

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

NORMA CUBANA

NC

NC-ISO 5725-1: 2005
(Publicada por la ISO, 1994)

**EXACTITUD (VERACIDAD Y PRECISIÓN) DE MÉTODOS
DE MEDICION Y RESULTADOS—PARTE 1: PRINCIPIOS
GENERALES Y DEFINICIONES
(ISO 5725-1:1994, IDT)**

**Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results —
Part 1: General principles and definitions**

ICS: 03.120.30; 17.020

1. Edición Diciembre 2005
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

**Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La
Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico:
nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu**



Cuban National Bureau of Standards

NC-ISO 5725-1: 2005

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba que representa al país ante las Organizaciones Internacionales y Regionales de Normalización.

La preparación de las Normas Cubanas se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. La aprobación de las Normas Cubanas es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en evidencia de consenso.

Esta Norma Cubana:

- Es una adopción idéntica de la norma ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 1: General principles and definitions*, considerándose sólo los cambios editoriales que se relacionan a continuación. Para una mejor comprensión de los términos utilizados en esta norma: esperanza matemática (valor esperado) y desviación típica (desviación estándar)
- Ha sido elaborada, por el NC/CTN 12 de Aplicaciones de Métodos Estadísticos, en el que están representadas las siguientes Instituciones:
 - Dirección de Estadísticas del Ministerio de Comercio Exterior (MINCEX)
 - LACAL (MINCIN)
 - Unión de Confecciones(MINIL)
 - Empresa Importadora-exportadora Comercial ABRAXAS (MINIL)
 - ONE-Centro de Estudios de Población y Desarrollo del Ministerio de Economía y Planificación (MEP)
 - Ministerio de Finanzas y Precios
 - Centro de Tecnología y Calidad (CETEC-SIME)
 - ICID (SIME)
 - Centro de Inmunología Molecular (CIM-Consejo de Estado)
 - Instituto Finlay (Consejo de Estado)
 - Facultad de Ingeniería Industrial (CUJAE)
 - Centro de Neurociencias (CENIC-MES)
 - Departamento de NMCC del Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias (MINFAR)
 - LABIOFAM (MINAG)
 - CENSAMES (MINAG)
 - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimenticia (MINAL)
 - Cadena Isla Azul (MINTUR)
 - Dirección de Normalización del Ministerio de la Construcción (MICONS)
 - CTDMC (MICONS)
 - Departamento de Estadística Ministerio de Educación (MINED)
 - Instituto Nacional de Investigaciones de Normalización (ININ-ONN)
 - Oficinas Territoriales de Normalización de Ciudad de la Habana y Cienfuegos (ONN)
 - Oficina Nacional de Normalización (ONN-CITMA)
- Consta de los Anexos A y B, normativos y el Anexo C, informativo

© NC, 2005

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

Índice

0	Introducción.....	5
1.	Objeto	7
2.	Referencias normativas	7
3	Definiciones.....	8
4	Consecuencias prácticas de las definiciones para los experimentos de exactitud	12
4.1	Método de medición especificado	12
4.2	Experimento de exactitud	12
4.3	Muestras idénticas	13
4.4	Intervalos de tiempo cortos.....	13
4.5	Laboratorios participantes.....	14
4.6	Condiciones de observación.....	14
5	Modelo estadístico	15
5.1	Modelo básico	15
5.2	Relación entre el modelo básico y la precisión	17
5.3	Modelos alternativos	17
6	Consideraciones sobre el diseño del experimento para la estimación de la exactitud	17
6.1	Planificación de un experimento de exactitud	17
6.2	Método de medición normalizado.....	18
6.3	Selección de los laboratorios para el experimento de exactitud.....	18
6.4	Selección de materiales a utilizar en un experimento de exactitud	22

7 Utilización de los datos de exactitud 24

7.1 Publicación de los valores de veracidad y precisión..... 24

7.2 Aplicaciones prácticas de los valores de veracidad y precisión 25

ANEXO A Símbolos y abreviaturas usadas en NC-ISO 5725 27

ANEXO B Gráficos de incertidumbre en las medidas de precisión..... 31

ANEXO C Bibliografía 33

0 Introducción

0.1 La NC-ISO 5725 usa dos términos “veracidad” y “precisión” para describir la exactitud de un método de medición. La “veracidad” se refiere al grado de concordancia existente entre la media aritmética de un gran número de resultados de ensayo y el valor verdadero o el valor aceptado de referencia. La “precisión” se refiere al grado de concordancia existente entre los resultados de ensayo.

0.2 La necesidad de tener en cuenta la “precisión” deriva del hecho del que al realizar diferentes ensayos sobre materiales presumiblemente idénticos y en circunstancias presumiblemente idénticas, no se obtienen, en general, idénticos resultados. Esto se atribuye a los inevitables errores aleatorios inherentes a todo proceso de medición, por no poder controlar completamente aquellos factores que influyen sobre el proceso de medición. Por ejemplo, la diferencia entre el resultado de un ensayo y algún valor especificado puede quedar incluida dentro del margen de los inevitables errores aleatorios, en cuyo caso no se detectará una desviación real respecto a dicho valor especificado. De la misma forma, al comparar resultados de ensayos de dos lotes de material no se apreciará una diferencia cualitativa entre ellos si la diferencia existente puede atribuirse a la variación inherente al proceso de medición.

0.3 Existen diferentes factores (aparte de las variaciones entre especímenes supuestamente idénticos) que pueden contribuir a la variabilidad de los resultados de un método de medición, entre ellos pueden incluirse:

- a) los operadores;
- b) los equipos de medición utilizados;
- c) la calibración de los equipos de medición;
- d) el ambiente (temperatura, humedad, contaminación del aire, etc.);
- e) el intervalo de tiempo entre las mediciones.

La variabilidad existente entre mediciones realizadas por diferentes operadores y/o con diferentes equipos será, habitualmente, mayor que la variabilidad entre mediciones realizadas en un corto intervalo de tiempo por un único operador, utilizando el mismo equipo de medida.

0.4 El término general para designar la variabilidad existente entre mediciones repetidas es precisión. Dos tipos de precisión, denominadas repetibilidad y reproducibilidad, son necesarias y útiles para, en muchas aplicaciones prácticas, describir la variabilidad de un método de medición. Bajo condiciones de repetibilidad, los factores a) hasta e) de la lista anterior se mantienen constantes y no contribuyen a la variabilidad, mientras que bajo condiciones de reproducibilidad varían y contribuyen a la variabilidad de los resultados. De esa forma, repetibilidad y reproducibilidad son los dos extremos de la precisión; la primera caracterizando la menor y la segunda la máxima variabilidad de los resultados. Pueden considerarse también otras condiciones intermedias entre esas dos condiciones extremas, siempre que uno o más de los factores de a) hasta e) varíen, utilizándose en circunstancias específicas. La precisión se expresa, normalmente, en términos de desviaciones típicas.

0.5 La “veracidad” de un método de medición es de interés cuando es posible disponer de un valor verdadero de la propiedad bajo medición. En algunos métodos de medición, el valor verdadero no se conoce exactamente, pero es posible contar con un valor de referencia aceptado para la propiedad que se va a medir; por ejemplo, acudiendo a determinados materiales de referencia,

apropiados, estableciendo dicho valor por referencia a otro método de medición, o mediante preparación de una muestra conocida. La veracidad de un método de medición puede analizarse comparando el valor de referencia aceptado con el nivel de los resultados obtenidos por el método de medición. La veracidad se expresa normalmente en términos de sesgo. Dicho sesgo puede proceder, por ejemplo, en un análisis químico, del fallo del método de medición, a la hora de aislar un elemento determinado, o cuando la presencia de un elemento interfiere en la determinación de otro.

0.6 El término general exactitud se utiliza en la norma NC-ISO 5725 para referirse, conjuntamente, a la veracidad y a la precisión.

