleccionados sean aquellos quienes normalmente realizarían dichas mediciones en sus operaciones de rutina;
- b) entregar las muestras al operador (u operadores) de acuerdo a las instrucciones del oficial ejecutivo (y

proveer material para la familiarización del ensayo, si fuese necesario);

- c) supervisar la ejecución de las mediciones (el supervisor no debe tomar parte en la ejecución de las mediciones);
- d) asegurar que los operadores ejecute el número requerido de mediciones;
- e) asegurar que se cumpla con el tiempo fijado para la ejecución de las mediciones;
- f) recolectar los resultados del ensayo registrados al número requerido de dígitos significativos, incluyendo los comentarios hechos por los operadores en cuanto a anomalías y dificultades encontradas.

6.4.3 El supervisor de cada laboratorio debe escribir un informe completo con la siguiente información:

- a) los resultados del ensayo, registrados legiblemente por el responsable de dichos resultados, en los formatos suministrados, no transcritos ni escritos a máquina (los resultados generados por un computador o máquina de ensayo pueden ser aceptables como una alternativa)
- b) los valores originales o lecturas de la cual se derivaron los resultados, registrados legiblemente por el operador en los formatos suministrados, no transcritos ni escritos a máquina.
- c) comentarios hechos por los operadores referente al método estándar del método de medición;
- d) información acerca de irregularidades o perturbaciones que hayan ocurrido durante las mediciones, incluyendo cualquier cambio de operador que pueda haber ocurrido, junto con una declaración en cuanto a cuales mediciones fueron hechas por cada operador, y la razón por cualquier resultado faltante;
- e) la(s) fecha(s) en que fueron recibidas las muestras;
- f) la(s) fecha(s) en que cada muestra fue medida;
- g) información sobre el equipo utilizado, si fuese relevante;
- h) cualquier otra información relevante.

6.5 Operadores

6.5.1 Las mediciones en cada laboratorio han de ser ejecutadas por un operador seleccionado como el más representativo de aquellos que más probablemente ejecutarían dichas mediciones en sus operaciones normales.

6.5.2 Siendo que el objeto del ensayo es determinar la precisión obtenible por la población general de operadores trabajando con el método estándar de medición, por lo general no se debe dar información adicional al contenido en el método estándar de medición a los operadores. Sin embargo, se debe hacer hincapié a los operadores que el propósito del ejercicio, es descubrir en cuanto pueden variar los resultados en la práctica, para que así se sientan menos tentados a descartar o retrabajar resultados que ellos piensan son inconsistentes.

6.5.3 Aunque normalmente no se le debe dar información suplementaria a los operadores sobre el método estándar de medición, sí se debe urgirlos a comentar sobre el método y, particularmente, a que indiquen si las instrucciones del método son lo suficientemente claros y no ambiguos.

6.5.4 Las tareas del operador son:

- a) ejecutar las mediciones de acuerdo al método estándar de medición;
- b) reportar las anomalías o dificultades encontradas; es mejor reportar un error, que ajustar los resultados porque un o dos datos faltantes no dañarían el ensayo y podría indicar que puede haber una deficiencia en el método estándar;
- c) comentar sobre lo adecuado de las instrucciones del método estándar; los operadores deben reportar cualquier ocasión en que no pudieron seguir las instrucciones, ya que esto también podría indicar una deficiencia en el método estándar.

7 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE UN ENSAYO DE PRECISIÓN

7.1 Consideraciones preliminares

7.1.1 El análisis de los datos, el cual debe ser considerado como un problema estadístico a ser resuelto por un experto estadístico, involucra tres etapas sucesivas:

- a) examen crítico de los datos con el objeto de identificar y tratar valores atípicos u otras irregularidades y para ensayar la adecuación del modelo;
- b) cómputos de valores preliminares de precisión y medias para cada nivel separadamente;
- c) establecer los valores finales de precisión y medias, incluyendo el establecimiento de una relación entre precisión y el nivel m cuando el análisis indica que tal relación puede existir.

7.1.2 El análisis primero calcula, para cada nivel separadamente, estimados de

- La varianza de repetibilidad s_r^2
- La varianza interlaboratorio s_L^2
- La varianza de reproducibilidad $s_R^2 = s_r^2 + s_L^2$
- La media m .

7.1.3 El análisis incluye una aplicación sistemática de pruebas estadísticas para valores atípicos, existe una gran variedad de estas pruebas en la literatura y que pueden ser utilizadas para los propósitos de esta norma. Por razones prácticas, solo se han incorporado un número limitado de estas pruebas, tal como se indica en 7.3.

7.2 Tabulación de los resultados y anotación utilizada

7.2.1 Celdas

A cada combinación de un laboratorio y un nivel se le llama celda de un experimento de precisión. En el caso ideal, los resultados de un experimento con p laboratorios y q niveles consisten en una tabla con pq celdas, cada una conteniendo n réplicas de resultados de ensayo que pueden todos ser usados para el cómputo de la desviación estándar de repetibilidad y desviación estándar de reproducibilidad. Esta situación ideal no es, sin embargo, obtenida siempre en la práctica. Ocurren desvíos debidos a datos redundantes, datos faltantes y valores atípicos.

7.2.2 Datos redundantes

A veces un laboratorio puede llevar a cabo y reportar más de los n resultados oficialmente especificados. En ese caso, el supervisor debe reportar por qué se hizo esto y cuáles son los resultados de ensayo correctos. Si la respuesta es que todos ellos son igualmente válidos, entonces debe hacerse una selección aleatoria de aquellos resultados de ensayo disponibles para seleccionar el número planificado de resultados de ensayo a ser analizados.

7.2.3 Datos faltantes

En otros casos, algunos de los resultados de ensayo pueden estar faltando, por ejemplo debido a una pérdida de una muestra o una equivocación en la realización de una medición. El análisis recomendado en 7.1 es tal que las celdas completamente vacías deben simplemente ser ignoradas, mientras que las celdas parcialmente vacías pueden ser tomadas en cuenta mediante el procedimiento estándar de cómputo.

7.2.4 Valores atípicos

Estas son valores entre los resultados de ensayo originales, o en las tablas derivadas de ellos, que se desvían tanto de los valores comparables en la misma tabla, que se consideran irreconciliables con estos. La experiencia ha demostrado que no siempre pueden evitarse los valores atípicos y tienen que ser tomados en cuenta en una manera similar al tratamiento de los datos faltantes.

7.2.5 Laboratorios atípicos

Cuando varios resultados de ensayo anormales no explicables ocurren a diferentes niveles dentro del mismo laboratorio, entonces ese laboratorio puede ser considerado como atípico, teniendo una varianza intralaboratorio demasiado alta y/o un error sistemático demasiado grande en el nivel de sus resultados de ensayo. Puede entonces ser razonable descartar algunos o todos los datos de tal laboratorio atípico.

Esta norma no hace mención a una prueba estadística mediante el cual los laboratorios sospechosos puedan ser juzgados. La decisión preliminar debería ser la responsabilidad del experto estadístico, pero todos los laboratorios rechazados deben ser reportados a la comisión para acción adicional.

7.2.6 Datos erróneos

Obviamente los datos erróneos deberían ser investigados y corregidos o descartados.

7.2.7 Resultados de ensayo de nivel uniforme balanceado

El caso ideal es: p laboratorios llamados i ($i = 1, 2, \dots, p$) y, cada uno probando q niveles llamados j ($j = 1, 2, \dots, q$) con n réplicas en cada nivel (cada combinación ij), dando un total de pqn resultados de ensayo. Debido a: resultados de ensayo faltantes (7.2.3) o atípicos (7.2.4), o laboratorios atípicos (7.2.5) o datos erróneos (7.2.6), esta situación ideal no es siempre obtenida. De acuerdo a estas condiciones, las anotaciones dadas en 7.2.8 a 7.2.10 y los procedimientos de 7.4 permiten usar diferentes números de resultados de ensayo. En la figura 2 se dan muestras de formas recomendadas para el análisis estadístico. Por conveniencia, ellas serán referidas simplemente como formas A, B y C (de la figura 2).

7.2.8 Resultados originales de ensayo

Véase forma A de la figura 2, donde

n_{ij} es el número de resultados de ensayo en la celda del laboratorio i al nivel j ;

y_{ijk} es cualquiera de estos resultados de ensayo ($k = 1, 2, \dots, n_{ij}$);

p_j es el número de laboratorios reportando al menos un resultado para el nivel j (después de eliminar cualquier resultado de ensayo designado como atípico o como erróneo).

7.2.9 Medias de celdas (forma B de la figura 2)

Éstas se derivan de la forma A de la siguiente manera:

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{n_{ij}} \sum_{k=1}^{n_{ij}} y_{ijk} \quad \dots(2)$$

Las medias de celdas deberían ser registradas a una cifra significativa más que el resultado de ensayo en la forma A.

7.2.10 Medidas de la dispersión de las celdas (forma C de la figura 2)

Éstas se derivan de la forma A (véase 7.2.8) y la forma B (véase 7.2.9) de la siguiente manera.

Para el caso general use la desviación estándar intracelda

$$s_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n_{ij}-1} \sum_{k=1}^{n_{ij}} (y_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2} \quad \dots(3)$$

o, su equivalente

$$s_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n_{ij}-1} \left[\sum_{k=1}^{n_{ij}} (y_{ijk})^2 - \frac{1}{n_{ij}} \left[\sum_{k=1}^{n_{ij}} y_{ijk} \right]^2 \right]} \quad \dots(4)$$

4)

Usando estas ecuaciones, debe cuidarse de retener un número suficiente de dígitos en los cálculos; es decir cada valor intermedio debe ser calculado al menos con el doble de dígitos que en los datos originales.

NOTA 4 Si una celda ij contiene dos resultados de ensayo, la desviación estándar intracelda es

$$s_{ij} = |y_{ij1} - y_{ij2}| / \sqrt{2} \quad \dots(5)$$

Por lo tanto, por simplicidad, las diferencias absolutas pueden usarse en vez de las desviaciones estándar si todas las celdas contienen dos resultados de ensayo.

La desviación estándar debería ser expresada con una cifra significativa más que los resultados en la forma A.

Para valores de n_{ij} menores de 2, un guión “-” debería insertarse en la forma C.

7.2.11 Datos corregidos o rechazados

Como algunos de los datos pueden ser corregidos o rechazados sobre la base de los ensayos mencionados en 7.1.3, 7.3.3 y 7.3.4, los valores de y_{ijk} , n_{ij} y p_j usados para la determinación final de la precisión y la media pueden ser diferentes de los valores referidos a los resultados de ensayos originales como se registraron en las formas A, B y C de la figura 2. Por lo tanto al reportar los valores finales de precisión y veracidad, debe señalarse cuales datos, si los hubiese, han sido corregidos o descartados.

7.3 Escrutinio de los resultados para consistencia y valores atípicos

Véase referencia [3].

A partir de los datos recolectados de un número de niveles específicos, se van a estimar la desviación estándar de repetibilidad y reproducibilidad. La presencia de laboratorios o valores individuales que parecen ser inconsistentes con los demás laboratorios o valores, pueden cambiar los estimados, y hay que tomar decisiones respecto a estos valores. Se introducen dos enfoques:

- técnica de consistencia gráfica;
- pruebas de valores atípicos numéricos.

7.3.1 Técnica de consistencia gráfica

Se usan dos medidas llamadas estadísticos h y k de Mandel. Puede notarse que, así como describen la variabilidad del método de medición, éstos ayudan en la evaluación del laboratorio.

7.3.1.1 Calcular el estadístico de consistencia interlaboratorio, h , para cada laboratorio dividiendo la desviación de la celda (la media de la celda menos la gran media para ese nivel) por la desviación estándar entre las medias de las celdas (para ese nivel):

$$h_{ij} = \frac{\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j}{\sqrt{\frac{1}{(p_j - 1)} \sum_{i=1}^{p_j} (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j)^2}} \quad \dots(6)$$

en la cual, para \bar{y}_{ij} véase 7.2.9 y para \bar{y}_j véase 7.4.4.

Grficar los valores h_{ij} para cada celda en orden de laboratorio, en grupos para cada nivel (y agrupados separadamente para los diferentes niveles examinados por cada laboratorio) (véase figura B.7).

FORMA A - Formas recomendadas para la comparación de los datos originales

Laboratorio	Nivel								
	1	2	j	$q-1$	q
1									
2									
...									
i					y_{ik}				
...									
p									

FORMA B - Formas recomendadas para la comparación de las medias

Laboratorio	Nivel								
	1	2	j	$q-1$	q
1									
2									
...									
i					\bar{y}_{ij}				
...									
p									

FORMA C - Formas recomendadas para la comparación de la dispersión intraceldas

Laboratorio	Nivel								
	1	2	j	$q-1$	q
1									
2									
...									
i					s_{ij}				
...									
p									

Figure 2. Formas recomendadas para la comparación de resultados para análisis

7.3.1.2 Calcular el estadístico de consistencia intralaboratorio, k , primero mediante el cálculo de la desviación estándar combinada intracelda

$$\sqrt{\frac{\sum s_{ij}^2}{p_j}}$$

para cada nivel, y entonces calcular

$$k_{ij} = \frac{s_{ij}\sqrt{p_j}}{\sqrt{\sum s_{ij}^2}} \quad \dots(7)$$

para cada laboratorio dentro de cada nivel.

Graficar los valores k_{ij} para cada celda en orden de laboratorio, en grupos para cada nivel (y separadamente agrupados para los diferentes niveles examinados por cada laboratorio) (véase figura B.8).

7.3.1.3 El examen de los gráficos de h y k pueden indicar qué laboratorios específicos exhiben patrones de resultados que son marcadamente diferentes de los otros en el estudio. Esto se indica por variación intracelda consistentemente alta o baja y/o medias de celdas extremas a través de muchos niveles. Si esto ocurre, el laboratorio específico debería contactarse para tratar de indagar la causa de la conducta discrepante. Sobre la base de los hallazgos el experto estadístico podría:

- retener datos del laboratorio por el momento;
- solicitar a los laboratorios la repetición de la medición (si es factible);
- eliminar los datos del laboratorio del estudio.

7.3.1.4 Varios patrones pueden aparecer en los gráficos de h . Todos los laboratorios pueden tener ambos valores positivos y negativos de h a diferentes niveles del experimento. Laboratorios individuales pueden tender a dar, o bien todos los valores de h positivos o todos negativos, y el número de laboratorios dando valores negativos es aproximadamente igual a aquellos dando valores positivos. Ninguno de estos patrones es inusual o requiere investigación, a pesar de que el segundo de estos patrones puede sugerir que una fuente común de sesgo de laboratorio existe. Por otra parte, si todos los valores h para un laboratorio son de un signo y los valores h para los demás laboratorios son todos del otro signo, entonces debería buscarse la razón de esto. Asimismo, si los valores h para un laboratorio son extremos y parecen depender del nivel experimental de manera sistemática, entonces debe investigarse la razón. Se han trazado líneas sobre los gráficos h correspondientes a los indicadores dados en 8.3 (tablas 6 y 7). Estas líneas indicadoras sirven como guías cuando se examinan patrones en los datos.

7.3.1.5 Si un laboratorio se destaca en el gráfico k teniendo muchos valores altos, entonces debería indagarse la razón; esto indica que tiene una repetibilidad más pobre que los demás laboratorios. Un laboratorio podría generar valores de k consistentemente bajos, debido a factores tales como excesivo redondeo de sus datos o una escala de medición insensible. Se dibujan líneas sobre los gráficos k correspondientes a los indicadores dados en 8.3 (tablas 6 y 7). Estas líneas indicadoras sirven como guías cuando se examinan patrones en los datos.

7.3.1.6 Cuando un gráfico h o k agrupado por laboratorios indica que un laboratorio tiene varios valores de h o k cerca de la línea de valor crítico, el gráfico correspondiente agrupado por nivel debe ser estudiado. A menudo un valor que parece alto en un gráfico agrupado por laboratorio se volverá razonablemente consistente con otros laboratorios para el mismo nivel. Si esto se manifiesta como muy diferente de los valores para otros laboratorios, entonces debe investigarse la razón.

7.3.1.7 Además de los gráficos h y k , los histogramas de las medias de celdas y de rangos de celdas pueden revelar la presencia de, por ejemplo, dos poblaciones distintas. Tal caso requeriría tratamiento especial ya que el principio subyacente general de los métodos descritos aquí asume una población unimodal sencilla.

7.3.2 Técnica numérica para datos atípicos

7.3.2.F La práctica siguiente es recomendada para manejar datos atípicos.