El término exactitud se utilizó en un tiempo para referirse únicamente a la componente ahora denominada veracidad., pero muchas personas eran de la opinión de que dicho término debía indicar el desplazamiento de un resultado respecto a su valor de referencia, debido tanto a los efectos aleatorios como a los sistemáticos.

El término sesgo se ha utilizado durante mucho tiempo en relación con las cuestiones estadísticas. Dado que tal utilización había dado origen a algunas objeciones de carácter filosófico en determinadas profesiones (en los campos de la medicina y la legislación), se ha decidido acentuar el aspecto positivo del término, incorporando el nuevo vocablo de veracidad.

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

1 Objeto

1.1 El propósito de la norma NC-ISO 5725 es el siguiente:

- a) establecer los principios generales para evaluar la exactitud (veracidad y precisión) de resultados y métodos de medición y sus aplicaciones, y establecer estimaciones prácticas de diferentes medidas mediante experimentación (NC-ISO 5725-1)
- b) proporcionar un método básico para la estimación de dos medidas límite de la precisión de los métodos de medición mediante experimentación (NC-ISO 5725-2)
- c) proporcionar un procedimiento de obtención de medidas intermedias de precisión, indicando las circunstancias en las que son aplicables y los métodos de estimación (NC-ISO 5725-3)
- d) proporcionar métodos básicos para la determinación de la veracidad de un método de medición (NC-ISO 5725-4)
- e) proporcionar algunas alternativas a los métodos básicos, dados en las normas NC-ISO 5725-2 e ISO 5725-4, para la determinación de la precisión y la veracidad de métodos de medición, bajo ciertas circunstancias (NC-ISO 5725-5)
- f) presentar algunas aplicaciones prácticas de estas medidas de la veracidad y la precisión (NC-ISO 5725-6).

1.2 Esta parte de la norma NC-ISO 5725 se refiere exclusivamente a los métodos de medición que proporcionan resultados simples dentro de una escala continuada de valores, aunque este valor simple pueda provenir de un cálculo realizado a partir de un grupo de observaciones.

Define valores que describen, en términos cuantitativos, la aptitud de un método de medición para proporcionar resultados correctos (veracidad) o repetibles (precisión). De ello se deduce que se está midiendo la misma cosa, en la misma forma, y en el proceso de medición bajo control.

Esta parte de la norma NC-ISO 5725 puede aplicarse a una gran variedad de materiales, incluyendo líquidos, polvos y objetos sólidos, manufacturados o naturales, teniendo siempre presente la posible heterogeneidad inherente a cada material.

2 Referencias normativas

Los siguientes documentos normativos contienen disposiciones que, a través de referencias en este texto, constituyen disposiciones de esta parte de NC-ISO 5725. Al momento de su publicación las ediciones indicadas eran válidas. Todas las normas se someten a revisión, y se recomienda a las partes que basen sus acuerdos en esta parte de NC-ISO 5725 que estudien la posibilidad de aplicar la edición más reciente de las normas indicadas a continuación. Los miembros de IEC e ISO mantienen registros de las Normas Internacionales vigentes.

NC-ISO 3534-1:1999, Estadística – Vocabulario y símbolos – Parte 1: Términos de probabilidades y estadística general.

NC-ISO 5725-2¹.; Exactitud (veracidad y precisión) de resultados y métodos de medición – Parte 2: Método básico para la determinación de la repetibilidad y reproducibilidad de un método de medición normalizado.

NC-ISO 5725-3¹.; Exactitud (veracidad y precisión) de resultados y métodos de medición – Parte 3: Medidas intermedias de la precisión de un método de medición normalizado

NC-ISO 5725-4¹.; Exactitud (veracidad y precisión) de resultados y métodos de medición – Parte 4: Métodos básicos para la determinación de la veracidad de un método de medición normalizado

3 Definiciones

Para los propósitos de la norma NC-ISO 5725, se aplican las siguientes definiciones:

Algunas definiciones están tomadas de la norma NC-ISO 3534-1.

Los símbolos usados en la norma NC-ISO 5725 figuran en el anexo A.

3.1 valor observado: Valor de una característica obtenido como resultado de una observación individual.

(NC-ISO 3534-1)

3.2 resultado del ensayo: Valor de una característica obtenido tras la realización de un método de ensayo específico.

NOTA 1 El método de ensayo debería especificar si se realiza una o más observaciones, y debería aportar como resultado el valor medio u otra función (mediana o desviación típica). Puede ser necesario especificar que se han aplicado correcciones normalizativas, tales como correcciones de volúmenes de gases a temperatura y presión normalizadas. El resultado del ensayo puede ser un resultado calculado tras la observación de varios valores. En el caso más simple, el resultado es el propio valor observado.

(NC-ISO 3534-1)

3.3 nivel del ensayo en un experimento de precisión: Media general de todos los resultados de ensayo, de todos los laboratorios para un material o muestra particular ensayada.

3.4 clase (celda) en un experimento de precisión: Resultados del ensayo, para un único nivel, obtenidos por uno de los laboratorios.

3.5 valor de referencia aceptado: Valor que sirve como referencia consensuada para la comparación, obtenida a partir de:

a) un valor teórico o establecido, basado en principios científicos;

b) un valor asignado o certificado, basado en trabajos experimentales de alguna organización nacional o internacional;

¹ En Elaboración

c) un valor certificado o consensado, basado en trabajos de colaboración experimental bajo los auspicios de algún grupo científico o técnico;

d) cuando no se trata de uno de los casos a), b) o c), esperanza de la magnitud (medible); por ejemplo, la media de una población especificada de medidas.

(NC-ISO 3534-1)

3.6 exactitud: Grado de concordancia existente entre el resultado del ensayo y un valor aceptado como referencia.

NOTA 2 El término exactitud, aplicado a un conjunto de resultados, implica una combinación de componentes aleatorias y una componente de error sistemático o sesgo.

(NC-ISO 3534-1)

3.7 veracidad: Grado de concordancia entre el valor medio obtenido de una gran serie de resultados y un valor aceptado como referencia.

NOTA 3 La medida de veracidad viene expresada usualmente en términos de sesgo.

NOTA 4 La veracidad se ha denominado a veces “exactitud de la media”. No se recomienda esta utilización.

(NC-ISO 3534-1)

3.8 sesgo: Diferencia entre la esperanza matemática (valor esperado) de los resultados y un valor de referencia aceptada.

NOTA 5 El sesgo es el error sistemático total, por oposición al error aleatorio. Pueden existir uno o más componentes de error sistemático contribuyendo al sesgo. A mayor diferencia sistemática respecto al valor aceptado de referencia, mayor valor de sesgo.

(NC-ISO 3534-1)

3.9 sesgo del laboratorio: La diferencia entre la esperanza matemática (valor esperado) de los resultados de ensayo de un laboratorio en particular y un valor referencia aceptado.

3.10 sesgo del método de medición: Diferencia entre la esperaza matemática de los resultados de ensayo obtenidos por todos los laboratorios que utilizan el mismo método, y un valor aceptado como referencia.

NOTA 6 Un ejemplo podría ser el siguiente: Un método diseñado para medir el contenido de azufre de un compuesto, que no detectara, habitualmente, todo el contenido en azufre existente, dando un sesgo negativo del método de medición. El sesgo del método de medición vendría medido por el desplazamiento respecto a la media de los resultados de un gran número de laboratorios diferentes, todos ellos utilizando el mismo método. El sesgo de un método de medición puede ser diferente a diferentes niveles.

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

NOTA 7 La componente del sesgo del laboratorio es específica para un laboratorio dado y para las condiciones de medición dentro del laboratorio. También puede variar para diferentes niveles del ensayo.

NOTA 8 La componente del sesgo del laboratorio es un valor relacionado con el resultado medio general, no con el valor medio general.

3.12 precisión: Grado de concordancia existente entre los resultados independientes de un ensayo, obtenidos en condiciones estipuladas.

NOTA 9 La precisión depende únicamente de la distribución de los errores aleatorios y no está relacionada con el valor verdadero o especificado.

NOTA 10 La precisión se expresa generalmente en términos de falta de precisión, calculándose a partir de la desviación típica (desviación estándar) de los resultados de ensayo. A mayor desviación típica (desviación estándar) menor precisión.

NOTA 11 “Resultados de ensayo independientes” significa resultados obtenidos sin que exista influencia de un resultado previo sobre el mismo objeto o similar de ensayo. La expresión cuantitativa de la precisión depende en forma crítica de las condiciones estipuladas. Las condiciones de repetibilidad y reproducibilidad son conjuntos particulares de condiciones extremas.

(NC-ISO 3534-1)

3.13 repetibilidad: Precisión bajo condiciones de repetibilidad.

(NC-ISO 3534-1)

3.14 condiciones de repetibilidad: Condiciones bajo las que se obtienen resultados independientes, con el mismo método, sobre muestras idénticas, en el mismo laboratorio, por el mismo operador y utilizando los mismos equipos de medición, durante un corto intervalo de tiempo.

(NC-ISO 3534-1)

3.15 desviación típica (desviación estándar) de repetibilidad: Desviación típica (desviación estándar) de los resultados del ensayo obtenida bajo condiciones de repetibilidad.

NOTA 12 Se trata de una medida de la dispersión de la función de distribución del ensayo, bajo condiciones de repetibilidad.

NOTA 13 Del mismo modo, podían definirse y utilizarse como medidas de la dispersión de los resultados del ensayo, bajo condiciones de repetibilidad, “la varianza de repetibilidad” y el “coeficiente de variación de repetibilidad”.

(NC-ISO 3534-1)

3.16 límite de repetibilidad: Valor por debajo del cual se sitúa, con una probabilidad del 95%, el valor absoluto de la diferencia entre dos resultados de ensayo, obtenidos bajo condiciones de repetibilidad.

NOTA 14 El símbolo usado es r .

(NC-ISO 3534-1)

3.17 reproducibilidad: Precisión bajo condiciones de reproducibilidad.

(NC-ISO 3534-1)

3.18 condiciones de reproducibilidad: Condiciones bajo las cuales los resultados se obtienen con el mismo método, sobre muestras idénticas, en laboratorios diferentes, con operadores distintos y utilizando equipos diferentes.

(NC-ISO 3534-1)

3.19 desviación típica (desviación estándar) de reproducibilidad: La desviación (desviación estándar) típica de los resultados de ensayo obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad.

NOTA 15 Es una medida de dispersión de la función de distribución de los resultados del ensayo obtenido bajo condiciones de reproducibilidad.

NOTA 16 Del mismo modo, podían definirse y utilizarse como medidas de la dispersión de los resultados del ensayo, bajo condiciones de reproducibilidad, la “varianza de la reproducibilidad” y el “coeficiente de variación de la reproducibilidad”.

(NC-ISO 3534-1)

3.20 límite de reproducibilidad: Valor por debajo del cual se sitúa, con una probabilidad de 95%, el valor absoluto de la diferencia entre dos resultados de ensayo, obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad.

NOTA 17 El símbolo usado es *R*.

(NC-ISO 3534-1)

3.21 valor atípico: Elemento de un conjunto de valores que es incoherente con los otros elementos de dicho conjunto.

NOTA 18 La norma NC-ISO 5725-2 especifica las décimas estadísticas y el nivel de significación que hay que utilizar para identificar los valores atípicos, en determinaciones de veracidad y precisión.

3.22 experimento de evaluación colectiva (intercomparación): Experimento ínter laboratorio en el que se evalúan las prestaciones de cada laboratorio, utilizando el mismo método de medición normalizado, sobre idénticos materiales.

NOTA 19 Las definiciones dadas en 3.16 y 3.20 se refieren a resultados que varían sobre una escala continua. Si los resultados de ensayo son de tipo discreto o redondeados, los límites de repetibilidad y reproducibilidad definidos más atrás serán aquellos valores para los que la diferencia absoluta entre dos resultados individuales será igual o inferior a dichos valores, con una probabilidad no inferior de 95%.

NOTA 20 Las definiciones dadas en 3.8 a 3.11, 3.15, 3.16, 3.19 y 3.20 se refieren a valores teóricos que, en la realidad, son desconocidos. Los valores de las desviaciones típicas de reproducibilidad y repetibilidad y de sesgo, determinados experimentalmente (tal como se describe en las normas NC-ISO 5725-2 e NC-ISO 5725-4) son, en términos estadísticos, estimadores de dichos valores y, como tales, están sujetos a error. En

consecuencia, por ejemplo, los niveles de probabilidad asociados a los límites r y R no serán exactamente 95%. Se aproximarán a 95% cuando participen un gran número de laboratorios en el ejercicio, y estarán bastante alejados del 95% siempre que participen menos de 30 laboratorios. Esto es algo inevitable pero no afecta seriamente a la utilidad práctica, dado que dichos límites están diseñados en principio para servir como herramientas a la hora de juzgar si la diferencia en los resultados podía ser debida a incertidumbres aleatorias inherentes al método de medición o no. Diferencias mayores que el límite de repetibilidad r o el límite de reproducibilidad R son, en principio, sospechosas.

NOTA 21 Los símbolos r y R se utilizan, generalmente, para otros fines; en la norma NC-ISO 3534-1 r representa el coeficiente de correlación y R (o W) el recorrido (rango) de una serie única de observaciones. A pesar de ello, no debería existir confusión si se utilizan las expresiones completas, límite de repetibilidad r y límite de reproducibilidad R siempre que haya posibilidad de equivocación, en particular cuando se citan en las normas.

4 Consecuencias prácticas de las definiciones para los experimentos de exactitud

4.1 Método de medición normalizado

4.1.1 Con objeto de realizar las mediciones siempre de la misma forma, el método de medición debe estar normalizado. Todas las mediciones deben realizarse de acuerdo con dicho método normalizado. Ello significa que tiene que existir un documento escrito que describa detalladamente cómo deben realizarse las mediciones, y que incluya preferentemente una descripción de cómo debería obtenerse y prepararse el objeto de medición.

4.1.2 La existencia de un método de medición documentado implica la existencia de una organización responsable del establecimiento del método de medición estudiado.

NOTA 22 El método de medición normalizado se discute con más detalle en 6.2.

4.2 Experimento de exactitud

4.2.1 La exactitud (veracidad y precisión) debería determinarse a partir de una serie de resultados de ensayos realizados por los laboratorios participantes, organizados por un grupo de expertos específicamente seleccionados para dicho propósito.

Tal ejercicio ínter laboratorio se denomina “experimento de exactitud”, aunque también puede denominarse “experimento de veracidad” o “experimento de precisión”, según la finalidad del mismo. Si el propósito es determinar la veracidad, la determinación de la precisión debe haberse realizado previamente, o bien debe realizarse simultáneamente.

Debería explicitarse siempre que la estimación de la exactitud, derivada de dicho ejercicio, es válida únicamente para los ensayos realizados según el método de medición normalizado utilizado.

4.2.2 Un experimento de exactitud puede considerarse, a menudo, como un ensayo práctico sobre la adecuación de un método de medición normalizado. Una de las principales finalidades de la normalización es la eliminación de diferencias entre usuarios (laboratorios) tanto como sea posible. Los datos obtenidos de un experimento determinado de exactitud revelarán la efectividad lograda en dicho experimento. Diferencias marcadas en las varianzas ínter laboratorio (ver capítulo 7) o entre los valores medios obtenidos por los laboratorios pueden indicar que el método de medición normalizado no está suficientemente detallado y puede ser mejorado. En tal caso, debería

remitirse un informe detallado al organismo de normalización, con una petición de mayor investigación.