- Las pruebas recomendadas en 7.3.3 y 7.3.4, son aplicadas para identificar datos dudosos o atípicos,
 - si la prueba estadística es menor o igual que su valor crítico de 5 %, el valor probado es aceptado como correcto;
 - si la prueba estadística es mayor que su valor crítico de 5 % y menor o igual que su valor crítico de 1 %, el valor probado es llamado un valor dudoso y es indicado por un solo asterisco;
 - si la prueba estadística es mayor al de su valor crítico de 1 %, el valor es llamado atípico y es indicado por 2 asteriscos.
- Se investiga entonces si los valores estadísticos dudosos y/o atípicos pueden ser explicados por algún error técnico, por ejemplo
 - un descuido al llevar a cabo la medición,
 - un error al ejecutar el cálculo,
 - un simple error de copiado al transcribir el resultado de la prueba, o

- análisis de la muestra equivocada.

Donde el error fue de cálculo o transcripción, el resultado cuestionado debe ser reemplazado por el valor correcto; donde el error es debido al análisis de la muestra equivocada, el resultado debe ser colocado en su celda correcta.

Después que tal corrección haya sido hecha, la prueba para valores dudosos o atípicos debería ser repetida. Si la explicación del error técnico es tal que se hace imposible reemplazar el resultado de la prueba cuestionada, entonces este debe ser excluido como un valor atípico "genuino" que no corresponde al experimento.

- c) Cuando persiste cualquier valor dudoso y/o atípico que no ha sido explicado, rechazado o pertenece a un laboratorio distante, los dudosos son retenidos como correctos y atípicos son descartados a menos que el estadístico por alguna buena razón decida retenerlos.
- d) Cuando los datos para una celda han sido rechazados para la forma B de figura 2 bajo el procedimiento anterior, entonces los datos correspondientes deben ser rechazos para la forma C de la figura 2, y viceversa.

7.3.2.2 Las pruebas dadas en 7.3.3 y 7.3.4 son de dos tipos. La prueba de Cochran es una prueba de variabilidad intralaboratorio y debería ser aplicada primero; de acuerdo a este resultado se debería tomar la acción adecuada, repitiendo la prueba de ser necesario. La otra prueba (de Grubb) es primordialmente una prueba de variabilidad entre laboratorios, y puede también ser usada (si $n > 2$) donde la prueba de Cochran ha levantado dudas de, si la alta variación intralaboratorio es atribuible únicamente a uno de los resultados de la prueba en la celda.

7.3.3 Prueba de Cochran

7.3.3.1 Esta parte de la norma asume que entre laboratorios existe solamente pequeñas diferencias en las varianzas intralaboratorios. La experiencia, sin embargo, muestra que esto no siempre es el caso, así que una prueba ha sido incluida aquí para probar la validez de esta suposición. Varias pruebas podrían ser usadas para este propósito, pero la prueba de Cochran ha sido escogida.

7.3.3.2 Dado un conjunto p de desviaciones estándar s_i , todas calculadas a partir del mismo número (n) de resultados replicados, la prueba estadística de Cochran; C , es

$$C = \frac{s_{\max}^2}{\sum_{i=1}^p s_i^2} \quad \dots(8)$$

donde s_{\max} es la desviación estándar más alta en el conjunto.

a) Si la prueba estadística es menor o igual que su valor crítico de 5 %, el renglón probado es aceptado como correcto.

b) Si la prueba estadística es mayor que su valor crítico de 5 % y menor o igual que su valor crítico de 1 %, el valor probado es llamado dudoso y es indicado por un asterisco.

c) Si la prueba estadística es mayor que su valor crítico de 1 %, el valor probado es llamado un valor estadístico atípico y es indicado por dos asteriscos.

Los valores críticos para la prueba de Cochran son dados en 8.1 (tabla 4) La prueba de Cochran ha de ser aplicada a cada nivel separadamente a la forma C de la figura 2.

7.3.3.3 El criterio de Cochran aplica estrictamente sólo cuando todas las desviaciones estándar son derivadas del mismo número (n) de resultados de pruebas obtenidas en condiciones de repetibilidad. En la práctica, este número puede variar debido a la pérdida o descarte de datos. Esta parte de la norma asume, sin embargo, que en un experimento adecuadamente organizado, tales variaciones en el número de resultados de prueba por celda serán limitados y pueden ser ignorados, y por tanto el criterio de Cochran es aplicado, usando para n el número de resultados de prueba que ha ocurrido en la mayoría de las celdas.

7.3.3.4 El criterio de Cochran prueba solamente el valor más alto en un conjunto de desviaciones estándar y es por lo tanto una prueba de atípicos altos. La heterogeneidad de varianzas puede también manifestarse por desviaciones estándar demasiado bajas. Sin embargo, valores pequeños de desviaciones estándar pueden ser fuertemente influenciados por el grado de redondeo de los datos originales y son por esa razón poco confiables. Además, no parece razonable rechazar los datos provenientes de un laboratorio debido a que éste ha alcanzado mayor precisión que los otros laboratorios. Por tanto el criterio de Cochran es considerado adecuado.

7.3.3.5 Un examen crítico de la forma C de la figura 2. puede algunas veces revelar que las desviaciones estándar para un laboratorio en particular son todas o en la mayoría de los niveles más bajas que los de otros laboratorios. Esto puede indicar que el laboratorio trabaja con una más baja desviación estándar de repetibilidad que otros laboratorios, lo cual puede ser causada ya sea por una mejor técnica y equipo o por una aplicación modificada o incorrecta del método de medición estándar. Si esto ocurre, se debería reportar a la comisión, la cual entonces decidirá si vale la pena una mayor investigación. (Un ejemplo de esto es laboratorio 2 en el experimento detallado en B.1.)

7.3.3.6 Si la más alta desviación estándar es clasificada como atípica, el valor debería ser omitido y la prueba de Cochran repetida sobre los valores restantes. Este

proceso puede ser repetido, pero esto puede conducir a excesivos rechazos cuando la normalidad no es lo suficientemente bien aproximada, siendo esto una suposición fundamental para la aplicación de esta prueba. La aplicación repetida de la prueba de Cochran se propone aquí como una herramienta útil solamente por la falta de una prueba estadística diseñada para probar conjuntamente varios valores atípicos. La prueba de Cochran no está diseñada para este propósito y debería ejercerse con gran precaución al sacar conclusiones. Cuando dos o tres laboratorios dan resultados con alta desviación estándar, especialmente cuando esto ocurre en sólo uno de los niveles, las conclusiones de la prueba de Cochran deberían ser examinadas cuidadosamente. Si por el contrario varios valores dudosos y/o atípicos son encontrados en diferentes niveles dentro de un laboratorio, este puede ser una indicación fuerte que la varianza interlaboratorio del laboratorio es excepcionalmente alta, y la totalidad de los datos provenientes de ese laboratorio deberían ser rechazados.

7.3.4 Prueba de Grubb

7.3.4.1 Un resultado distante

Para determinar si el resultado más alto es un valor atípico usando la prueba de Grubb se arreglan en orden ascendente el conjunto de datos x_i para $i = 1, 2, \dots, p$. La estadística de Grubb, G_p , es:

$$G_p = (x_p - \bar{x}) / s \quad \dots(9)$$

donde

$$\bar{x} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i \quad \dots(10)$$

y

$$s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2} \quad \dots(11)$$

Para probar la significancia del resultado más bajo, calcule la prueba estadística,

$$G_1 = (\bar{x} - x_1) / s$$

- Si la prueba estadística es menor o igual al valor crítico de 5 %, el valor probado es aceptado como correcto.
- Si la prueba estadística es mayor que al valor crítico de 5 % y menor o igual al valor crítico de 1 %, el valor probado es llamado dudoso y es indicado por un asterisco.
- Si la prueba estadística es mayor que al valor crítico de 1 %, el valor es llamado atípico y es indicado por dos asteriscos.

7.3.4.2 Dos resultados distantes

Para probar si los dos resultados más altos pueden ser atípicos, calcule la prueba estadística, G :

$$G = s_{p-1,p}^2 / s_0^2 \quad \dots(12)$$

donde

$$s_0^2 = \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2 \quad \dots(13)$$

y

$$s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (x_i - \bar{x}_{p-1,p})^2 \quad \dots(14)$$

y

$$\bar{x}_{p-1,p} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=1}^{p-2} x_i \quad \dots(15)$$

Alternativamente, para probar los dos resultados más bajos, calcule la prueba estadística de Grubb G :

$$G = s_{1,2}^2 / s_0^2$$

donde

$$s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^p (x_i - \bar{x}_{1,2})^2 \quad \dots(17)$$

y

$$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=3}^p x_i \quad \dots(18)$$

Valores críticos para la prueba de Grubb son dados en 8.2 (tabla 5).

7.3.4.3 Aplicación de la prueba Grubb

Cuando se analiza un experimento de precisión, la prueba de Grubb puede ser aplicado a lo siguiente.

- Los promedios de celdas (forma B de figura 2) para un nivel dado j , en cuyo caso

$$x_i = \bar{y}_{ij}$$

y

$$p = p_j$$

donde j es fijo.

Tomando los datos a un nivel, aplique la prueba de Grubb para un resultado distante para medias de celda como se describe en 7.3.4.1. Si se demuestra que una

media de celda es un valor atípico según esta prueba, excluirlo, y repita la prueba en la media de celda en el otro extremo (e.j, si el valor más alto es atípico entonces examine al más bajo excluyendo el más alto), pero no aplique la prueba de Grubb para dos resultados distantes descrita en 7.3.4.2. Si la prueba de Grubb no muestra que una media de celda, es atípica, entonces aplique la prueba doble de Grubb descrita en 7.3.4.2.

b) Un solo resultado dentro de una celda, donde la prueba de Cochran ha mostrado que la desviación estándar de la celda es sospechosa.

7.4 Cálculo de la media general y varianzas

7.4.1 Método de análisis

El método de análisis adoptado en esta Norma, involucra la estimación de m y la precisión para cada nivel por separado. Los resultados de los cálculos son expresados en una tabla para cada valor de j .

7.4.2 Datos básicos

Los datos básicos necesarios para los cálculos son presentados en las tres tablas en la figura 2.

- Tabla A contiene los resultados de la prueba original;
- Tabla B contiene las medias de celdas;
- Tabla C contiene las medidas de la dispersión de intracelda.

7.4.3 Celdas no vacías

Como una consecuencia de la regla establecida en 7.3.2.1 d), el número de celdas no vacías para ser usadas en el cálculo, para un nivel específico, siempre será el mismo en las tablas B y C. Una excepción podría ocurrir si, debido a datos extraviados, una celda en la tabla A, contiene un solo resultado, el cual implica una celda vacía en la tabla C, pero no en la tabla B. En este sentido es posible

- a) descartar el resultado solitario, el cual conducirá a celdas vacías en ambas tablas B y C, o
- b) si esto es considerado una pérdida indeseable de información, insertar un guión en la tabla C.

El número de celdas no vacías puede ser diferente para diferentes niveles, por lo tanto el índice j en p_j .

7.4.4 Cálculo de la media general \hat{m}

Para el nivel j , la media general es

$$\hat{m}_j = \bar{y}_j = \frac{\sum_{i=1}^p n_{ij} \bar{y}_{ij}}{\sum_{i=1}^p n_{ij}} \quad \dots(19)$$

7.4.5 Cálculo de varianzas

Tres varianzas son calculadas para cada nivel. Ellas son la varianza de repetibilidad, la varianza entre laboratorio y la varianza de reproducibilidad.

7.4.5.1 La varianza de repetibilidad es:

$$s_{rj}^2 = \frac{\sum_{i=1}^p (n_{ij} - 1) s_{ij}^2}{\sum_{i=1}^p (n_{ij} - 1)} \quad \dots(20)$$

7.4.5.2 La varianza entre laboratorios es:

$$s_{Lj}^2 = \frac{s_{dj}^2 - s_{rj}^2}{n_j} \quad \dots(21)$$

donde:

$$s_{dj}^2 = \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p n_{ij} (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j)^2$$

$$= \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_{ij} (\bar{y}_{ij})^2 - (\bar{y}_j)^2 \sum_{i=1}^p n_{ij} \right] \quad \dots(22)$$

y

$$\bar{y}_j = \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_{ij} - \frac{\sum_{i=1}^p n_{ij}^2}{\sum_{i=1}^p n_{ij}} \right] \quad \dots(23)$$

Estos cálculos son ilustrados en los ejemplos en B.1 y B.3, en el anexo B.

7.4.5.3 Para el caso particular donde todos $n_{ij} = n = 2$, la fórmula más sencilla puede ser usada, dando:

$$s_{rj}^2 = \frac{1}{2p} \sum_{i=1}^p (y_{ij1} - y_{ij2})^2$$

y

$$s_{Lj}^2 = \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j)^2 - \frac{s_{rj}^2}{2}$$

Estas son ilustradas en el ejemplo dado en B.2.

7.4.5.4 Donde, debido a efectos aleatorios, un valor negativo para s_{ij}^2 es obtenido de estos cálculos, el valor debería asumirse igual a cero.

7.4.5.5 La varianza de reproducibilidad es

$$s_{Rj}^2 = s_{rj}^2 + s_{ij}^2 \dots (24)$$

7.4.6 Dependencia de la varianzas sobre m

Subsecuentemente debería ser investigado si la precisión depende de m y, si es así, la relación funcional debería ser determinada.

7.5 Establecimiento de una relación funcional entre los valores de precisión y el nivel medio m

7.5.1 No se puede siempre tomar como cierto que exista una relación funcional regular entre la precisión y m . Particularmente, donde la heterogeneidad del material forma parte inseparable de la variabilidad de los resultados del ensayo, existirá una relación funcional sólo si esta heterogeneidad es una función regular del nivel medio m . Una relación funcional regular tampoco es segura con materiales sólidos de diferente composición y provenientes de diferentes procesos de producción. Este punto debería ser aclarado antes de aplicar el procedimiento. Alternativamente, se deben establecer valores separados de precisión para cada material investigado.

7.5.2 El razonamiento y procedimientos de cálculo presentado en 7.5.3 a 7.5.9, aplica a la desviación estándar tanto para repetibilidad como para reproducibilidad pero son presentados aquí únicamente para repetibilidad, en aras de la brevedad. Solo tres tipos de relaciones serán consideradas.

I: $s_r = bm$ (una línea recta por el origen)

II: $s_r = a + bm$ (una línea recta con una intersección ordenada positiva)

III: $\lg s_r = c + d \lg m$ (o $s_r = Cm^d$); $d \leq 1$ (una relación exponencial)

En la mayoría de los casos puede esperarse que al menos una de estas fórmulas de un ajuste satisfactorio. En caso contrario el experto en estadística que realiza el análisis buscará una solución alterna. Para evitar confusiones, las constantes a , b , c , C y d presentes en las fórmulas pueden ser distinguidas con subíndices, a_r , b_r , ... para repetibilidad, y a_R , b_R , ... cuando se considere reproducibilidad, pero es omitido en esta sección para simplificar la notación. Además s_r puede ser abreviada por s para permitir un sufijo por cada nivel j .

7.5.3 En general $d > 0$ conduce a $s = 0$ para $m = 0$ en las relaciones I y III lo cual podría parecer inaceptable

del punto de vista experimental. Sin embargo al reportar datos de precisión, se debería aclarar que son aplicables únicamente dentro de los niveles cubiertos en el experimento de precisión interlaboratorios.

7.5.4 Para $a = 0$ y $d = 1$, las tres relaciones son idénticas, por lo que cuando a está cerca de cero y/o d está cerca de uno, dos o las tres relaciones producirán ajustes prácticamente equivalentes; en caso semejante la relación I debe ser preferida porque permite declarar lo siguiente.

“Dos resultados de ensayos son considerados sospechosos cuando su diferencia es más que (100 b) %.”

En términos estadísticos esto es una declaración de que coeficiente de variación (100 s/m) es constante para todos los niveles.

7.5.5 Si en un gráfico de s_j contra \hat{m}_j , o un gráfico de $\lg s_j$ contra $\lg \hat{m}_j$, el conjunto de puntos pareciera razonablemente cercano a una línea recta, podría ser satisfactorio trazar una línea a mano; pero si por alguna razón un método numérico de ajuste es preferido, el procedimiento 7.5.6 es recomendado para las relaciones I y II, y para relación III el 7.5.8.