4.3 Muestras idénticas

4.3.1 En un experimento de exactitud se envían muestras de un material específico, o de un producto determinado, desde un punto central a un número de laboratorios situados en diferentes lugares, diferentes países o, incluso, en diferentes continentes. La definición de condiciones de repetibilidad (3.14) establece que las mediciones en estos laboratorios deberán ser realizadas sobre muestras idénticas, en el momento de realización de las mediciones. Para lograr esto, tienen que satisfacerse dos condiciones:

- a) las muestras tienen que ser idénticas en el momento de ser enviadas a los laboratorios;
- b) las muestras deben mantenerse idénticas durante el transporte y durante los diferentes intervalos de tiempo que puedan soportar antes de la realización de las medidas.

A la hora de organizar experimentos de determinación de exactitud deben observarse cuidadosamente ambas condiciones.

NOTA 23 La selección de los materiales se discute con más detalle en 6.4.

4.4 Intervalos de tiempo cortos

4.4.1 De acuerdo con la definición de condiciones de repetibilidad (3.14), las mediciones para determinar la repetibilidad deberían realizarse bajo las mismas condiciones de operación; esto es, durante el tiempo que duran las mediciones, factores tales como los citados en 0.3 deben permanecer constantes. En particular, los equipos de medición no deberían recalibrarse entre las mediciones, a menos que ello forme parte esencial de cada medición individual. En la práctica, los ensayos realizados en condiciones de repetibilidad deberían ejecutarse en el menor tiempo posible, a fin de minimizar cambios en dichos factores, por ejemplo en los ambientales, en donde es difícil garantizar su constancia.

4.4.2 Es necesario hacer una segunda consideración sobre el intervalo de tiempo entre mediciones, y es que se supone que los resultados de los ensayos son independientes. Si se sospecha que los resultados previos pudieran influir sobre los resultados siguientes (reduciendo así el valor estimado de la varianza de la repetibilidad), puede ser necesario proporcionar muestras separadas y codificadas, de forma que el operador no supiera cuáles de las muestras son idénticas. Podrían darse instrucciones acerca del orden en que hay que medir las muestras y, presumiblemente dicho orden será aleatorio, de forma que aquellas muestras individuales "idénticas" no se midan juntas. Esto podría significar que el intervalo de tiempo entre mediciones repetidas puede ir contra el objetivo de lograr intervalo de tiempo corto, a menos que la naturaleza de tales mediciones hiciera que toda la serie completa de mediciones pudiera realizarse dentro de un corto período de tiempo. Debe prevalecer el sentido común.

4.5 Laboratorios participantes

4.5.1 Una hipótesis básica que subyace en esta parte de la norma NC-ISO 5725 es que la repetibilidad será, aproximadamente, la misma para todos los laboratorios que aplican el procedimiento normalizado. De esta forma, puede establecerse una desviación típica (desviación estándar) media de repetibilidad común que será aplicable a cualquiera de los laboratorios. No obstante, cualquier laboratorio puede, tras realizar una serie de mediciones en condiciones de repetibilidad, llegar a una estimación de su propia desviación típica (desviación estándar) de repetibilidad para el método de medición, y contrastarlo con el valor común normalizado. De tal forma de proceder se ocupa la norma NC-ISO 5725-6.

4.5.2 Las magnitudes definidas en los apartados 3.8 a 3.20 se aplican, teóricamente, a todos los laboratorios que presumiblemente son capaces de poner en práctica el método de medición normalizado. En la práctica, vienen determinadas a partir de una muestra de esta población de laboratorios. En 6.3 se ofrecen más detalles acerca del proceso de selección de esta muestra, si se siguen las instrucciones aquí dadas, en lo referente al número de laboratorios a tener en cuenta y al número de medidas a efectuar, las estimaciones que se obtengan acerca de la veracidad y la precisión son suficientes. Si, no obstante, con posterioridad, resultara evidente que los laboratorios participantes no eran, o ya no son, representativos de todos aquellos que utilizan el método de medición normalizado, entonces deberán repetirse las mediciones.

4.6 Condiciones de observación

4.6.1 Los factores que contribuyen a la variabilidad de los valores observados obtenidos dentro de un laboratorio, aparecen listados en 0.3. Pueden venir dados en términos de tiempo, operador y equipos de medición, cuando las observaciones en diferentes momentos incluyan los efectos debidos a la variación de las condiciones ambientales y a la recalibración de los equipos de medición entre observaciones. Bajo condiciones de repetibilidad, las observaciones se efectúan con los tres factores anteriores constantes, y bajo condiciones de reproducibilidad las observaciones se realizan en diferentes laboratorios, es decir, no sólo variando los tres factores anteriores, sino incluyendo también efectos suplementarios debidos a diferencias en la gestión y mantenimiento de los laboratorios, la estabilidad en el control de las observaciones, etc.

4.6.2 Puede ser útil, en ocasiones, considerar condiciones de precisión intermedias, en las que las observaciones se realicen en el mismo laboratorio, pero en donde uno o más de los factores, tiempo, operador o equipos de medición varíen. A la hora de establecer la precisión de un método de medición es muy importante definir las condiciones de observación apropiadas, es decir, si los tres factores anteriores deberían ser constantes o no.

Además, la amplitud de la variabilidad debida a uno de los factores dependerá del método de medición. Por ejemplo, en análisis químico, los factores "operador" y "tiempo" pueden ser dominantes; del mismo modo que en microanálisis pueden serlo los factores "equipos de medición" y "condiciones ambientales" y en los ensayos físicos, "equipos de medición" y "calibración de los equipos".

5 Modelo Estadístico

5.1 Modelo básico

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

$$y = m + B + e \quad \text{.....(1)}$$

donde, para el material particular ensayado:

m es la media general (esperanza);

B es la componente del sesgo debida al laboratorio, bajo condiciones de repetibilidad;

e es el error aleatorio que tiene lugar en cada medición bajo condiciones de repetibilidad.

5.1.1 Media general, m

5.1.1.1 La media general m constituye el nivel del ensayo: a muestras de materiales químicos de diferentes purezas o de diferentes materiales (por ejemplo, diferentes tipos de acero) corresponderán a diferentes niveles. En muchas situaciones técnicas el nivel del ensayo viene definido exclusivamente por el método de medición, y la noción de un valor verdadero independiente carece de sentido. No obstante, en algunas situaciones el concepto de valor verdadero μ de la propiedad de ensayo puede mantenerse, como en el caso de la concentración verdadera de una solución valorada. El nivel m no es necesariamente igual al valor verdadero μ .

5.1.1.2 Cuando se analiza la diferencia entre los resultados obtenidos por el mismo método de medición, el sesgo del método de medición carecerá de influencia, y puede ignorarse. No obstante, cuando se comparan resultados de ensayo con un valor especificado en un contrato o una norma, en donde el contrato o la especificación se refieren a un valor verdadero (μ) y no al "nivel del ensayo" (m), o cuando se comparan resultados obtenidos utilizando diferentes métodos de medición, el sesgo del método de medición tendrá que tenerse en cuenta. Si existe un valor verdadero y se posee un material de referencia apropiado, debería determinarse el sesgo del método de medición, en la forma descrita en la norma NC-ISO 5725-4.

5.1.2 Término B

5.1.2.1 Este término se considera como constante durante cualquier serie de ensayos ejecutados en condiciones de repetibilidad, pero puede diferir en valor cuando los ensayos se realizan bajo otras condiciones. Cuando se comparan los resultados de ensayo entre dos laboratorios (siempre los mismos), es necesario determinar el sesgo relativo existente entre ambos, bien a partir de sus valores individuales de sesgo, determinados a partir de un experimento de exactitud, bien realizando un ensayo particular entre ambos laboratorios. No obstante, cuando se deseen obtener conclusiones generales relativas a las diferencias existentes entre dos laboratorios no especificados, o cuando se realicen comparaciones entre dos laboratorios que no han determinado sus propios sesgos, deberá considerarse una distribución general de las componentes del sesgo debidas a los laboratorios. Este es el razonamiento subyacente bajo el concepto de

reproducibilidad. Los procedimientos dados en la norma NC-ISO 5725-2 se han desarrollado asumiendo que la distribución de las componentes del sesgo debidas a los laboratorios, es aproximadamente normal, pero en la práctica se aplican a la mayor parte de las distribuciones, siempre que éstas sean unimodales.

5.1.2.2 La varianza de B se denomina varianza ínterlaboratorios y se expresa como:

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

donde: σ_L^2 incluye la variabilidad entre operadores y entre equipos de medición.

En el experimento básico de precisión descrito en la norma NC-ISO 5725-2, estas componentes son inseparables. En la norma NC-ISO 5725-3 se presentan métodos para medir la magnitud de algunas de las componentes aleatorias de B .

5.1.2.3 En general, B puede considerarse como la suma de las componentes, aleatoria y sistemática. No se pretende dar aquí una lista exhaustiva de factores que contribuyen al valor de B , pero entre éstos se hallan diferentes condiciones climáticas, variaciones de equipos de medición dentro de las tolerancias del fabricante e incluso también diferencias en la formación técnica recibida por los operadores en distintos lugares.

5.1.3 Término error e

5.1.3.1 Este término representa el error aleatorio asociado a cada resultado del ensayo y los procedimientos referidos a lo largo de esta parte de la norma NC-ISO 5725 fueron desarrollados asumiendo que la distribución de esta variable e es aproximadamente normal, aunque en la práctica se apliquen a la mayor parte de las distribuciones siempre que éstas sean unimodales.

5.1.3.2 Dentro de un laboratorio, su varianza bajo condiciones de repetibilidad se denomina varianza intralaboratorio y se expresa como:

$$\text{var}(e) = \sigma_W^2 \quad \text{.....(3)}$$

5.1.3.3 Puede esperarse que σ_W^2 alcanzara distintos valores en laboratorios distintos debido a diferencias tales como la propia habilidad de los operadores, pero en esta parte de la norma NC-ISO 5725 se supone que, en un método de medición convenientemente normalizado, tales diferencias entre laboratorios deberían ser pequeñas y es justificable establecer un valor común de varianza intralaboratorio para todos los que utilizan el mismo método de medición. Este valor común, estimado mediante la media aritmética de todas las varianzas intralaboratorio, se denomina varianza de repetibilidad y se designa por:

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

Esta media aritmética se calcula considerando todos aquellos laboratorios participantes en el experimento de determinación de exactitud que permanecen tras haber eliminado todos los valores atípicos.

5.2 Relación entre el modelo básico y la precisión

5.2.1 Cuando se adopta el modelo básico descrito en 5.1, la varianza de repetibilidad se mide directamente como la varianza del término error e , pero la varianza de reproducibilidad depende de la suma de la varianza de repetibilidad y la varianza entre laboratorios mencionada en 5.1.2.2.

5.2.2 Para la medición de la precisión se requieren dos magnitudes, la desviación típica (desviación estándar) de repetibilidad

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

y la desviación típica (desviación estándar) de la reproducibilidad

$$\sigma_r = \sqrt{\sigma_L^2 + \sigma_r^2} \quad \text{.....(6)}$$

5.3 Modelos alternativos

Cuando es necesario se utilizan modelos alternativos al modelo básico. Estos modelos se describen en las partes apropiadas de la norma NC-ISO 5725.

6 Consideraciones sobre el diseño del experimento para la estimación de la exactitud

6.1 Planificación de un experimento de exactitud

6.1.1 La planificación de un experimento de determinación de la precisión y de la veracidad de un método de medición normalizado, debería ser tarea de un grupo de expertos familiarizados con el método de medición y con su aplicación. Al menos un miembro de dicho grupo debería tener experiencia en el diseño, realización y análisis estadístico de experimentos.

6.1.2 A la hora de planificar el experimento deberían considerarse las siguientes cuestiones:

- a) ¿Existe disponible la norma para el método de medición?
- b) ¿Cuántos laboratorios es conveniente que tomen parte en el experimento?
- c) ¿Cómo debería realizarse la selección de los laboratorios y qué requisitos deberían satisfacer?
- d) ¿Cuál es el rango o variedad de niveles existentes en la práctica?
- e) ¿Cuántos niveles deberían utilizarse en el experimento?
- f) ¿Cuáles son los materiales susceptibles de representar estos niveles y cómo deberían ser preparados?

- g) ¿Qué cantidad de réplicas es conveniente especificar?
- h) ¿Qué duración debería especificarse para la conclusión de todas las mediciones?
- i) ¿Es apropiado el modelo básico de 5.1, o debería considerarse uno modificado?
- j) ¿Se necesitan algunas precauciones especiales para garantizar que los materiales idénticos sean medidos en el mismo estado en todos los laboratorios?

Estas preguntas están consideradas en 6.2 a 6.4

6.2 Método de medición normalizado

Cuando se establece en 4.1, el método de medición estudiado deberá ser un método normalizado. Dicho método tiene que ser robusto; esto es, pequeñas variaciones en el procedimiento no deben producir de forma imprevista grandes variaciones en los resultados. Si existiera este riesgo, deben tomarse precauciones o avisos adecuados. También es deseable que en el proceso de desarrollo de un método de medición normalizado se hagan todos los esfuerzos para eliminar o reducir el sesgo.

Pueden utilizarse procedimientos experimentales similares para determinar la veracidad y precisión tanto de métodos ya establecidos como de los recientemente normalizados. En este último caso, los resultados obtenidos deberían considerarse como estimadores preliminares, dado que la veracidad y la precisión podrían cambiar a medida que los laboratorios ganan en experiencia.

El documento que establece el método de medición debe ser completo y carecer de ambigüedad. Todas las operaciones esenciales relativas a las condiciones ambientales del procedimiento, los reactivos y aparatos, la verificación preliminar del equipo de medición, y la preparación de la muestra de ensayo, deben estar incluidas en el método de medición, si es posible, mediante referencia a otros procedimientos escritos a disposición de los operadores. Debe ser especificado de forma precisa la forma de calcular y expresar los resultados de ensayo, incluyendo el número de cifras significativas con que deben presentarse.

6.3 Selección de los laboratorios para el experimento de exactitud

6.3.1 Elección de los laboratorios

Desde un punto de vista estadístico, aquellos laboratorios participantes en un experimento de exactitud deberían haber sido escogidos aleatoriamente de entre todos aquellos laboratorios que utilizan el mismo método de medición. Los laboratorios voluntarios podrían no constituir una muestra realista y representativa. No obstante, otras consideraciones prácticas, como el requisito de que los laboratorios participantes estén distribuidos por diferentes continentes o regiones climáticas, pueden afectar el esquema de representatividad.

Los laboratorios participantes no deberían ser exclusivamente aquellos que han adquirido una experiencia especial durante el proceso de normalización del método. Ninguno de ellos debería ser un laboratorio especializado de "referencia", que permitiera demostrar la exactitud que el método puede lograr en manos expertas.

El número de laboratorios participantes en un ejercicio colectivo ínter laboratorios y el número de resultados de ensayo necesarios por laboratorio, para cada nivel del ensayo, son independientes entre sí. De 6.3.2 a 6.3.4 se da una guía para decidir ambos números.

6.3.2 Número de laboratorios necesarios para la determinación de la precisión

6.3.2.1 Las diversas magnitudes representadas por el símbolo σ en las ecuaciones (2) a (6) del capítulo 5 son verdaderas desviaciones típicas, de valores desconocidos; una de las finalidades del experimento de determinación de precisión es su estimación. Cuando se realiza una estimación (s) de una desviación típica (desviación estándar) verdadera (σ), pueden obtenerse conclusiones acerca del campo de valores en torno a σ , dentro del cual se espera encontrar el valor estimado (s). Este es un problema estadístico bien conocido, que se resuelve por él utilizando una ley χ^2 (Chi cuadrada) y el número de resultados a partir de los cuales se ha obtenido s . Una fórmula frecuentemente utilizada es:

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

A menudo A se expresa en tanto por ciento, lo que permite declarar que la desviación típica (desviación estándar) estimada (s) puede encontrarse en un intervalo $\pm A$ en torno a la desviación típica (desviación estándar) verdadera (σ) con una cierta probabilidad P .