7.5.6 Desde un punto de vista estadístico, el ajuste de una línea recta es complicado por el hecho de que ambos \hat{m}_j y s_j son estimados y por tanto están sujetos a error. Pero debido a que la pendiente b es usualmente pequeña (por el orden de 0,1 ó menos), entonces los errores en \hat{m} tienen poca influencia y los errores al estimar s predominan.

7.5.6.1 Una buena estimación de los parámetros de la regresión lineal requerirá la regresión ponderada porque el error estándar de s es proporcional al valor pronosticado de $s_j(\hat{s}_j)$.

Los factores de ponderación tienen que ser proporcionales a $1/(\hat{s}_j)^2$, donde \hat{s}_j es la desviación estándar de repetibilidad pronosticada para el nivel j . Sin embargo \hat{s}_j depende de parámetros que aún han de ser calculados.

Un procedimiento matemático correcto para realizar estimaciones correspondientes a los mínimos cuadrados ponderado de los residuales puede ser complicado. Se recomienda el siguiente procedimiento, el cual ha probado ser satisfactorio en la práctica.

7.5.6.2 Con el factor ponderado W_j igual a $1/(\hat{s}_{Nj})^2$, donde $N = 0, 1, 2, \dots$, para iteraciones sucesivas las fórmulas para el cálculo son:

$$T_1 = \sum_j W_j$$

$$T_2 = \sum_j W_j \hat{m}_j$$

$$T_3 = \sum_j W_j \hat{m}_j^2$$

$$T_4 = \sum_j W_j s_j$$

$$T_5 = \sum_j W_j \hat{m}_j s_j$$

Entonces para las relaciones I ($s = bm$), el valor de b es dado por T_5/T_3 .

Para la relación II ($s = a + bm$):

$$a = \left[\frac{T_3 T_4 - T_2 T_5}{T_1 T_3 - T_2^2} \right] \quad \dots\dots(25)$$

y

$$b = \left[\frac{T_1 T_5 - T_2 T_4}{T_1 T_3 - T_2^2} \right] \quad \dots\dots(26)$$

7.5.6.3 Para la relación I, la sustitución algebraica por los factores ponderados $W_j = 1/(\hat{s}_j)^2$, con $\hat{s}_j = b\hat{m}_j$, conduce a la expresión simplificada

$$b = \frac{\sum_j (s_j / \hat{m}_j)}{q} \quad \dots\dots(27)$$

y la iteración no es necesaria.

7.5.6.4 Para la relación II, los valores iniciales \hat{s}_{0j} son los valores originales de s obtenidos a través del procedimiento dado en 7.4. Estos se usan para calcular:

$$W_{0j} = 1/(\hat{s}_{0j})^2 \quad (j = 1, 2, \dots, q)$$

y para calcular a_1 y b_1 como en 7.5.6.2.

Esto conduce a:

$$\hat{s}_{1j} = a_1 + b_1 \hat{m}_j$$

Los cálculos son entonces repetidos con $W_{1j} = 1/(\hat{s}_{1j})^2$ para obtener

$$\hat{s}_{2j} = a_2 + b_2 \hat{m}_j$$

El mismo procedimiento podría ser repetido una vez más con los factores ponderados $W_{2j} = 1/(\hat{s}_{2j})^2$ derivado de estas ecuaciones, pero esto conduciría a cambios sin importancia. El paso de W_{0j} a W_{1j} , es efectivo en la eliminación de errores crasos en las ponderaciones, y es

conveniente considerar la ecuación para \hat{s}_{2j} como el resultado final.

7.5.7 El error estándar de $\lg s$ es independiente de s y por lo tanto una regresión no ponderada de $\lg s$ contra $\lg \hat{m}$ es apropiada.

7.5.8 Para la relación III, las fórmulas de cálculo son:

$$T_1 = \sum_j \lg \hat{m}_j$$

$$T_2 = \sum_j (\lg \hat{m}_j)^2$$

$$T_3 = \sum_j \lg s_j$$

$$T_4 = \sum_j (\lg \hat{m}_j)(\lg s_j)$$

y entonces

$$c = \frac{T_2 T_3 - T_1 T_4}{q T_2 - T_1^2} \quad \dots\dots(28)$$

y

$$d = \frac{q T_4 - T_1 T_3}{q T_2 - T_1^2} \quad \dots\dots(29)$$

7.5.9 Ejemplos para el ajuste de las relaciones I, II y III de 7.5.2 a un mismo conjunto de datos son dados en 7.5.9.1 a 7.5.9.3. Los datos fueron tomados del caso en estudio en B.3 y son utilizados solo para ilustrar el procedimiento numérico. Estos serán discutidos adicionalmente en B.3.

7.5.9.1 Un ejemplo de ajuste de relación I es dado en la tabla 1.

Tabla 1.- Relación I: $s = bm$

\hat{m}_j	3,94	8,28	14,18	15,59	20,41
s_j	0,092	0,179	0,127	0,337	0,393
s_j / \hat{m}_j	0,023 4	0,021 6	0,008 9	0,021 6	0,019 3
$b = \frac{\sum_j (s_j / \hat{m}_j)}{q}$	$\frac{0,0948}{5} = 0,019$				
$s = bm$	0,075	0,157	0,269	0,296	0,388

7.5.9.2 Un ejemplo de ajuste de relación II es dado en la tabla 2 (\hat{m}_j, s_j son dados en 7.5.9.1).

Tabla 2.- Relación II: $s = a + bm$

W_{0j}	118	31	62	8,8	6,5
$s_1 = 0,058 + 0,009 0 m$					
\hat{s}_{1j}	0,093	0,132	0,185	0,197	0,240
W_{1j}	116	57	29	26	17
$s_2 = 0,030 + 0,015 6 m$					
\hat{s}_{2j}	0,092	0,159	0,251	0,273	0,348
W_{2j}	118	40	16	13	8
$s_3 = 0,032 + 0,015 4 m$					
$\hat{s}_{3j}^{1)}$	0,093	0,160	0,251	0,273	0,348
NOTA - Los valores de los factores ponderados no son críticos; dós cifras significativas son suficientes					
1) La diferencia entre s_3 y s_2 es despreciable					

7.5.9.3 Un ejemplo de ajuste de relación III es dado en la tabla 3.

Tabla 3.- Relación III: $\lg s = c + d \lg m$

$\lg \hat{m}_j$	+0,595	+0,918	+1,152	+1,193	+1,310
$\lg s_{0j}$	-1,036	-0,747	-0,896	-0,472	-0,406
$\lg s = -1,506 5 + 0,772 \lg m$ ó $s = 0,031 m^{0,77}$					
s	0,089	0,158	0,239	0,257	0,316

7.6 Análisis estadístico como un procedimiento paso a paso

NOTA 5 En la figura 3 se ilustra de un modo paso a paso el procedimiento dado en 7.6.

7.6.1 Reúna todos los pruebas de resultado disponibles en una forma, la forma A 1 colocados dentro de p filas, comenzando la forma con $i = 1, 2, \dots, p$ (representando los p laboratorios que han suministrado datos) y q columnas, con subíndices $j = 1, 2, \dots, q$ (representando los q niveles en orden creciente).

En un experimento de nivel uniforme los resultados contenidos en una celda de la forma A, no es necesario distinguirlas y pueden colocarse en cualquier orden.

7.6.2 Inspeccione la forma A para cualquier irregularidad obvia, investigue y, si es necesario, descarte cualquier error obvio en los datos (por ejemplo datos fuera del rango de medida del instrumento o datos imposibles por razones técnicas) y reporte a la comisión. Algunas veces es inmediatamente evidente que los resultados de ensayo de un laboratorio en particular o en celda en particular están a un nivel inconsistente con los otros datos. Tales datos obviamente discordantes deben

ser inmediatamente descartados, pero este hecho debe ser reportado a la comisión para su consideración (véase 7.7.1).

7.6.3 Usando los datos corregidos (de acuerdo a 7.6.2) de la forma A calcule las medias y las medidas intraceldas a ser colocadas en la forma B y la forma C respectivamente.

Cuando una celda en la forma A contiene sólo un resultado de ensayo debería adoptarse una de las opciones de 7.4.3

7.6.4 Prepare los gráficos h y k de Mandel como esta descrito en 7.3.1 y examine éstos para la consistencia de los datos. Estos gráficos pueden indicar la necesidad de analizar estos datos más a fondo, indicando la posible presencia de valores o laboratorio atípicos. Sin embargo no se debe tomar una decisión definitiva hasta completar los puntos 7.6.5 a 7.6.9.

7.6.5 Inspeccione las formas B y C (véase figura 2) nivel por nivel para posibles datos estadísticamente dudosos y/o atípicos [véase 7.3.2.1 a)]. Aplique la prueba estadística dada en 7.3 para todos los valores sospechosos, marcando los datos dudosos con un asterisco y los atípicos con dos asteriscos. Si éstos no son datos estadísticas dudosos o atípicos, entonces ignore los pasos 7.6.6 a 7.6.10 y proceda directamente con 7.6.11.

7.6.6 Investigue si puede haber una explicación técnica para los datos estadísticamente dudosos y/o atípicos, y si es posible verifique tal explicación. Corrija o descarte según se requiera datos estadísticas dudosos y/o atípicos que han sido explicados satisfactoriamente, y aplique las correcciones correspondientes a las formas. Si no quedan datos estadísticas dudosos y/o atípicos que no hayan sido explicados, ignore los pasos 7.6.7 a 7.6.10 y proceda directamente con 7.6.11.

NOTA 6 Un alto número de datos estadísticas dudosos y/o atípicos pueden indicar una pronunciada falta de homogeneidad o diferencias marcadas entre los laboratorios y puede crear duda sobre la adecuación del método de medición. Esto debe ser reportado a la comisión.

7.6.7 Si la distribución de los datos estadísticas dudosos o atípicos sin explicación, en las formas B y C no sugiere la presencia de laboratorios atípicos (véase 7.2.5), ignore los pasos 7.6.8 y proceda directamente con 7.6.9.

7.6.8 Si la evidencia contra algunos laboratorios que se sospechan atípicos es suficientemente fuerte para justificar el rechazo de alguno o todos los datos de estos laboratorios, entonces descarte los datos necesarios y reporte a la comisión.

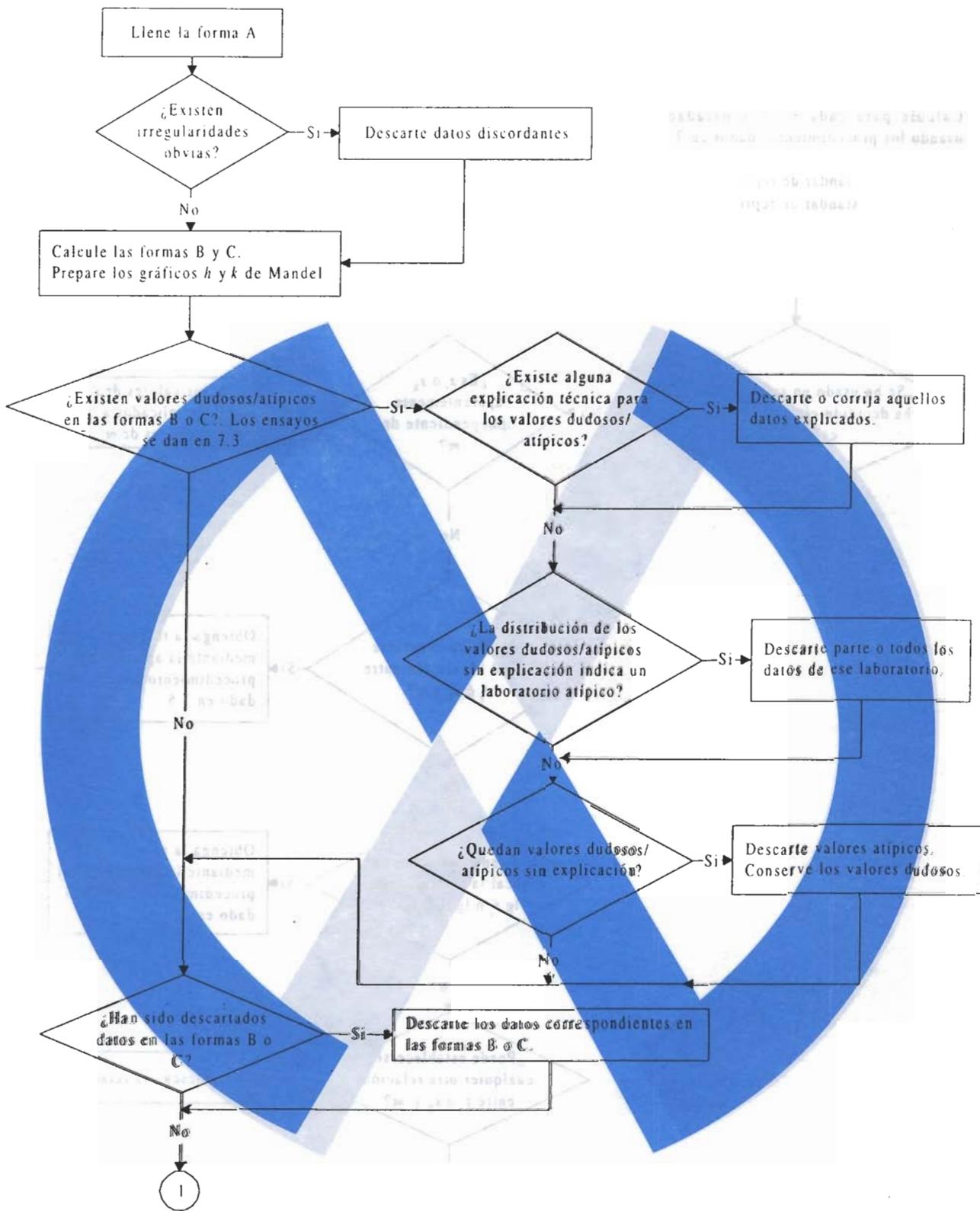


Figura 3.- Diagrama de flujo de los pasos principales en el análisis estadístico

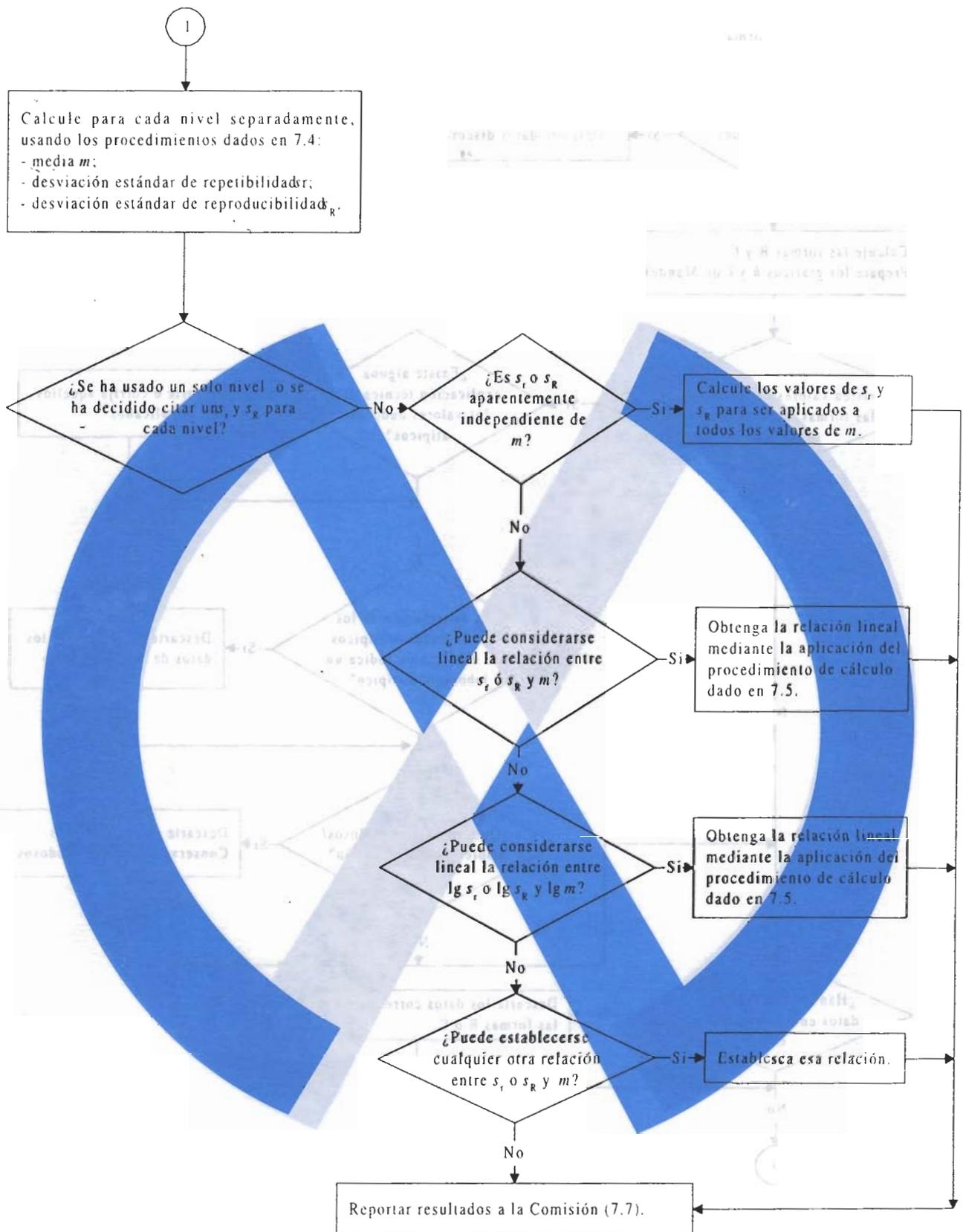


Figura 3.- Diagrama de flujo de los pasos principales en el análisis estadístico

La decisión de rechazar algunos o todos los datos de un laboratorio en particular es la responsabilidad del experto estadístico quien realiza el análisis, pero debe ser reportado a la comisión para su consideración (véase 7.7.1).

7.6.9 Si queda cualquier dato estadístico dudoso y/o atípico que no ha sido explicado o atribuido a un laboratorio atípico, descarte los datos atípicos, pero conserve los datos dudosos.

7.6.10 Si en los pasos previos cualquier dato en la forma B ha sido rechazado, entonces el dato correspondiente en la forma C también tiene que ser rechazado, y viceversa.

7.6.11 De los datos que han sido conservados como correctos en las formas B y C, calcule, usando los procedimientos dados en 7.4, para cada nivel por separado, el nivel medio \hat{m}_j y las desviaciones estándar de repetibilidad y reproducibilidad.

7.6.12 Si el experimento utilizó un solo nivel, o si se decidió que las desviaciones estándar de repetibilidad y reproducibilidad deberían darse por separado para cada nivel (véase 7.5.1) y no como funciones del nivel, ignore los pasos 7.6.13 a 7.6.18 y proceda directamente con 7.6.19.

NOTA 7 Los siguientes pasos 7.6.13 a 7.6.17 se aplican para s_r y s_R separadamente, pero en aras de la brevedad estas son escritas solo en términos de s_r .

7.6.13 Grafique s_j contra \hat{m}_j y juzgue a partir de este gráfico si s depende de m o no. Si se considera que s depende de m , ignore el paso 7.6.14 y proceda con 7.6.15. Si se juzga que s es independiente de m , proceda con el paso 7.6.14. Si existen dudas, es mejor trabajar en ambos casos y dejar que la comisión decida. No existe ninguna prueba estadística apropiada para este problema, pero los expertos técnicos familiarizados con el método de medición deberían tener suficiente experiencia para tomar una decisión.

7.6.14 Utilice como el valor final de la desviación estándar de repetibilidad. Ignore los pasos de 7.6.15 a 7.6.18 y proceda directamente con 7.6.19.

7.6.15 Decida a partir del gráfico de 7.6.13 si la relación entre s y m puede ser representada mediante una línea recta y, de ser así, si la relación I ($s = bm$) o la relación II ($s = a + bm$) es apropiada (véase 7.5.2). Determine el parámetro b , o los dos parámetros a y b mediante el procedimiento de 7.5.6. Si se considera satisfactoria la relación lineal ignore el paso 7.6.16 y proceda directamente con 7.6.17. Si no, proceda con el paso 7.6.16.

7.6.16 Grafique $\lg s_j$ contra $\lg \hat{m}_j$ y decida si la relación entre $\lg s$ y $\lg m$ puede ser representada razonablemente por una línea recta. Si esto se considera

satisfactorio ajuste la relación III ($\lg s = c + d \lg m$) usando el procedimiento dado en 7.5.8.

7.6.17 Si se ha establecido una relación satisfactoria en el paso 7.6.15 o 7.6.16, entonces los valores finales de s_r (o s_R) son los valores obtenidos a partir de esta relación para valores dados de m . Ignore la etapa 7.6.18 y proceda con 7.6.19.

7.6.18 Si no se ha establecido una relación satisfactoria en los pasos 7.6.15 o 7.6.16, el experto en estadística debería decidir si puede establecer alguna otra relación entre s y m , o alternativamente si los datos son tan irregulares que el establecimiento de una relación funcional se considera imposible.

7.6.19 Prepare un reporte mostrando los datos básicos y los resultados y conclusiones a partir del análisis estadístico, y presente esto a la comisión. Las representaciones gráficas de 7.3.1 pueden ser útiles al presentar la consistencia o variabilidad de los resultados.

7.7 Los reportes a, y las decisiones a ser tomadas por, la comisión

7.7.1 Reporte por el experto en estadística

Habiendo completado el análisis estadístico, el experto estadístico debería escribir un reporte para presentarlo a la comisión. En este reporte debería darse la siguiente información:

- a) Un informe completo de las observaciones recibidas de los operadores y/o supervisores referente al estándar del método de medición;
- b) Un informe completo de los laboratorios que han sido rechazados por ser laboratorios atípicos en los pasos 7.6.2 y 7.6.8 junto con las razones para su rechazo;
- c) Un informe completo de cualquier dato estadísticamente dudoso o atípico, que fueron descubiertos, y si estos fueron explicados y corregidos, o descartados;
- d) Una forma con los resultados finales m_j , s_r y s_R y un informe de las conclusiones alcanzadas en los pasos 7.6.13, 7.6.15 o 7.6.16, ilustrados mediante uno de los gráficos recomendados en estos pasos;
- e) las formas A, B y C (figura 2) usadas en el análisis estadístico, posiblemente como un anexo.

7.7.2 Decisiones a ser tomadas por la comisión

La comisión debería entonces discutir este reporte y tomar las decisiones referentes a las siguientes preguntas:

- a) Los resultados discordantes, valores dudosos o valores atípicos: ¿son debidos a defectos en la descripción del estándar del métodos de medición?
- b) ¿Qué acción debería tomarse respecto a los laboratorios rechazados como atípicos?
- c) ¿Indican los resultados de los laboratorios atípicos y/o los comentarios recibidos de los operadores y supervisores la necesidad de mejorar el estándar del

método de medición?. Si es así, ¿cuáles son las mejoras requeridas?

- d) ¿Justifican los resultados del experimento de precisión el establecimiento de valores de desviación estándar de repetibilidad y de reproducibilidad? Si es así, ¿cuáles son aquellos valores, en qué forma deberían publicarse, y dentro de qué rango pueden ser aplicados a estos valores?

Tabla 4.- Valores críticos para la prueba de Cochran

p	n = 2		n = 3		n = 4		n = 5		n = 6	
	1 %	5 %	1 %	5 %	1 %	5 %	1 %	5 %	1 %	5 %
2	--	--	0,995	0,975	0,979	0,939	0,959	0,906	0,937	0,877
3	0,993	0,967	0,942	0,871	0,883	0,798	0,834	0,746	0,793	0,707
4	0,968	0,906	0,864	0,768	0,781	0,684	0,721	0,629	0,676	0,590
5	0,928	0,841	0,788	0,684	0,696	0,598	0,633	0,544	0,588	0,506
6	0,883	0,781	0,722	0,616	0,626	0,532	0,564	0,480	0,520	0,445
7	0,838	0,727	0,664	0,561	0,568	0,480	0,508	0,431	0,466	0,397
8	0,794	0,680	0,615	0,516	0,521	0,438	0,463	0,391	0,423	0,360
9	0,754	0,638	0,573	0,478	0,481	0,403	0,425	0,358	0,387	0,329
10	0,718	0,602	0,536	0,445	0,447	0,373	0,393	0,331	0,357	0,303
11	0,684	0,570	0,504	0,417	0,418	0,348	0,366	0,308	0,332	0,281
12	0,653	0,541	0,475	0,392	0,392	0,326	0,343	0,288	0,310	0,262
13	0,624	0,515	0,450	0,371	0,369	0,307	0,322	0,271	0,291	0,243
14	0,599	0,492	0,427	0,352	0,349	0,291	0,304	0,255	0,274	0,232
15	0,575	0,471	0,407	0,335	0,332	0,276	0,288	0,242	0,259	0,220
16	0,553	0,452	0,388	0,319	0,316	0,262	0,274	0,230	0,246	0,208
17	0,532	0,434	0,372	0,305	0,301	0,250	0,261	0,219	0,234	0,198
18	0,514	0,418	0,356	0,293	0,288	0,240	0,249	0,209	0,223	0,189
19	0,496	0,403	0,343	0,281	0,276	0,230	0,238	0,200	0,214	0,181
20	0,480	0,389	0,330	0,270	0,265	0,220	0,229	0,192	0,205	0,174
21	0,465	0,377	0,318	0,261	0,255	0,212	0,220	0,185	0,197	0,167
22	0,450	0,365	0,307	0,252	0,246	0,204	0,211	0,178	0,189	0,160
23	0,437	0,354	0,297	0,243	0,238	0,197	0,204	0,172	0,182	0,155
24	0,425	0,343	0,287	0,235	0,230	0,191	0,197	0,166	0,176	0,149
25	0,413	0,334	0,278	0,228	0,222	0,185	0,190	0,160	0,170	0,144
26	0,402	0,325	0,270	0,221	0,215	0,179	0,184	0,155	0,164	0,140
27	0,391	0,316	0,262	0,215	0,209	0,173	0,179	0,150	0,159	0,135
28	0,382	0,308	0,255	0,209	0,202	0,168	0,173	0,146	0,154	0,131
29	0,372	0,300	0,248	0,203	0,196	0,164	0,168	0,142	0,150	0,127
30	0,363	0,293	0,241	0,198	0,191	0,159	0,164	0,138	0,145	0,124
31	0,355	0,286	0,235	0,193	0,186	0,155	0,159	0,134	0,141	0,120
32	0,347	0,280	0,229	0,188	0,181	0,151	0,155	0,131	0,138	0,117
33	0,339	0,273	0,224	0,184	0,177	0,147	0,151	0,127	0,134	0,114
34	0,332	0,267	0,218	0,179	0,172	0,144	0,147	0,124	0,131	0,111
35	0,325	0,262	0,213	0,175	0,168	0,140	0,144	0,121	0,127	0,108
36	0,318	0,256	0,208	0,172	0,165	0,137	0,140	0,118	0,124	0,106
37	0,312	0,251	0,204	0,168	0,161	0,134	0,137	0,116	0,121	0,103
38	0,306	0,246	0,200	0,164	0,157	0,131	0,134	0,113	0,119	0,101
39	0,300	0,242	0,196	0,161	0,154	0,129	0,131	0,111	0,116	0,099
40	0,294	0,237	0,192	0,158	0,151	0,126	0,128	0,108	0,114	0,097

p = número de laboratorios a un dado nivel.

n = número de resultados de ensayo por celda (véase 7.3.3.3)

7.7.3 Reporte completo

El oficial ejecutivo debe preparar un informe para la aprobación de la comisión señalando las razones para el trabajo y como fue organizado incluyendo en éste el reporte del estadístico y manifestando las conclusiones acordadas. Alguna representación gráfica de la consistencia o de la variabilidad es a menudo útil. El reporte debería ser distribuido a aquellos responsables de autorizar el trabajo y a otras partes interesadas.

8.2 Valores críticos para la prueba de Grubb (véase 7.3.4) son dados en la tabla 5.

Para la prueba de Grubb para un solo valor distante, los valores atípicos y dudosos dan valores mayores que los valores críticos para 1 % y 5 % respectivamente. Para la prueba de Grubb para dos valores anormales, los valores atípicos y dudosos dan valores menores que los valores críticos tabulados para el 1 % y 5 % respectivamente.

8 TABLAS ESTADÍSTICAS

8.3 Indicadores para los estadísticos h y k de Mandel (véase 7.3.1) son dados en la tabla 6 y 7.

8.1 Valores críticos para la prueba de Cochran (véase 7.3.3) son dados en la tabla 4.

Tabla 5.- Valores críticos para la prueba de Grubb

p	Uno mayor o uno menor		Dos mayores o dos menores	
	Superior al 5%	Inferior al 5%	Superior al 1%	Inferior al 1%
3	1,155	1,155	--	--
4	1,496	1,481	0,000 0	0,000 2
5	1,764	1,715	0,001 8	0,009 0
6	1,973	1,887	0,011 6	0,034 9
7	2,139	2,020	0,030 8	0,070 8
8	2,274	2,126	0,056 3	0,110 1
9	2,387	2,215	0,085 1	0,149 2
10	2,482	2,290	0,115 0	0,186 4
11	2,564	2,355	0,144 8	0,221 3
12	2,636	2,412	0,173 8	0,253 7
13	2,699	2,462	0,201 6	0,283 6
14	2,755	2,507	0,228 0	0,311 2
15	2,806	2,549	0,253 0	0,336 7
16	2,852	2,585	0,276 7	0,360 3
17	2,894	2,620	0,299 0	0,382 2
18	2,932	2,651	0,320 0	0,402 5
19	2,968	2,681	0,339 8	0,421 4
20	3,001	2,709	0,358 5	0,439 1
21	3,031	2,733	0,376 1	0,455 6
22	3,060	2,758	0,392 7	0,471 1
23	3,087	2,781	0,408 5	0,485 7
24	3,112	2,802	0,423 4	0,499 4
25	3,135	2,822	0,437 6	0,512 3
26	3,157	2,841	0,451 0	0,524 5
27	3,178	2,859	0,463 8	0,536 0
28	3,199	2,876	0,475 9	0,547 0
29	3,218	2,893	0,487 5	0,557 4
30	3,236	2,908	0,498 5	0,567 2
31	3,253	2,924	0,509 1	0,576 6
32	3,270	2,938	0,519 2	0,585 6
33	3,286	2,952	0,528 8	0,594 1
34	3,301	2,965	0,538 1	0,602 3
35	3,316	2,979	0,546 9	0,610 1
36	3,330	2,991	0,555 4	0,617 5
37	3,343	3,003	0,563 6	0,624 7
38	3,356	3,014	0,571 4	0,631 6
39	3,369	3,025	0,578 9	0,638 2
40	3,381	3,036	0,586 2	0,644 5

Reproducido, con el permiso de la American Statistical Association, proveniente de la referencia [4] en el anexo C.

p = número de laboratorios a un dado nivel

Tabla 6.- Indicadores de los estadísticos h y k de Mandel con nivel de significancia del 1 %

p	h	k								
		n								
		2	3	4	5	6	7	8	9	10
3	1,15	1,71	1,64	1,58	1,53	1,49	1,46	1,43	1,41	1,39
4	1,49	1,91	1,77	1,67	1,60	1,55	1,51	1,48	1,45	1,43
5	1,72	2,05	1,85	1,73	1,65	1,59	1,55	1,51	1,48	1,46
6	1,87	2,14	1,90	1,77	1,68	1,62	1,57	1,53	1,50	1,47
7	1,98	2,20	1,94	1,79	1,70	1,63	1,58	1,54	1,51	1,48
8	2,06	2,25	1,97	1,81	1,71	1,65	1,59	1,55	1,52	1,49
9	2,13	2,29	1,99	1,82	1,73	1,66	1,60	1,56	1,53	1,50
10	2,18	2,32	2,00	1,84	1,74	1,66	1,61	1,57	1,53	1,50
11	2,22	2,34	2,01	1,85	1,74	1,67	1,62	1,57	1,54	1,51
12	2,25	2,36	2,02	1,85	1,75	1,68	1,62	1,58	1,54	1,51
13	2,27	2,38	2,03	1,86	1,76	1,68	1,63	1,58	1,55	1,52
14	2,30	2,39	2,04	1,87	1,76	1,69	1,63	1,58	1,55	1,52
15	2,32	2,41	2,05	1,87	1,76	1,69	1,63	1,59	1,55	1,52
16	2,33	2,42	2,05	1,88	1,77	1,69	1,63	1,59	1,55	1,52
17	2,35	2,44	2,06	1,88	1,77	1,69	1,64	1,59	1,55	1,52
18	2,36	2,44	2,06	1,88	1,77	1,70	1,64	1,59	1,56	1,52
19	2,37	2,44	2,07	1,89	1,78	1,70	1,64	1,59	1,56	1,53
20	2,39	2,45	2,07	1,89	1,78	1,70	1,64	1,60	1,56	1,53
21	2,39	2,46	2,07	1,89	1,78	1,70	1,64	1,60	1,56	1,53
22	2,40	2,46	2,08	1,90	1,78	1,70	1,65	1,60	1,56	1,53
23	2,41	2,47	2,08	1,90	1,78	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
24	2,42	2,47	2,08	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
25	2,42	2,47	2,08	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
26	2,43	2,48	2,09	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
27	2,44	2,48	2,09	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
28	2,44	2,49	2,09	1,91	1,79	1,71	1,65	1,60	1,57	1,53
29	2,45	2,49	2,09	1,91	1,79	1,71	1,65	1,60	1,57	1,53
30	2,45	2,49	2,10	1,91	1,79	1,71	1,65	1,61	1,57	1,53

p = número de laboratorios a un dado nivel
 n = número de réplicas intralaboratorio a dicho nivel