6.3.2.2 Para un nivel único del ensayo, la incertidumbre en la desviación típica (desviación estándar) de repetibilidad dependerá del número de laboratorios (p) y del número de resultados de ensayo dentro de cada laboratorio (n). Para la desviación típica (desviación estándar) de reproducibilidad, el procedimiento es más complicado dado que se determina a partir de dos desviaciones típicas [ver ecuación (6)]. Para representar la relación existente entre las desviaciones típicas de reproducibilidad y de repetibilidad se requiere un factor extra γ , es decir:

$$\gamma = \sigma_R / \sigma_r \quad \text{.....(8)}$$

6.3.2.3 Suponiendo una probabilidad P de 95%, se han preparado ecuaciones aproximadas para los valores de A , las cuales se incluyen a continuación. Estas ecuaciones permiten determinar cuántos laboratorios deben participar y cuántos resultados por laboratorio son necesarios, para cada nivel de ensayo. Las ecuaciones no aportan límites de confianza y no deberían utilizarse para el cálculo analítico de los límites de confianza. Las ecuaciones son las siguientes.

Para repetibilidad

$$A = A_r = 1,96 \sqrt{\frac{1}{2p(n-1)}} \quad \text{.....(9)}$$

Para reproducibilidad

$$A = A_R = 1,96 \sqrt{\frac{p[I + n(\gamma^2 - 1)]^2 + (n-1)(p-1)}{2\gamma^4 n^2 (p-1)p}} \quad \dots\dots(10)$$

NOTA 24 Una varianza muestral con ν grados de libertad y esperanza σ^2 se supone que siga, aproximadamente, una ley normal con varianza $2\sigma^2/\nu$. Las ecuaciones (9) y (10) derivan de esta hipótesis acerca de las varianzas utilizadas en la estimación de σ_r y σ_R . La adecuación de tal aproximación se ha comprobado mediante cálculo exacto.

6.3.2.4 El valor de γ es desconocido pero, a menudo, existen estimaciones previas de las desviaciones típicas intralaboratorios e interlaboratorio obtenidas durante el proceso de normalización del método de medición. En la tabla 1 se dan los valores exactos del tanto por ciento de incertidumbre para las desviaciones típicas de repetibilidad y reproducibilidad para diferentes números de laboratorios (p) y diferentes números de resultados por laboratorios (n). Dichos valores se presentan también en forma de gráfico en el Anexo B.

6.3.3 Número de laboratorios necesarios para la estimación de sesgo

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

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

donde:

\bar{y} es la media de los resultados obtenidos por todos los laboratorios, en un particular nivel del experimento;

μ es el valor de referencia aceptado

Tabla 1—Valores que muestran la incertidumbre de las estimaciones de las desviaciones típicas de repetibilidad y de reproducibilidad

Número de laboratorios P	A_r			A_R								
	$n=2$	$n=3$	$n=4$	$\gamma=1$			$\gamma=2$			$\gamma=5$		
				$n=2$	$n=3$	$n=4$	$n=2$	$n=3$	$n=4$	$n=2$	$n=3$	$n=4$
5	0,62	0,44	0,36	0,46	0,37	0,61	0,61	0,58	0,57	0,68	0,67	0,67
10	0,44	0,31	0,25	0,32	0,26	0,22	0,41	0,39	0,38	0,45	0,45	0,45
15	0,36	0,25	0,21	0,26	0,21	0,18	0,33	0,31	0,30	0,36	0,36	0,36
20	0,31	0,22	0,18	0,22	0,18	0,16	0,28	0,27	0,26	0,31	0,31	0,31
25	0,28	0,20	0,16	0,20	0,16	0,14	0,25	0,24	0,23	0,28	0,28	0,27
30	0,25	0,18	0,15	0,18	0,15	0,13	0,23	0,22	0,21	0,25	0,25	0,25
35	0,23	0,17	0,14	0,17	0,14	0,12	0,21	0,20	0,19	0,23	0,23	0,23
40	0,22	0,16	0,13	0,16	0,13	0,11	0,20	0,19	0,18	0,22	0,22	0,22

La incertidumbre de esta estimación puede expresarse por la ecuación:

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

que muestra que el valor estimado se encontrará dentro de los límites $\pm A\sigma_R$ en torno al valor verdadero del sesgo del método de medición, con una probabilidad de 0,95. En términos del factor γ [véase ecuación (8)]:

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

En la tabla 2 se dan valores de A.

Tabla 2 —Valores de A, incertidumbre de la estimación del sesgo del método de medición

Número de laboratorios <i>p</i>	Valor de A			
	$\gamma = 0$ todo n	$\gamma = 1$ <i>n</i> = 2	$\gamma = 1$ <i>n</i> = 3	$\gamma = 1$ <i>n</i> = 4
5	0,88	0,76	0,72	0,69
10	0,62	0,54	0,51	0,49
15	0,51	0,44	0,41	0,40
20	0,44	0,38	0,36	0,35
25	0,39	0,34	0,32	0,31
30	0,36	0,31	0,29	0,28
35	0,33	0,29	0,27	0,26
40	0,31	0,27	0,25	0,25

6.3.3.2 El sesgo de laboratorio, Δ , en el momento del ensayo, puede estimarse de:

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

donde

\bar{y} es la media general de todos los resultados obtenidos por el laboratorio, para un nivel particular del ensayo;

μ es el valor de referencia aceptado.

La incertidumbre de esta estimación puede expresarse por la ecuación:

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

Que muestra el valor estimado que se encontrará dentro de los límites $\pm A_w \sigma$ en torno al verdadero del sesgo del laboratorio con una probabilidad de 0,95. En este caso, la incertidumbre es:

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

En la tabla 3 se dan los valores de A_w

Tabla 3 — Valores A_w , incertidumbre de la estimación del sesgo intralaboratorio

Número de resultados <i>n</i>	Valor de A_w
5	0,88
10	0,62
15	0,51
20	0,44
25	0,39
30	0,36
35	0,33
40	0,31

6.3.4 Consecuencias sobre la elección de los laboratorios

La elección del número de laboratorios será un compromiso entre la disponibilidad de recursos y el deseo de reducir la incertidumbre de las estimaciones a un nivel satisfactorio. En las figuras B.1 y B.2 del anexo B puede apreciarse que las estimaciones de las desviaciones típicas de la repetibilidad y de la reproducibilidad podrían diferir de forma sustancial de sus valores verdaderos si solo un pequeño número de laboratorios ($p \approx 5$) tomará parte en un experimento de precisión, y que aumentar en 2 o 3 el número de laboratorios sólo conduce a pequeñas reducciones de las incertidumbres de las estimaciones cuando p es superior a 20. Es habitual escoger un valor de p entre 8 y 15. Cuando σ_L es mayor que σ_r (es decir, γ es mayor que 2), como es el caso habitual, se gana muy poco obteniendo más de $n = 2$ resultados por laboratorio y por nivel.

6.4 Selección de materiales a utilizar en un experimento de exactitud

6.4.1 Los materiales a utilizar en un experimento de determinación de la exactitud de un método de medición deberían ser representativos de todos aquellos a los que se espera aplicar el método de medición en el uso normal. Como regla general, cinco materiales diferentes proporcionan habitualmente un campo de niveles lo suficientemente amplio como para permitir establecer la exactitud adecuadamente. Un número menor podría ser apropiado en la investigación inicial de un método de medición reciente desarrollado, cuando se sospecha que pueden ser necesarias modificaciones del método, seguidas de ensayos de exactitud suplementarios.

6.4.2 Cuando las mediciones tienen que ser efectuadas sobre objetos discretos que no se alteran con la medición, deberían, en principio por lo menos, ser efectuadas usando el mismo conjunto de objetos en diferentes laboratorios. Esto, sin embargo, debería requerir circular el mismo conjunto

de objetos alrededor de muchos laboratorios situados a veces lejos, en diferentes países o continentes, con un considerable riesgo de pérdida o daño durante el transporte. Si se usan diferentes elementos en los diferentes laboratorios, entonces ellos deben ser seleccionados de tal modo que asegure que se puede presumir que son idénticos para efectos prácticos.

6.4.3 A la hora de seleccionar el material que representará a los diferentes niveles, debería considerarse si éste debe ser específicamente homogeneizado antes del envío de las muestras, o si el efecto de la heterogeneidad del material debería incluirse en los valores de exactitud.

6.4.4 Cuando las mediciones tengan que realizarse sobre materiales sólidos que no permitan su homogeneización (metales, caucho o textiles) y cuando las mediciones no pueden repetirse sobre el mismo objeto de medición, la falta de homogeneidad del material en ensayo será una componente esencial de la precisión de la medición y la idea de material idéntico no tendrá razón de ser. Aun así, pueden llevarse a cabo los experimentos de precisión, pero los valores obtenidos sólo pueden ser válidos para el material particular utilizado, y así debería hacerse constar. Un uso más universal de la precisión así obtenida sólo será aceptable si se puede demostrar que los valores no difieren significativamente entre materiales producidos en diferentes momentos o por distintos suministradores. Esto requeriría un experimento más elaborado que el que se considera en NC-ISO 5725.

6.4.5 En general, cuando se trata de ensayos destructivos, la contribución a la variabilidad de los resultados de ensayo, proveniente de diferencias entre las muestras sobre las que se realizan las medidas debe ser o despreciable frente a la variabilidad del propio método de medición, o debe formar parte inherente de la variabilidad del método de medición, siendo por tanto un verdadero componente de la precisión.

6.4.6 Cuando los materiales bajo medición pudieran sufrir cambios con el tiempo, la duración total del ensayo debería elegirse teniendo este factor en cuenta. Podría ser apropiado en algunos casos especificar los momentos en los que deben efectuarse las mediciones de las muestras.

6.4.7 En todo lo anterior, se hace referencia a mediciones en diferentes laboratorios, lo que implicancia el transporte de las muestras a tales laboratorios, pero algunas muestras no son transportables, como es el caso de un tanque de almacenamiento de petróleo. En tales casos, la medición por diferentes laboratorios significa que diferentes operadores son enviados con su equipo de medición a realizar el ensayo en situ. En otros casos, la magnitud bajo medición puede ser transitoria o variable, como el flujo de agua en un río, debiendo tenerse cuidado entonces de que las diferentes mediciones sean realizadas, en lo posible, en las mismas condiciones. No debe olvidarse que el objetivo es determinar la capacidad de repetir la misma medición.

6.4.8 El establecer uno de los valores de precisión para un método de medición presupone o que la precisión es independiente del material bajo ensayo, o que depende del material de forma predecible. Con algunos métodos de medición es posible expresar la precisión sólo en relación a una o más clases definibles de material de ensayo. Tales datos serán únicamente una guía aproximada de la precisión para otras aplicaciones. Más a menudo se encuentra que la precisión está íntimamente relacionada con el nivel del ensayo, y que la determinación de la precisión incluye el establecimiento de una relación entre precisión y el nivel. Así, cuando se publican los valores de precisión de un método de medición normalizado, es conveniente que el material utilizado en el ensayo de precisión se especifique claramente, junto con la gama de materiales a los que dichos valores pueden aplicarse.

6.4.9 Para la evaluación de la veracidad, al menos uno de los materiales utilizados debería poseer un valor de referencia aceptado. Si es presumible que la veracidad varíe con el nivel, se necesitarán materiales con valores de referencia aceptados a distintos niveles.

7 Utilización de los datos de exactitud

7.1 Publicación de los valores de veracidad y precisión

7.1.1 Cuando la finalidad de un experimento de precisión es obtener estimaciones de las desviaciones típicas de repetibilidad y de reproducibilidad, bajo las condiciones definidas en 3.14 y 3.18, debe utilizarse el modelo básico descrito en 5.1. La norma NC-ISO 5725-2 proporciona un método apropiado para estimar dichas desviaciones típicas, pudiendo encontrarse un método alternativo en la norma NC-ISO 5725-5. Cuando la finalidad es obtener estimaciones de medidas intermedias de precisión, entonces debe utilizarse el modelo alternativo y los métodos dados en la norma NC-ISO 5725-3.

7.1.2 Cada vez que se determina el sesgo del método de medición, éste debería publicarse conjuntamente con una declaración que indique respecto a qué referencia se ha determinado dicho sesgo. Cuando el sesgo varíe con el nivel del ensayo, la publicación debería hacerse en forma de tabla, con indicación del nivel, el sesgo obtenido, y la referencia utilizada en dicha determinación.

7.1.3 Cuando se haya realizado un experimento intralaboratorios para estimar veracidad o precisión, cada laboratorio participante debería ser informado de componente de sesgo, determinado con referencia a la media general. Esta información puede ser válida en el futuro, si se realizan experimentos similares, pero no debería ser utilizado a efectos de calibración.

7.1.4 Las desviaciones típicas de repetibilidad y reproducibilidad para cualquier método de medición normalizado deben determinarse como se indica en las partes 2 a 4 de NC-ISO 5725, y deberían publicarse como parte del método medición normalizado, bajo un apartado titulado Precisión. Este apartado puede indicar también los límites de repetibilidad y reproducibilidad (*r* y *R*). Cuando la precisión no varía con el nivel del ensayo, puede darse un solo valor medio para *r* y un solo valor medio para *R*. Cuando la precisión varía con el nivel del ensayo, debería publicarse en forma de tabla, por ejemplo, como la tabla 4, o también puede expresarse como relación matemática. Es conveniente que cualquier otra medida intermedia de la precisión se presente en forma similar.

Tabla 4 — Ejemplo de la forma de publicar las desviaciones típicas obtenidas

Alcance o nivel	Desviación típica (desviación estándar) de repetibilidad S_r	Desviación típica (desviación estándar) de reproducibilidad S_R
De a		
De a		
De a		

7.1.5 En el apartado titulado Precisión, deberán incluirse las definiciones de las condiciones de repetibilidad y reproducibilidad (3.14 y 3.18). Siempre que se den medidas intermedias de precisión, debería especificarse claramente cuáles de los factores (tiempo, operadores, equipos de medición) han podido variar. Siempre que se den los límites de repetibilidad y reproducibilidad, debería añadirse alguna declaración acerca de su relación con la diferencia entre dos resultados cualesquiera del ensayo y el nivel de probabilidad de 95%. Se sugieren las siguientes formulaciones:

- La diferencia entre dos resultados de ensayo obtenidos sobre un material idéntico por un operador utilizando el mismo aparato dentro del menor intervalo de tiempo posible, no superará, más de una vez de cada 20, como media, el límite de repetibilidad (r) en la utilización normal y correcta del método.
- La diferencia entre los resultados aportados por dos laboratorios, obtenidos sobre materiales idénticos, no superará, más de una vez de cada 20, como media, el límite de reproducibilidad (R), en la utilización normal y correcta del método.

Se asegurará que la definición de un resultado de ensayo sea clara, bien haciendo referencia a los apartados del método de medición normalizado que se han seguido para obtener el resultado de ensayo, o mediante otros medios.

7.1.6 En general, es conveniente añadir al final de la sección dedicada a la precisión, una breve mención sobre el experimento de exactitud. Se sugiere la siguiente formulación:

- Los datos de exactitud han sido determinados a partir de un experimento organizado y analizado de acuerdo con NC-ISO 5725 – (parte) en (año), con un total de (p) laboratorios y (q) niveles. Los datos de () laboratorios contenían valores atípicos. Estos valores no fueron incluidos en el cálculo de las desviaciones típicas de repetibilidad y de reproducibilidad.

Es conveniente añadir una descripción de los materiales utilizados en el experimento de exactitud, especialmente cuando la veracidad y la precisión dependen de los materiales.