NOTA - Suministrada y publicada con el permiso del Dr. J. Mandel

Tabla 7.- Indicadores de los estadísticos de Mandel h y k para un nivel de significancia del 5 %.

p	h	k								
		n								
		2	3	4	5	6	7	8	9	10
3	1,15	1,65	1,53	1,45	1,40	1,37	1,34	1,32	1,30	1,29
4	1,42	1,76	1,59	1,50	1,44	1,40	1,37	1,35	1,33	1,31
5	1,57	1,81	1,62	1,53	1,46	1,42	1,39	1,36	1,34	1,32
6	1,66	1,85	1,64	1,54	1,48	1,43	1,40	1,37	1,35	1,33
7	1,71	1,87	1,66	1,55	1,49	1,44	1,41	1,38	1,36	1,34
8	1,75	1,88	1,67	1,56	1,50	1,45	1,41	1,38	1,36	1,34
9	1,78	1,90	1,68	1,57	1,50	1,45	1,42	1,39	1,36	1,35
10	1,80	1,90	1,68	1,57	1,50	1,46	1,42	1,39	1,37	1,35
11	1,82	1,91	1,69	1,58	1,51	1,46	1,42	1,39	1,37	1,35
12	1,83	1,92	1,69	1,58	1,51	1,46	1,42	1,40	1,37	1,35
13	1,84	1,92	1,69	1,58	1,51	1,46	1,43	1,40	1,37	1,35
14	1,85	1,92	1,70	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,37	1,35
15	1,86	1,93	1,70	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
16	1,86	1,93	1,70	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
17	1,87	1,93	1,70	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
18	1,88	1,93	1,71	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
19	1,88	1,93	1,71	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
20	1,89	1,94	1,71	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
21	1,89	1,94	1,71	1,60	1,52	1,47	1,44	1,41	1,38	1,36
22	1,89	1,94	1,71	1,60	1,52	1,47	1,44	1,41	1,38	1,36
23	1,90	1,94	1,71	1,60	1,53	1,47	1,44	1,41	1,38	1,36
24	1,90	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,38
25	1,90	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
26	1,90	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
27	1,91	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
28	1,91	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
29	1,91	1,94	1,72	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
30	1,91	1,94	1,72	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36

p = número de laboratorios a un dado nivel
 n = número de réplicas intralaboratorio a dicho nivel
 NOTA - Suministrada y publicada con el permiso del Dr. J. Mandel

**ANEXO A
(normativo)**

Símbolos y abreviaciones usadas en la COVENIN 2972-1

<i>a</i>	Intercepto en la relación $s = a + bm$	<i>k</i>	Estadístico de la prueba de Mandel para la consistencia intralaboratorio
<i>A</i>	Factor usado para calcular la incertidumbre de un estimado	LCL	Límite de control inferior (límite de acción o límite de advertencia)
<i>b</i>	Pendiente en la relación $s = a + bm$	<i>m</i>	Media general de la propiedad del ensayo; nivel
<i>B</i>	Componente en el resultado de un ensayo, que representa la desviación de un laboratorio del promedio general (componente del sesgo del laboratorio)	<i>M</i>	Número de factores considerados en condiciones de precisión intermedia
<i>B₀</i>	Componente de <i>B</i> que representa todos los factores que no cambian en condiciones de precisión intermedia	<i>N</i>	Número de iteraciones
<i>B₍₁₎, B₍₂₎, etc.,</i>	Componentes de <i>B</i> que representan factores que varían en condiciones de precisión intermedia	<i>n</i>	Número de resultados de ensayo obtenidos en un laboratorio a un nivel (es decir, por celda)
<i>c</i>	Intercepto en la relación $\lg s = c + s \lg m$	<i>p</i>	Número de laboratorios participantes en un experimento interlaboratorio
<i>C, C', C''</i>	Estadísticos del ensayo	<i>P</i>	Probabilidad
<i>C_{crit}, C'_{crit}, C''_{crit}</i>	Valores críticos para ensayos estadísticos	<i>q</i>	Número de niveles de la propiedad de la ensayo en un experimento de interlaboratorios
<i>CD_p</i>	Diferencia crítica para la probabilidad <i>P</i>	<i>r</i>	Límite de repetibilidad
<i>CR_p</i>	Rango crítico para la probabilidad <i>P</i>	<i>R</i>	Límite de reproducibilidad
<i>d</i>	Pendiente en la relación $\lg s = c + d \lg m$	MR	Material de referencia
<i>e</i>	Componente en el resultado de un ensayo que representa el error aleatorio que ocurre en cada resultado del ensayo	<i>s</i>	Estimado de desviación estándar
<i>f</i>	Factor crítico del rango	\hat{s}	Desviación estándar pronosticada
<i>F_p(v₁, v₂)</i>	<i>p</i> -cuantil de la distribución <i>F</i> con <i>v₁</i> y <i>v₂</i> grados de libertad	<i>T</i>	Total o suma de alguna de expresión
<i>G</i>	Estadístico de la prueba de Grubb	<i>t</i>	Número de objeto o grupo del ensayo
<i>h</i>	Estadístico de la prueba de Mandel para la consistencia entre laboratorios	LCS	Límite de control superior (límite de acción o límite de advertencia)
		<i>W</i>	Factor de ponderación usado en el cálculo de una regresión ponderada
		<i>w</i>	Rango de un conjunto de resultados del ensayo
		<i>x</i>	Datos usados para la prueba de Grubb
		<i>y</i>	Resultado del ensayo
		\bar{y}	Media aritmética de los resultados del ensayo

\bar{y}	Gran media de los resultados del ensayo
α	Nivel de significación
β	Probabilidad de cometer error tipo II
γ	Cociente de la desviación estándar de reproducibilidad a la desviación estándar de repetibilidad
Δ	Sesgo del laboratorio
$\hat{\Delta}$	Estimado de Δ
δ	Sesgo del método de medición
$\hat{\delta}$	Estimado de δ
λ	Diferencia detectable entre los sesgos de dos laboratorios o los sesgos de dos métodos de medición
μ	Valor verdadero o valor de referencia aceptado de la propiedad de una ensayo
ν	Número de los grados de libertad
ρ	Cociente detectable entre las desviaciones estándar de repetibilidad del método B y el método A
σ	Valor verdadero de la desviación estándar
τ	Componente en el resultado de un ensayo que representa la variación debida al tiempo desde la última calibración.
ϕ	Cociente detectable entre las raíces cuadradas de las medias cuadradas entre laboratorios del método B y el método A
$\chi_p^2(\nu)$	p -cuantil de la distribución χ^2 con ν grados de libertad

Símbolos usados

C	Diferente calibración
E	Diferente equipo
i	Identificador para un laboratorio particular
$I()$	Identificador para mediciones intermedias de precisión; en paréntesis. identificación del tipo de situación intermedia
j	Identificador para un nivel particular (COVENIN 2972-2). Identificación de un grupo de ensayos o para un factor (ISO 5725-3).
k	Identificador para el resultado particular de un ensayo en un laboratorio i en un nivel j
L	Interlaboratorio (entre laboratorio)
m	Identificador para el sesgo detectable
M	Muestra entre ensayos
O	Diferente operador
P	Probabilidad
r	Repetibilidad
R	Reproducibilidad
T	Diferente tiempo
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
(informativo)**

Ejemplos de los análisis estadísticos de experimentos de precisión

B.1 Ejemplo 1: Determinación del contenido de azufre en carbón (Varios niveles sin datos faltantes o datos atípicos)

B.1.1 Antecedentes

a) Método de medición

Determinación del contenido de sulfuro contenido en carbón con resultados de los ensayos expresados como porcentaje en masa.

b) Fuente

Tompkins, S.S. Industrial and Engineering Chemistry. (véase referencia [6] en anexo C.)

c) Descripción

Participaron 8 laboratorios en el experimento, realizando los análisis acorde a un método de medición estandarizado descrito en la referencia citada. El laboratorio 1 reportó 4 resultados de ensayo y el laboratorio 5 reportó 3 mediciones.

d) Representación gráfica

Los estadísticos h y k de Mandel deben ser graficados, pero debido a que en este ejemplo ellos no indicaron ninguna anomalía han sido omitidos para dar lugar a diferentes ejemplos de la representación gráfica de los datos. Los gráficos de Mandel están completamente ilustrados y discutidos en el ejemplo dado en B.3.

B.1.2 datos originales

Estos son datos como porcentaje en masa [% (m/m)] en la tabla B.1 en el formato de la forma A de la figura 2 (véase 7.2.8) y no requieren de observaciones adicionales.

Representaciones gráficas de estos datos están en la figura B.1 a B.4.

Tabla B.1.- Datos originales: Contenido de azufre en carbón

Laboratorio i	Nivel j			
	1	2	3	4
1	0,71	1,20	1,68	3,26
	0,71	1,18	1,70	3,26
	0,70	1,23	1,68	3,20
	0,71	1,21	1,69	3,24
2	0,69	1,22	1,64	3,20
	0,67	1,21	1,64	3,20
	0,68	1,22	1,65	3,20
3	0,66	1,28	1,61	3,37
	0,65	1,31	1,61	3,36
	0,69	1,30	1,62	3,38
4	0,67	1,23	1,68	3,16
	0,65	1,18	1,66	3,22
	0,66	1,20	1,66	3,23
5	0,70	1,31	1,64	3,20
	0,69	1,22	1,67	3,19
	0,66	1,22	1,60	3,18
	0,71	1,24	1,66	3,27
6	0,69	--	1,68	3,24
	0,73	1,39	1,70	3,27
	0,74	1,36	1,73	3,31
7	0,73	1,37	1,73	3,29
	0,71	1,20	1,69	3,27
	0,71	1,26	1,70	3,24
8	0,69	1,26	1,68	3,23
	0,70	1,24	1,67	3,25
	0,65	1,22	1,68	3,26
	0,68	1,30	1,67	3,26

NOTA 8 Para los experimentos citados en la tabla B.1, los laboratorios no fueron instruidos en cuantas mediciones deberían realizarse, solo un número mínimo de éstas. Por los procedimientos recomendados en esta norma, se debe hacer una selección al azar de los resultados de los laboratorios 1 y 5 para reducir todas las celdas a exactamente 3 resultados del ensayo. Sin embargo, para ilustrar los procedimientos de cálculo para un número variable de resultados de ensayo, todos los resultados fueron conservados en este ejemplo. El lector puede hacer selecciones al azar, para reducir el número de resultados del ensayo a tres en cada celda si desea verificar que tal procedimiento tiene un efecto relativamente pequeño en los valores de \hat{m}_j , s_r y s_R .

B.1.3 Cálculo de las medias de celdas (\bar{y}_{ij})

Las medias de celdas están dadas, como porcentaje en masa [% (m/m)], en la tablas B.2 en el formato de la forma B de la figura 2 (véase 7.2.9).

Tabla B.2.- Medias de celdas. Contenido de azufre en carbón

laboratorio <i>i</i>	Nivel <i>j</i>							
	1		2		3		4	
	\bar{y}_{ij}	n_{ij}	\bar{y}_{ij}	n_{ij}	\bar{y}_{ij}	n_{ij}	\bar{y}_{ij}	n_{ij}
1	0,708	4	1,205	4	1,688	4	3,240	4
2	0,680	3	1,217	3	1,643	3	3,200	3
3	0,667	3	1,297	3	1,613	3	3,370	3
4	0,660	3	1,203	3	1,667	3	3,203	3
5	0,690	5	1,248	4	1,650	5	3,216	5
6	0,733	3	1,373	3	1,720	3	3,290	3
7	0,703	3	1,240	3	1,690	3	3,247	3
8	0,677	3	1,253	3	1,673	3	3,257	3

B.1.4 Cálculo de la desviación estándar (s_{ij})

Las desviaciones estándar están dadas, como porcentaje en masa [% (m/m)], en la tablas B.3 en el formato de la forma C de la figura 2 (véase 7.2.10).

Tabla B.3.- Desviaciones estándar. Contenido de azufre en carbón

laboratorio <i>i</i>	Nivel <i>j</i>							
	1		2		3		4	
	\bar{s}_{ij}	n_{ij}	\bar{s}_{ij}	n_{ij}	\bar{s}_{ij}	n_{ij}	\bar{s}_{ij}	n_{ij}
1	0,005	4	0,021	4	0,010	4	0,028	4
2	0,010	3	0,006	3	0,006	3	0,000	3
3	0,021	3	0,015	3	0,006	3	0,010	3
4	0,010	3	0,025	3	0,012	3	0,038	3
5	0,019	5	0,043	4	0,032	5	0,038	5
6	0,006	3	0,015	3	0,017	3	0,020	3
7	0,012	3	0,035	3	0,010	3	0,021	3
8	0,025	3	0,042	3	0,006	3	0,006	3

B.1.5 Revisión para consistencia y datos atípicos

La prueba de Cochran con $n = 3$ para $p = 8$ laboratorios da un valor crítico de 0,516 para 5 % y de 0,615 para 1 %.

Para el nivel 1, el valor mayor de s esta en el laboratorio 8:

$$\sum s^2 = 0,00182; \text{ valor de ensayo} = 0,347$$

Para el nivel 2, el valor mayor de s esta en el laboratorio 5:

$$\sum s^2 = 0,00636; \text{ valor de ensayo} = 0,287$$

Para el nivel 3, el valor mayor de s esta en el laboratorio 5:

$$\sum s^2 = 0,00172; \text{ valor de ensayo} = 0,598$$

Para el nivel 4, el valor mayor de s esta en el laboratorio 4:

$$\sum s^2 = 0,00463; \text{ valor de ensayo} = 0,310$$

Esto indica que una celda en el nivel 3 puede ser considerado como un valor dudoso, y no hay valores atípicos. El valor dudoso se conserva en los cálculos subsiguientes.

La prueba de Grubb fue aplicada a las medias de celdas, dando los valores mostrados en la tabla B.4. No hay valores dudosos y atípicos individuales. En los niveles 2 y 4, los resultados altos de los laboratorios 3 y 6 son dudosos de acuerdo con la prueba doble-alto; estos valores se conservaron en el análisis.

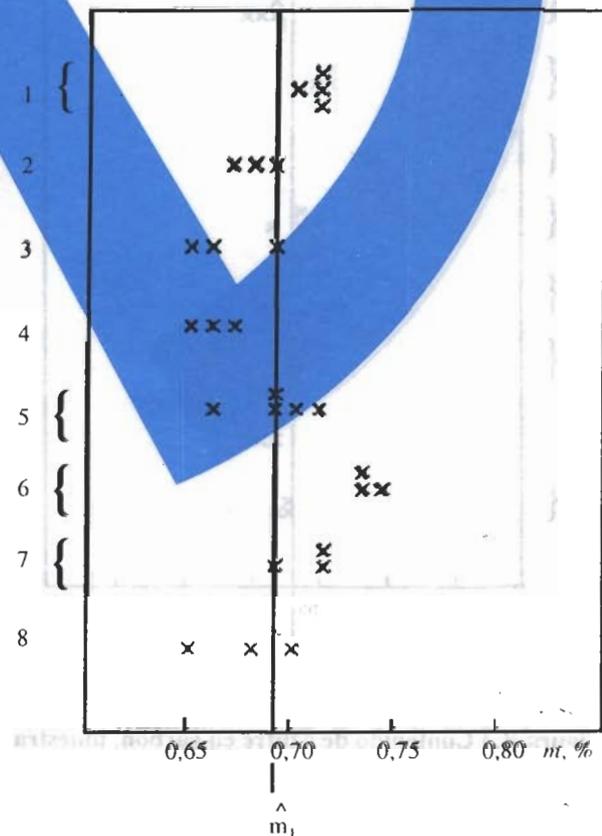


Figura B.1 Contenido de azufre en carbón, muestra 1

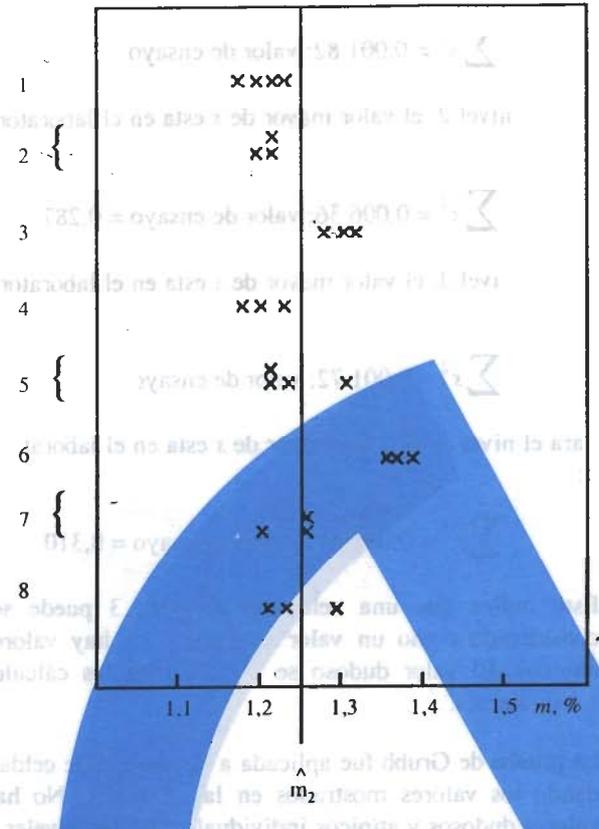


Figura B.2 Contenido de azufre en carbón, muestra 2

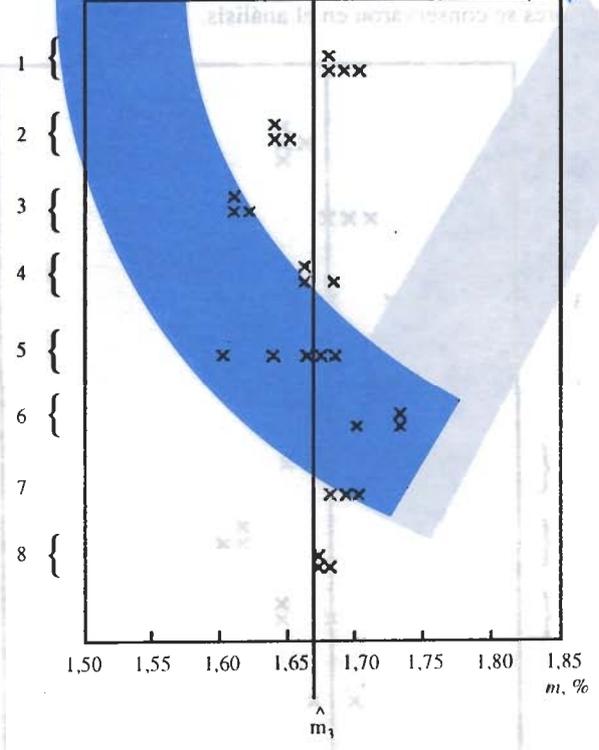


Figura B.3 Contenido de azufre en carbón, muestra 3

los valores de cada una de las medidas de laboratorio en el laboratorio B. El valor de t está en el laboratorio B de la forma $t = \frac{\bar{x} - \mu_0}{s/\sqrt{n}}$

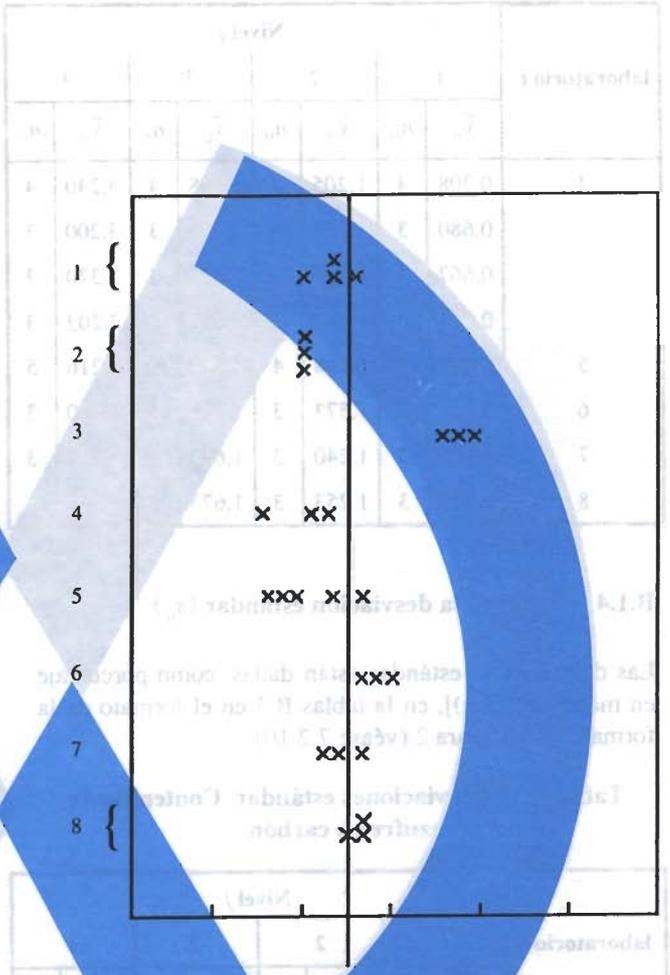


Figura B.4 Contenido de azufre en carbón, muestra 4

Nivel	Medidas (m, %)
1	1.25, 1.25, 1.25, 1.25
2	1.25, 1.25, 1.25, 1.25
3	1.25, 1.25, 1.25, 1.25
4	1.25, 1.25, 1.25, 1.25
5	1.25, 1.25, 1.25, 1.25
6	1.25, 1.25, 1.25, 1.25
7	1.25, 1.25, 1.25, 1.25
8	1.25, 1.25, 1.25, 1.25

la versión para computadora de datos similares
 de la función con $n = 4$ para los laboratorios
 valor crítico de t para $\alpha = 0.05$ para

Tabla B.4.- Aplicación de la prueba de Grubb a las medias de celda

Nivel	Simple bajo	Simple bajo	doble bajo	doble alto	Tipo de prueba
1	1,24	1,80	0,539	0,298	Prueba estadística de Grubb
2	0,91	2,09	0,699	0,108	
3	1,67	1,58	0,378	0,459	
4	0,97	2,09	0,679	0,132	
Dudosos	2,126	2,126	0,110 1	0,110 1	valores críticos de Grubb
Atípicos	2,274	2,274	0,005 6	0,056 3	

B.1.6 Cálculo de \hat{m}_j , s_{rj} y s_{Rj}

Las varianzas definidas en 7.4.4 y 7.4.5 son calculadas como se ve a continuación, usando el nivel 1 como ejemplo.

Número de laboratorios, $p = 8$

$$T_1 = \sum n_i \bar{y}_i = 18,642$$

$$T_2 = \sum n_i (\bar{y}_i)^2 = 12,642 7$$

$$T_3 = \sum n_i = 27$$

$$T_4 = \sum n_i^2 = 95$$

$$T_5 = \sum (n_i - 1) s_i^2 = 0,004 411$$

$$s_r^2 = \frac{T_5}{T_3 - p} = 0,000 232 2$$

$$s_L^2 = \left[\frac{T_2 T_3 - T_1^2}{T_3(p-1)} - s_r^2 \right] \left[\frac{T_3(p-1)}{T_3^2 - T_4} \right] =$$

$$= 0,000 460 3$$

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 = 0,000 692 5$$

$$\hat{m} = \frac{T_1}{T_3} = 0,690 44$$

$$s_r = 0,015 24$$

$$s_R = 0,026 32$$

Los cálculos para los niveles 2, 3 y 4 pueden hacerse de manera similar para dar la tabla B.5.

B.1.7 Los cálculos de los datos en la tabla B.5 no indican ninguna dependencia y los promedios de los valores pueden ser utilizados.

B.1.8 Conclusiones

La precisión del método de medición debe ser reportada, como un porcentaje en masa, como

desviación estándar de repetibilidad, $s_r = 0,022$

desviación estándar de reproducibilidad, $s_R = 0,045$

Tabla B.5.- Valores calculados de \hat{m}_{ij} , s_{rj} y s_{Rj} para contenido de azufre en carbón

Nivel j	p_j	\hat{m}_j	s_{rj}	s_{Rj}
1	8	0,690	0,015	0,026
2	8	1,252	0,029	0,061
3	8	1,667	0,017	0,035
4	8	3,250	0,026	0,058

Estos valores pueden ser aplicados dentro de un rango de 0,69 % (m/m) a 3,25 % (m/m). Ellos fueron determinados en un experimento de nivel uniforme en 8 laboratorios cubriendo el rango de valores, en el cual fueron detectados y conservados cuatro valores dudosos.

B.2 Ejemplo 2: el punto de ablandamiento del alquitrán (varios niveles con datos faltantes)

B.2.1 Antecedentes

a) Método de medición

La determinación del punto de ablandamiento del alquitrán por anillo y bola.

b) Fuente

Método estándar para ensayar el alquitrán y sus productos. Sección Resina; Método N° de serie PT3 usando glicerina neutra (referencia [5] en anexo C).

c) Material

Este fue seleccionado de lotes comerciales de un alquitrán recolectado y preparado como se especifica en el capítulo "muestra" de la sección de la resinas en la referencia [5].

d) Descripción

Esta fue una determinación de una característica que tienen que ver con la medición de temperaturas en grados centígrados. Participaron 16 laboratorios. La intención era la de medir 4 especímenes alrededor de 87,5 °C, 92,5 °C, 97,5 °C y 102,5 °C para cubrir el rango comercial normal de los productos, pero un producto erróneo fue escogido para el nivel 2 con una temperatura media de alrededor de 96 °C, la cual era similar al del nivel 3. Inicialmente el laboratorio 5 aplicó el método incorrectamente en la muestra para el nivel 2 (la primera que ellos midieron) y no quedó

suficiente muestra para más de una determinación. El laboratorio 8 notó que no tuvieron una muestra para el nivel 1 (ellos tenían dos especímenes para el nivel 4).

e) Representaciones gráficas

Los estadísticos h y k de Mandel deben ser graficados, pero nuevamente en este ejemplo se han omitido para dar otro tipo de representación gráfica de los datos. Los gráficos de Mandel están completamente ilustrados y discutidos en el ejemplo dado en B.3.

B.2.2 Datos originales

Estos son presentados en la tabla B.6, en grados centígrados, en el formato de la forma A de la figura 2 (véase 7.2.8).

Tabla B.6.- Datos originales: Punto de ablandamiento del alquitrán (°C)

Laboratorio i	Nivel j			
	1	2	3	4
1	91,0 89,6	97,0 97,2	96,5 97,0	104,0 104,0
2	89,7 89,8	98,5 97,2	97,2 97,0	102,6 103,6
3	88,0 87,5	97,8 94,5	94,2 95,8	103,0 99,5
4	89,2 88,5	96,8 97,5	96,0 98,0	102,5 103,5
5	89,0 90,0	97,2 --	98,2 98,5	101,0 100,2
6	88,5 90,5	97,8 97,2	99,5 103,2	102,2 102,0
7	88,9 88,2	96,6 97,5	98,2 99,0	102,8 102,2
8	-- --	96,0 97,5	98,4 97,4	102,6 103,9
9	90,1 88,4	95,5 96,8	98,2 96,7	102,8 102,0
10	86,0 85,8	95,2 95,0	94,8 93,0	99,8 100,8
11	87,6 84,4	93,2 93,4	93,6 93,9	98,2 97,8
12	88,2 87,4	95,8 95,4	95,8 95,4	101,7 101,2
13	91,0 90,4	98,2 99,5	98,0 97,0	104,5 105,6
14	87,5 87,8	97,0 95,5	97,1 96,6	105,2 101,8
15	87,5 87,6	95,0 95,2	97,8 99,2	101,5 100,9
16	88,8 85,0	95,0 93,2	97,2 97,8	99,5 99,8

NOTA No hay valores dudosos o atípicos obvios.

B.2.3 Medias de celdas

Estas están dadas en la tabla B.7, en grados centígrados, en el formato de la forma B de la figura 2 (véase 7.2.9).

Una representación gráfica de estos datos esta dada en la figura B.5.

B.2.4 Diferencia absoluta dentro de las celdas

En este ejemplo hay dos resultados por celda y la diferencia absoluta puede ser utilizada para representar la variabilidad. La diferencia absoluta interceldas en grados centígrados esta dada en al tabla B.8, en el formato de la forma C de la figura 2 (véase 7.2.10).

Una representación gráfica de estos datos está dado en la figura B.6.

Tabla B.7.- Medias de celdas: Punto de ablandamiento del alquitrán (°C)

Laboratorio i	Nivel j			
	1	2	3	4
1	90,30	97,10	96,75	104,00
2	89,75	97,85	97,10	103,10
3	87,75	96,15	95,00	101,25
4	88,85	97,15	97,00	103,00
5	89,50	--	98,35	100,60
6	89,50	97,50	101,35	102,10
7	88,55	97,05	98,60	102,50
8	--	96,75	97,90	103,25
9	89,25	96,15	97,45	102,40
10	85,90	95,10	93,90	100,30
11	86,00	93,30	93,75	98,00
12	87,80	95,60	95,60	101,45
13	90,70	98,85	97,50	105,05
14	87,65	96,25	96,85	103,50
15	87,55	95,10	98,50	101,20
16	86,90	94,10	97,50	99,65

NOTA El valor para $i = 5, j = 2$ ha sido eliminado (véase 7.4.3)

B.2.5 Revisión para consistencia y datos atípicos

La aplicación de la prueba de Cochran conduce a los valores del estadístico C dado en la tabla B.9.

Los valores críticos (véase 8.1) a un nivel de significancia al 5 % son de 0,471 para $p = 15$ y 0,452 para $p = 16$ donde $n = 2$. No se encuentran los valores dudosos.

La prueba de Grubb fue aplicada a las medias de celdas. No se encontraron valores dudosos o atípicos ni sencillos o dobles.

B.2.6 Cálculo de \hat{m}_j , s_{rj} y s_{Rj}

Estas son calculadas como se muestra en 7.4.4 y 7.4.5.

Tabla B.8.- Diferencias absolutas intraceldas: Punto de ablandamiento del alquitrán (°C)

Laboratorio <i>i</i>	Nivel <i>j</i>			
	1	2	3	4
1	1,4	0,2	0,5	0,0
2	0,1	1,3	0,2	1,0
3	0,5	3,3	1,6	3,5
4	0,7	0,7	2,0	1,0
5	1,0	--	0,3	0,8
6	2,0	0,6	3,7	0,2
7	0,7	0,9	0,8	0,6
8	--	1,5	1,0	1,3
9	1,7	1,3	1,5	0,8
10	0,2	0,2	1,8	1,0
11	3,2	0,2	0,3	0,4
12	0,8	0,4	0,4	0,5
13	0,6	1,3	1,0	1,1
14	0,3	1,5	0,5	3,4
15	0,1	0,2	1,4	0,6
16	3,8	1,8	0,6	0,3

Usando el nivel 1 de ejemplo, estos son calculados como sigue. Para facilitar la aritmética, 80,00 ha sido restado de los datos. Es utilizado el método para $n = 2$ réplicas por celda.

El número de laboratorios, $p = 15$

Número de réplicas, $n = 2$

$$T_1 = \sum \bar{y}_i = 125,9500$$

$$T_2 = \sum (\bar{y}_i)^2 = 1087,9775$$

$$T_3 = \sum (y_{i1} - y_{i2})^2 = 36,9100$$

$$s_r^2 = \frac{T_3}{2p} = 1,2303$$

$$s_L^2 = \left[\frac{pT_2 - T_1^2}{p(p-1)} \right] - \frac{s_r^2}{2} = 1,5575$$

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 = 2,7878$$

$$\hat{m} = \frac{T_1}{p} (\text{agregar } 80,00) = 88,3966$$

$$s_r = 1,1092$$

$$s_R = 1,6697$$

Los valores para todos los cuatros niveles están dados en la tabla B.11.

Tabla B.9.- Valores del estadístico *C* de la prueba de Cochran

Nivel <i>j</i>	1	2	3	4
<i>C</i>	0,391 (15)	0,424 (15)	0,434 (16)	0,380 (16)

NOTA: el número de laboratorios está dado en paréntesis.

Tabla B.10.- Aplicaciones de la prueba de Grubb para las medias de celdas

Nivel; <i>n</i>	Simple bajo	Simple bajo	doble bajo	doble alto	Tipo de prueba
1; 15	1,69	1,56	0,546	0,662	Prueba estadística de Grubb
2; 15	2,04	1,77	0,478	0,646	
3; 16	1,76	2,27	0,548	0,566	
4; 16	2,22	1,74	0,500	0,672	
Dudosos					valores críticos de Grubb
<i>n</i> = 15	2,549	2,549	0,3367	0,3367	
<i>n</i> = 16	2,585	2,585	0,3603	0,3603	
Atípicos					
<i>n</i> = 15	2,806	2,806	0,2530	0,2530	
<i>n</i> = 16	2,852	2,852	0,2767	0,2767	

Tabla B.11.- Cálculo de valores de \hat{m}_j , s_{rj} y s_{Rj} para el punto de ablandamiento del alquitrán

Nivel <i>j</i>	<i>p_j</i>	\hat{m}_j (°C)	s_{rj}	s_{Rj}
1	15	88,40	1,109	1,670
2	15	96,27	0,925	1,597
3	16	97,07	0,993	2,010
4	16	101,96	1,004	1,915

B.2.7 Dependencia de la precisión respecto a *m*

Un rápido examen de la tabla B.11 no nos revela ninguna dependencia marcada, excepto quizás en la reproducibilidad. Los cambios sobre el rango de los valores de *m*, si hay alguno, son muy pequeños para ser considerados significativos. Además, en vista del pequeño rango de los valores de *m* y la naturaleza de la medición, difícilmente se esperarí una dependencia respecto a *m*. Parece seguro concluir que la precisión no depende de *m* en este rango, que según se dijo incluye el rango normal para el material comercial, por lo que las medias pueden ser tomadas como valores finales de las desviaciones estándar de repetibilidad y reproducibilidad.

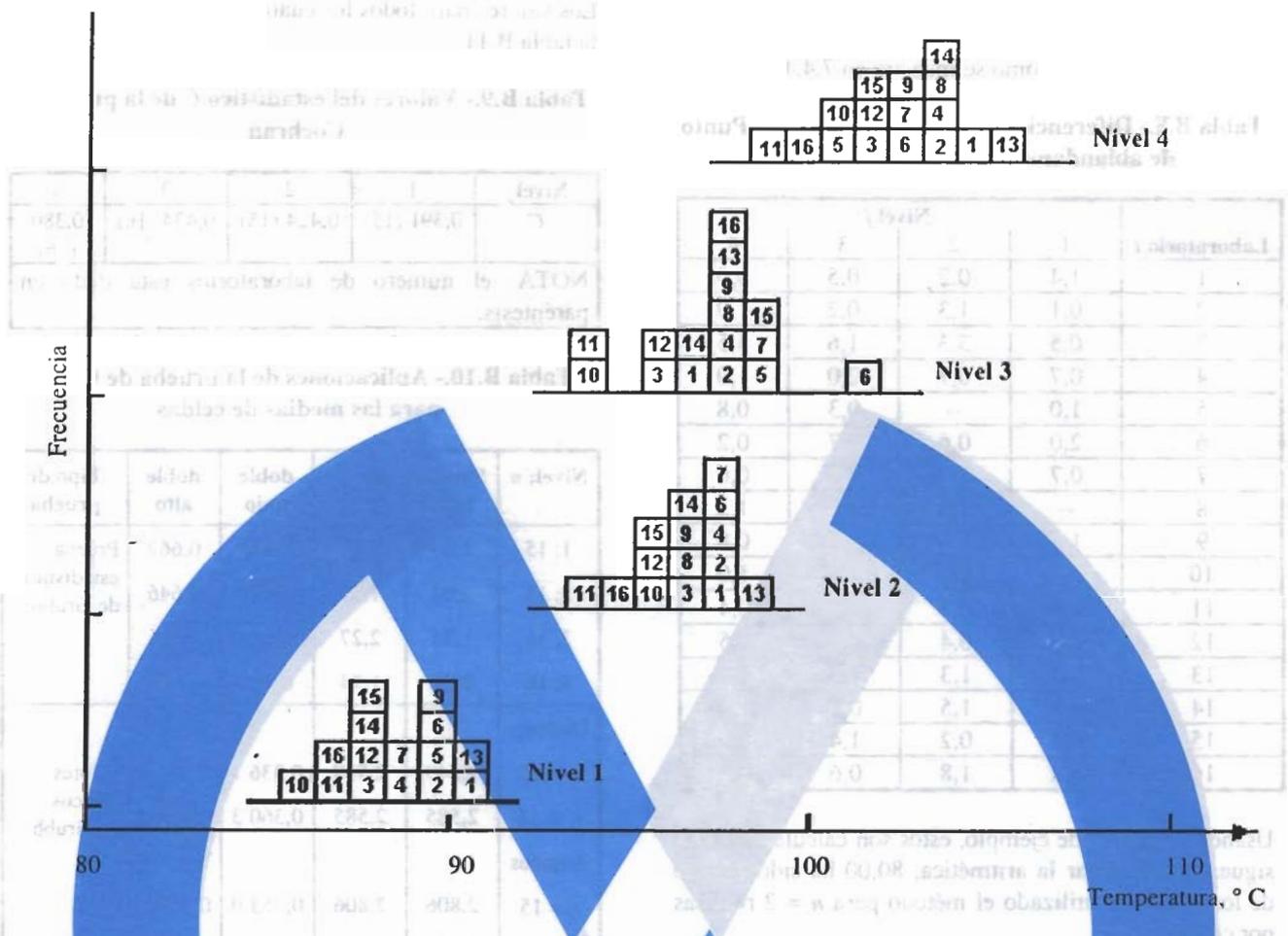


Figura B.5.- Punto de ablandamiento del alquitrán: Medias de celdas

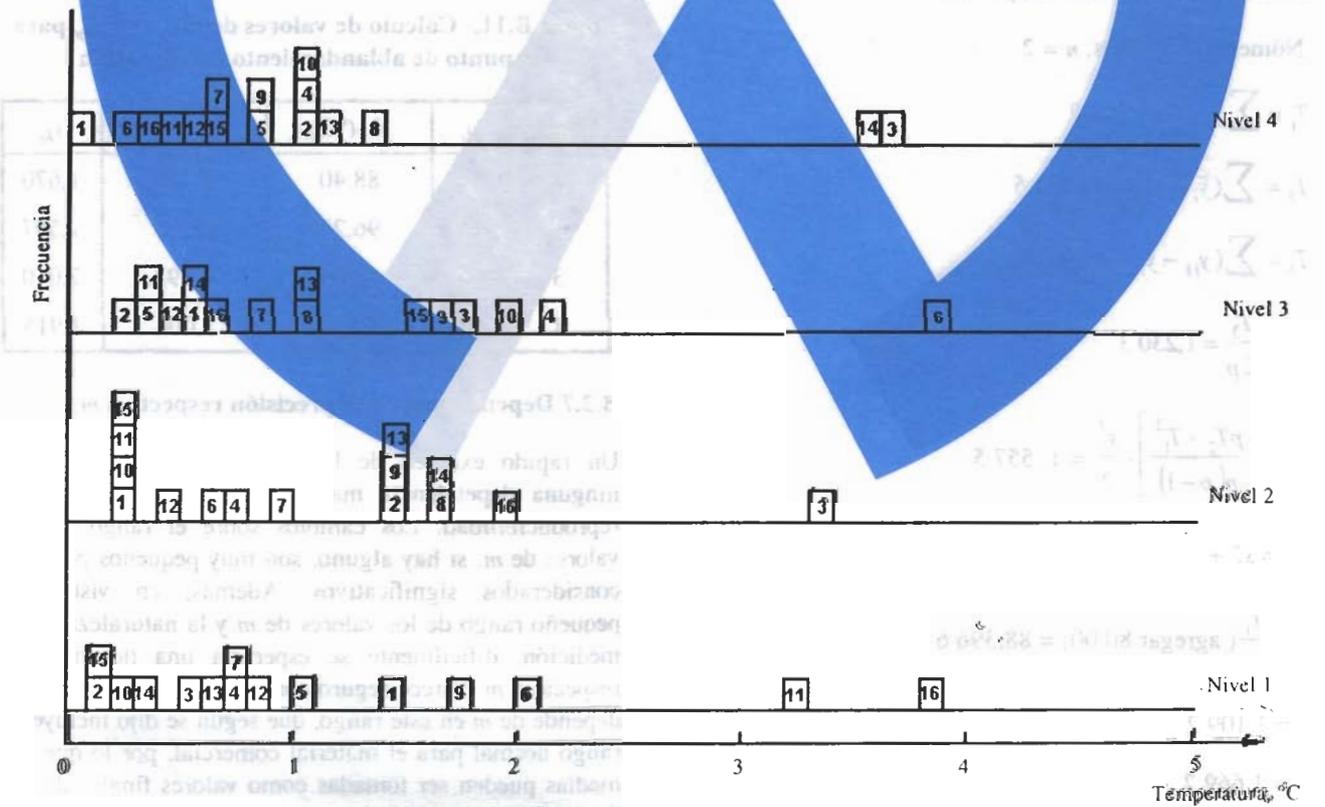


Figura B.6.- Punto de ablandamiento del alquitrán: Diferencia absoluta intraceldas

B.2.8 Conclusiones

Para aplicaciones prácticas los valores de precisión para el método de medición pueden ser considerados como independiente del nivel de material, y son

desviación estándar de repetibilidad, $s_r = 1,0\text{ }^\circ\text{C}$

desviación estándar de reproducibilidad, $s_R = 1,8\text{ }^\circ\text{C}$

B.3 ejemplo 3: titulación termométrica del aceite de creosota (varios niveles con datos atípicos)

B.3.1 Antecedentes

a) Fuente

Método estándar para ensayar el alquitrán y sus productos; Sección Aceite de Creosota; método N° de serial Co. 18 (referencia [5] en el anexo C).

b) Material

Este fue seleccionado de lotes comerciales de aceite de creosota recolectado y preparado como se especifica en el capítulo "Muestras" de la sección aceite de creosota de la referencia [5].

c) Descripción

Este fue un método de medición estándar para el análisis químico utilizando una titulación termométrica con resultados expresados como porcentaje en masa. Participaron 9 laboratorios midiendo 5 muestras por duplicados; las muestras medidas fueron seleccionadas para cubrir el rango normal esperado en una aplicación comercial normal. Estas fueron escogidas para que se ubicaran en niveles aproximados de 4, 8, 12, 16 y 20 [%(*m/m*)]. La práctica usual sería registrar los resultados de los ensayos con un solo decimal, pero para este experimento los analistas fueron instruidos para usar dos decimales.

B.3.2 Datos originales

Éstos son presentados en la tabla B.12, como porcentaje en masa, en el formato de la forma A de la figura 2 (véase 7.2.8).

Los resultados del ensayo para el laboratorio 1 fueron siempre más altos, y en algunos niveles considerablemente más altos, que de los otros laboratorios.

El segundo resultado para el laboratorio 6 en el nivel 5 es sospechoso; el valor registrado se ajustaría mejor al nivel 4.

Estos puntos son discutidos en B.3.5.

B.3.3 Medias de celdas

Estas son dadas en la tabla B.13 como porcentaje en masa, en el formato de la forma B de la figura 2 (véase 7.2.9).

B.3.4 Diferencias absolutas intraceldas

Estas son dadas en la Tabla B.14 como porcentaje en masa, en el formato de la forma C de la figura 2 (véase 7.2.10).

B.3.5 Revisión para consistencia y valores atípicos

Los estadísticos de consistencia h y k de Mandel se muestran en las figuras B.7 y B.8. Se muestran las líneas horizontales correspondientes a los valores de los indicadores de Mandel tomados de 8.3.

El gráfico de los h (figura B.7) muestra claramente que el laboratorio 1 obtuvo resultados más altos que todos los demás laboratorios a todos los niveles. Dichos resultados requieren la atención del comité dirigiendo el estudio interlaboratorio. Si estos resultados no se pueden explicar, los miembros del comité deberían usar su criterio basado en consideraciones que podrían ser de índole no estadístico al decidir si incluir o no incluir este laboratorio en el cálculo de los valores de precisión.

El gráfico de los k (figura B.8) muestra una alta variabilidad entre los resultados de las réplicas de los laboratorios 6 y 7. Sin embargo, estos resultados no parecieran ser tan severas como para requerir una acción especial, que no sea una posible explicación y, si necesario, tomar acción correctiva para estos resultados.

Aplicando la prueba de Cochran arroja el siguiente resultado:

Al nivel 4, la diferencia absoluta de 1,10 (véase tabla B.14) da un valor estadístico de prueba de $1,10^2/1,8149 = 0,667$.

Al nivel 5, la diferencia absoluta de 1,98 da un valor estadístico de prueba de $1,98^2/6,1663 = 0,636$.

Para $p = 9$ (laboratorios), los valores críticos para la prueba de Cochran son 0,638 para 5 % y 0,754 para 1 %.

El valor de 1,10 al nivel 4 es obviamente un valor dudoso, y el valor de 1,98 al nivel 5 es tan cercano al de 5 % como para ser un posible valor dudoso. Como estos dos valores difieren tanto de todos los demás valores, y como su presencia ha aumentado el divisor en la estadística de la prueba de Cochran, ambos valores han sido considerados como dudosos y marcados con un asterisco. Sin embargo, hasta los momentos no existen suficientes evidencias como para rechazar estos valores, aún cuando el gráfico de los k de Mandel (figura B.8) también hace sospechar de estos valores.

Aplicando la prueba de Grubb a las medias de las celdas dan los resultados mostrados en la tabla B.15.

Tabla B.12.- Datos originales: Titulación termométrica de aceite de creosota

Laboratorio <i>i</i>	Nivel <i>j</i>									
	1		2		3		4		5	
1	4,44	4,39	9,34	9,34	17,40	16,90	19,23	19,23	24,28	24,00
2	4,03	4,23	8,42	8,33	14,42	14,50	16,06	16,22	20,40	19,91
3	3,70	3,70	7,60	7,40	13,60	13,60	14,50	15,10	19,30	19,70
4	4,10	4,10	8,93	8,80	14,60	14,20	15,60	15,50	20,30	20,30
5	3,97	4,04	7,89	8,12	13,73	13,92	15,54	15,78	20,53	20,88
6	3,75	4,03	8,76	9,24	13,90	14,06	16,42	16,58	18,56	16,58
7	3,70	3,80	8,00	8,30	14,10	14,20	14,90	16,00	19,70	20,50
8	3,91	3,90	8,04	8,07	14,84	14,84	15,41	15,22	21,10	20,78
9	4,02	4,07	8,44	8,17	14,24	14,10	15,14	15,44	20,71	21,66

Tabla B.13.- Medias de celdas: Titulación termométrica de aceite de creosota

Laboratorio <i>i</i>	Nivel <i>j</i>				
	1	2	3	4	5
1	4,415	9,340	17,150**	19,230**	24,140*
2	4,130	8,375	14,460	16,140	20,155
3	3,700	7,500	13,600	14,800	19,500
4	4,100	8,865	14,400	15,550	20,300
5	4,005	8,005	13,825	15,660	20,705
6	3,890	9,000	13,980	16,500	17,570

* Considerado valor dudoso.
 ** Considerado valor atípico,

Tabla B.14.- Rangos de celdas: Titulación termométrica de aceite de creosota

Laboratorio <i>i</i>	Nivel <i>j</i>				
	2	3	4	5	
1	0,05	0,00	0,50	0,00	0,28
2	0,20	0,09	0,08	0,16	0,49
3	0,00	0,20	0,00	0,60	0,40
4	0,00	0,13	0,40	0,10	0,00
5	0,07	0,23	0,19	0,24	0,35
6	0,28	0,48	0,16	0,16	1,98*
7	0,10	0,30	0,10	1,10*	0,80
8	0,01	0,03	0,00	0,19	0,32
9	0,05	0,27	0,14	0,30	0,95

* Considerado valor dudoso.

Para los niveles 3 y 4 no se aplicó la prueba doble de Grubb porque la prueba simple de Grubb ya indica la presencia de un valor atípico (véase 7.3.4).

Las medias de las celdas para el laboratorio 1 a los niveles 3 y 4 son atípicas. La media de la celda para este laboratorio al nivel 5 es también alto. Esto se indica claramente en el gráfico de los h de Mandel (figura B.7).

Una averiguación posterior mostró que al menos una de las muestras del laboratorio 6 al nivel 5 podría haber sido tomado por error del nivel 4. Como la diferencia absoluta de esta celda también fue sospechosa, se decidió que este par de resultados posiblemente han de ser rechazados. Sin este par de valores, el resultado del laboratorio 1 al nivel 5 ahora es definitivamente sospechoso.

A raíz de estos resultados, se decidió descartar el par de resultados del laboratorio 6 al nivel 5 por la incerteza de cual habría sido el material analizado, como también se decidió descartar los resultados del laboratorio 1 por tratarse de un laboratorio atípico.

Después de eliminados estos resultados, el estadístico de la prueba de Cochran al nivel 4 fue comparado con el valor crítico para 8 laboratorios (0,680 al 5 %) y éste ya no parecía dudoso y fue conservado.

B.3.6 Cálculo de m_j , s_{rj} y s_{Rj}

Los valores de m_j , s_{rj} y s_{Rj} calculados sin los resultados del laboratorio 1 y sin el par de resultados del laboratorio 6 al nivel 5, son dados en la tabla B.16 como porcentaje en masa, calculado como en 7.4.4 y 7.4.5.

B.3.7 Dependencia de la precisión respecto a m

De la tabla B.16, pareciera que las desviaciones estándar tienden a aumentar al aumentar m , por lo que probablemente sea permisible establecer alguna relación funcional. Esta opinión fue respaldado por un químico conocedor del método de medición, quien opinaba que la precisión probablemente dependía del nivel.

Los cálculos para ajustar una relación funcional no son dados aquí debido a que ya fueron expuestos en detalle

para s_r en 7.5.9 Los valores de s_{rj} y s_{Rj} son graficados contra \bar{m}_j en la figura B.9.

De la figura B.9 es evidente que el valor para el nivel 3 (véase tabla B.16) difiere significativamente y no puede ser mejorado por cualquier procedimiento alternativo (véase 7.5.2).

Una línea recta pasando por el origen parece adecuado para la repetibilidad. Las tres líneas propuestas parecieran adecuarse a los datos para la reproducibilidad, siendo que la relación III es la que presenta el mejor ajuste.

B.3.8 Valores finales de la precisión

Los valores finales, debidamente redondeados, deberían ser:

desviación estándar de repetibilidad, $s_r = 0,019 m$

desviación estándar de reproducibilidad, $s_R = 0,086 + 0,030 m$ ó

$s_R = 0,078 m^{0,72}$

B.3.9 Conclusiones

No hay ninguna razón estadística para preferir uno u otro de las dos ecuaciones para s_R en B.3.8. La comisión debería decidir cuál de las dos se usará.

La razón para los resultados atípicos del laboratorio 1 deberían ser investigados.

Este pareciera haber sido un experimento de precisión poco satisfactorio. Uno de los 9 laboratorios tuvo que ser descartado por atípico, y otro laboratorio analizó la muestra equivocada. El material para el nivel 3 pareciera haber sido seleccionado equivocadamente, teniendo un valor casi igual al del nivel 4, en vez de quedar intermedio entre los niveles 2 y 4. Es más, el material del nivel 3 pareciera de una naturaleza distinta, siendo aparentemente más homogéneo que el otro material. Valdría la pena repetir este experimento, tomando mayor cuidado en la selección de los materiales para los diferentes niveles.

Table B.16 Values calculated for m_j , s_{rj} , and s_{Rj} for the 8 laboratories (laboratory 1 and the pair of results for laboratory 6 at level 5 were discarded).

Level	m_j	s_{rj}	s_{Rj}
1	10,41	0,202	0,202
2	12,24	0,170	0,170
3	14,18	0,150	0,150
4	16,12	0,130	0,130
5	18,05	0,110	0,110

Tabla B.15- Aplicación de la prueba de Grubb a las medias de las celdas

Nivel; n	Simple bajo	Simple bajo	doble bajo	doble alto	Tipo de prueba
1	1,36	1,95	0,502	0,356	Prueba estadística de Grubb
2	1,57	1,64	0,540	0,395	
3	0,86	2,50	--	--	
4	0,91	2,47	--	--	
5	1,70	2,10	0,501	0,318	
Dudosos	2,215	2,215	0,149 2	0,149 2	valores críticos de Grubb
Atípicos	2,387	2,387	0,085 1	0,085 1	

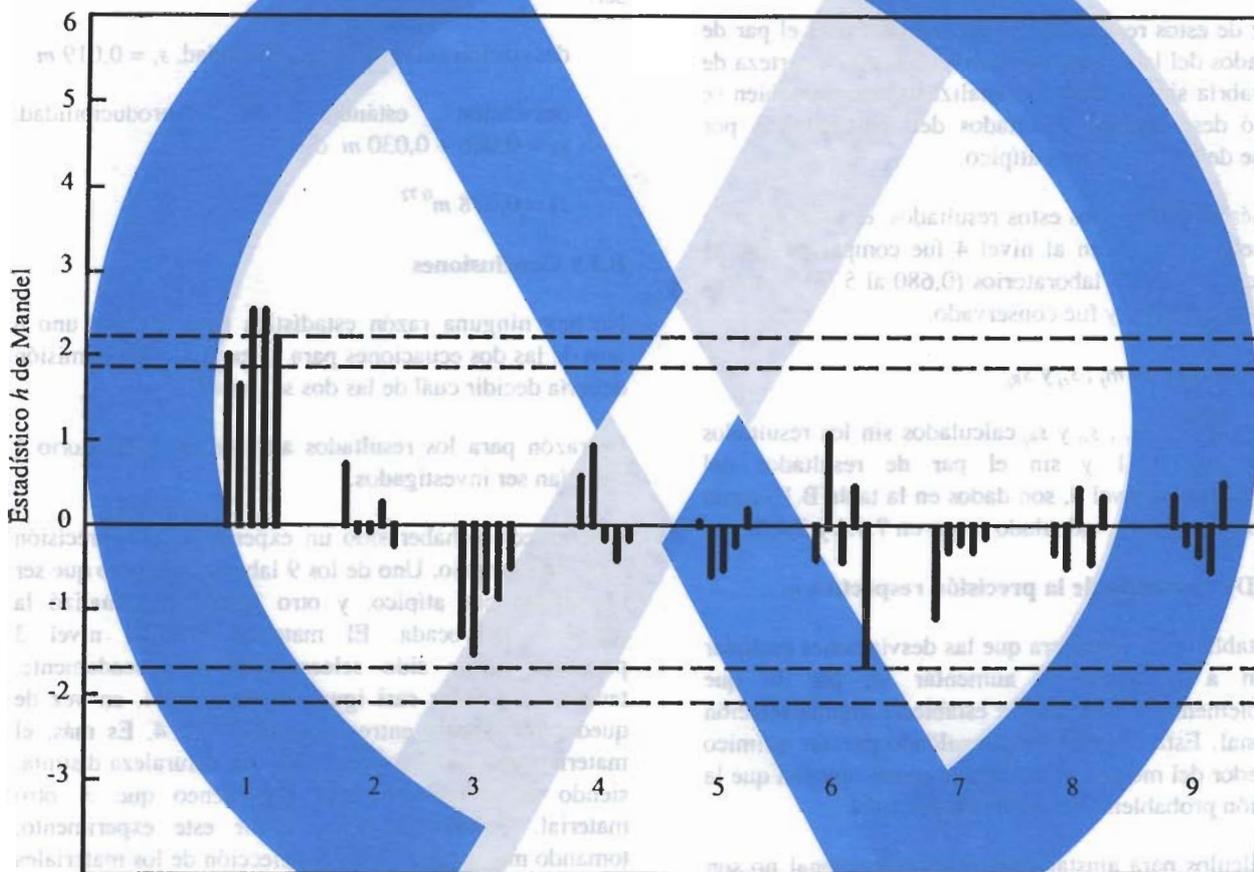


Figura B.7- Titulación de aceite de creosota: el estadístico h de Mandel para consistencia entre laboratorios, agrupados por laboratorio

Tabla B.16- Valores calculados de m_j , s_{rj} y s_{Rj} para la titulación termométrica de aceite de creosota

Nivel j	p_j	\hat{m}_j	s_{rj}	s_{Rj}
1	8	3,94	0,092	0,171
2	8	8,28	0,179	0,498
3	8	14,18	0,127	0,400
4	8	15,59	0,337	0,579
5	7	20,41	0,393	0,637

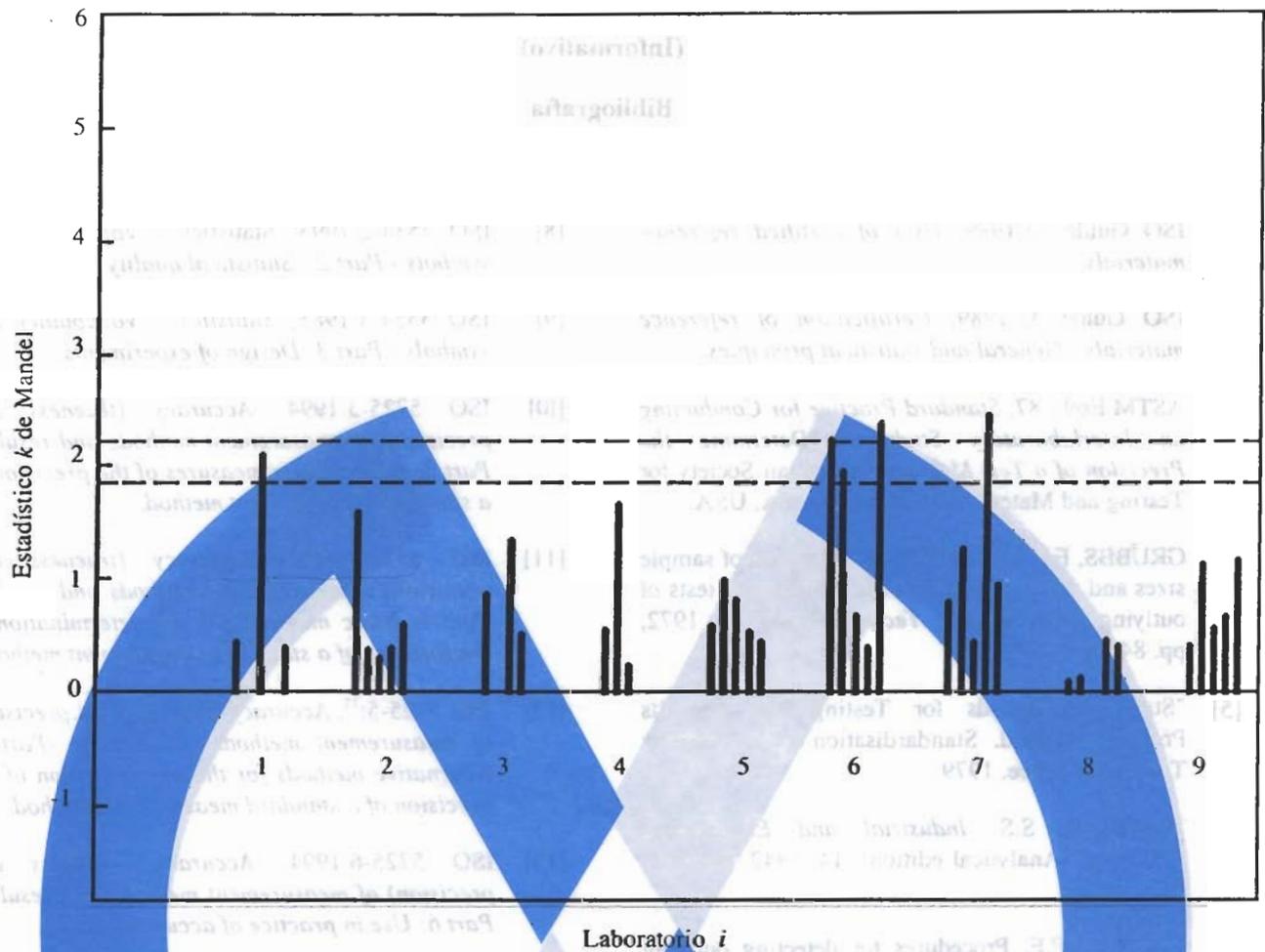


Figura B.8.- Titulación de aceite de creosota: el estadístico k de Mandel para consistencia intralaboratorios, agrupados por laboratorios

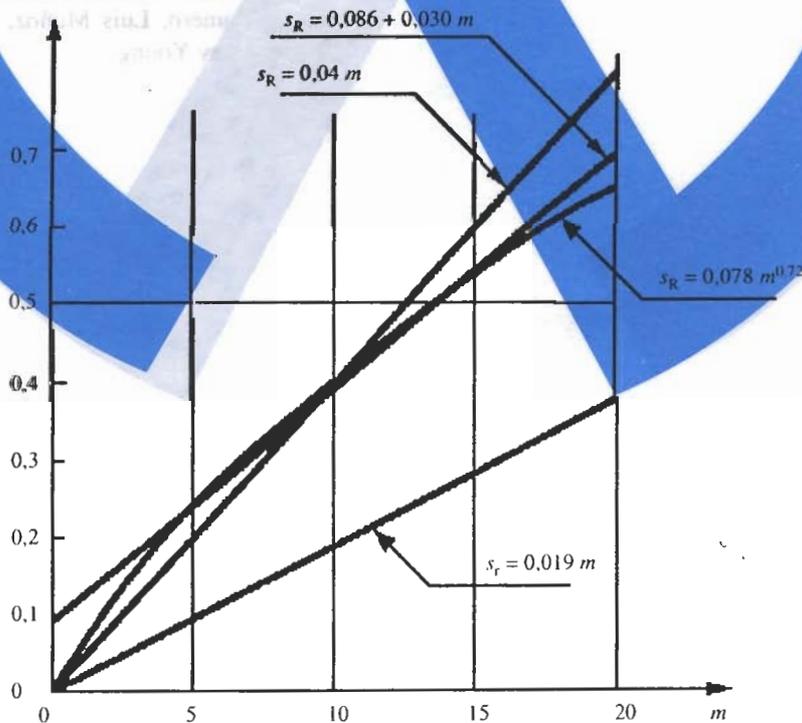


Figura B.9.- Gráfico de s_{rj} y s_{Rj} contra m_r para los datos de la tabla B.16, mostrando las relaciones funcionales ajustados en 7.5

Anexo C
(Informativo)

Bibliografía

- [1] ISO Guide 33:1989, *Uses of certified reference materials*.
- [2] ISO Guide 35:1989, *Certification of reference materials - General and statistical principles*.
- [3] ASTM E691-87, *Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method*. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, USA.
- [4] GRUBBS, F.E. and BECK, G. Extension of sample sizes and percentage points for significance tests of outlying observations. *Technometrics*, 14, 1972, pp. 847-854.
- [5] "Standard Methods for Testing Tar and its Products". 7th Ed. Standardisation of Tar Products Tests Committee, 1979.
- [6] TOMKINS, S.S. *Industrial and Engineering Chemistry* (Analytical edition), 14, 1942, pp. 141-145.
- [7] GRUBBS, F.E. Procedures for detecting outlying observations in samples. *Technometrics*, 11, 1969, pp. 1-21.
- [8] ISO 3534-2:1993, *Statistics - Vocabulary and symbols - Part 2: Statistical quality control*.
- [9] ISO 3534-3:1985, *Statistics - Vocabulary and symbols - Part 3: Design of experiments*.
- [10] 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*.
- [11] 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*.
- [12] 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*.
- [13] ISO 5725-6:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 6: Use in practice of accuracy values*.

Participaron en la traducción de esta norma: Alexis Ortíz, Cristóbal Mendoza, Jhonny Pérez, José G. Yépez Lilia de Romero, Luis Muñoz, Omar Ortíz, Raimundo Hidalgo y Ray Young.

¹⁾ A ser publicada.

COVENIN
2972-2:1997
(ISO 5725-2:1994)

CATEGORÍA
E

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: 980-06-1921-6

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptor: Medición, ensayos, resultados de ensayo, exactitud, reproducibilidad, análisis estadístico.