7.2 Aplicaciones prácticas de los valores de veracidad y precisión

Las aplicaciones prácticas de los valores de veracidad y precisión vienen descritas con detalle en la norma NC-ISO 5725-6. A continuación se dan algunos ejemplos.

7.2.1 Control de la aceptabilidad de resultados de ensayo

Una especificación de un producto podría requerir la repetición de mediciones, bajo condiciones de repetibilidad. La desviación típica (desviación estándar) de repetibilidad puede ser utilizada en tales circunstancias para verificar la aceptabilidad de los resultados de ensayo y decidir que acción debería tomarse si estos no son aceptables. Cuando tanto el suministrador como el cliente miden el mismo material y sus resultados difieren, las desviaciones típicas de la repetibilidad y de la reproducibilidad pueden utilizarse para decidir si la diferencia es de magnitud previsible por el método de medición.

7.2.2 Estabilidad de los resultados de ensayo dentro de un laboratorio

Efectuando regularmente mediciones sobre materiales de referencia, un laboratorio puede verificar la estabilidad de sus resultados y demostrar de forma evidente su competencia, tanto en lo que se refiere al sesgo como a la repetibilidad de sus ensayos.

7.2.3 Evaluación de la capacidad técnica de un laboratorio

Los sistemas de acreditación de laboratorios cada vez están más extendidos. El conocimiento de la veracidad y la precisión de un método de medición permite evaluar el sesgo y la repetibilidad de un laboratorio candidato, bien utilizando materiales de referencia o bien realizando una comparación ínter laboratorios.

7.2.4 Comparación de métodos de medición alternativos

Pueden existir dos métodos de medición para medir la misma propiedad, siendo uno más simple y menos caro que el otro, pero de menor generalidad en su aplicabilidad. Pueden utilizarse los valores de veracidad y precisión para justificar la utilización de un método menos costoso, para cierta gama restringida de materiales.

Anexo A
(normativo)

Símbolos y abreviaturas usadas en NC-ISO 5725

a	Ordenada en el origen en la relación $s = a + bm$
A	Factor utilizado para calcular la incertidumbre de una estimación
b	Pendiente en la relación $s = a + bm$
B	Componente de un resultado de ensayo que representa la desviación de un laboratorio respecto a la media general (componente del sesgo del laboratorio)
B_0	Componente de B que representa todos los factores que no varían en las condiciones intermedias de precisión
$B_{(1)}, B_{(2)}, \text{etc.}$	Componentes de B que representan factores que varían en condiciones intermedias de precisión
c	Ordenada en el origen en la relación $\lg s = c + d \lg m$
C, C', C''	Estadísticos de décimas
$C_{crit}, C'_{crit}, C''_{crit}$	Valores críticos para estadísticos de décimas
CD_P	Diferencia crítica para la probabilidad P
CR_P	Rango crítico para la probabilidad P
d	Pendiente en la relación $\lg s = c + d \lg m$
e	En un resultado de ensayo, componente que representa el error aleatorio en cada resultado de ensayo
f	Factor de rango crítico
$F_p(v_1, v_2)$	Percentil de orden p de la distribución F con v_1 y v_2 grados de libertad
G	Estadístico de décima Grubbs
h	Estadístico de décima de Mandel, de coherencia íterlaboratorios
k	Estadístico de décima de Mandel, de coherencia intralaboratorio
LCI	Límite de control inferior (límite de acción o límite de seguridad)
LCS	Límite de control superior (límite de acción o límite de seguridad)

m	Media general de la propiedad de ensayo; nivel
M	Número de factores estudiados en condiciones intermedias de precisión
MR	Material de referencia
n	Número de resultados de ensayo obtenidos en un laboratorio, en un nivel dado (por clases)
N	Número de iteraciones
p	Número de laboratorios que participan en el ejercicio interlaboratorios
P	Probabilidad
q	Número de niveles de la propiedad de ensayo en el ejercicio interlaboratorios
r	Límite de repetibilidad
R	Límite de reproducibilidad
s	Valor estimado de la desviación típica (desviación estándar)
\hat{s}	Desviación típica (desviación estándar) prevista
t	Número de objetos o grupos de ensayo
T	Total o suma de una expresión
w	Rango de un conjunto de resultados de ensayo
W	Factor de ponderación utilizado para el cálculo una regresión ponderada
x	Datos usados para la dócima de Grubbs
y	Resultado de ensayo
\bar{y}	Media aritmética de resultados de ensayo
$\bar{\bar{y}}$	Media general de los resultados de ensayo
α	Nivel de significación
β	Probabilidad de error tipo II
γ	Cociente entre la desviación típica (desviación estándar) de reproducibilidad y la de repetibilidad (σ_R/σ_r)

Δ	Sesgo del laboratorio
$\hat{\Delta}$	Estimador de Δ
δ	Sesgo del método de medición
$\hat{\delta}$	Estimador 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 una propiedad de ensayo
ν	Número de grados de libertad
ℓ	Relación detectada entre las desviaciones típica de repetibilidad del método B y la del método A
σ	Valor verdadero de una desviación típica
τ	Componente en un resultado de ensayo que representa la variación debida al tiempo, desde la última calibración
ϕ	Relación detectada entre las raíces cuadradas de las medias cuadráticas interlaboratorios de los métodos B y A
$\chi_p^2(\nu)$	Percentil de orden p de la distribución χ^2 con ν grados de libertad

Símbolos utilizados como índices

C	Diferente calibración
E	Diferentes equipos de medición
<i>i</i>	identificador para un laboratorio particular
<i>I</i> ()	identificador para medidas intermedias de precisión; entre paréntesis, identificación del tipo de situación intermedia
<i>j</i>	identificador para un nivel particular (NC-ISO 5725-2) Identificador para un grupo de ensayos o para un factor (ISO 5725-3)
<i>k</i>	Identificador para un resultado de ensayo particular en un laboratorio <i>i</i> al nivel <i>j</i>
L	Ínterlaboratorio
m	Identificador para sesgo detectable

M	Muestra ínter ensayos
O	Diferente operador
<i>P</i>	Probabilidades
<i>r</i>	Repetibilidad
<i>R</i>	Reproducibilidad
T	Tiempo diferente
W	Intralaboratorio
1,2,3..	Numeración de los resultados de ensayo por el orden de obtención
(1), (2), (3)...	Numeración de los resultados de ensayo, en orden creciente

Anexo B
(normativo)

Gráficos de incertidumbre en las medidas de precisión

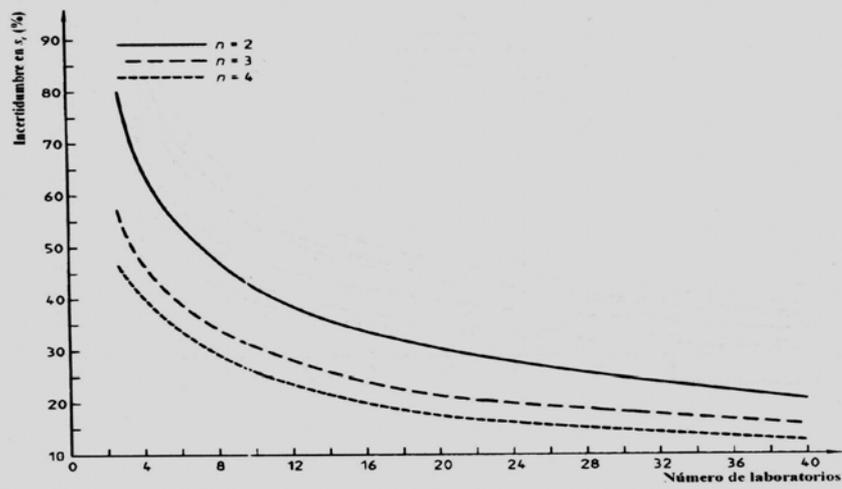


Fig. B.1 – Diferencia máxima esperable de s_i con respecto al verdadero valor, para una probabilidad del 95%

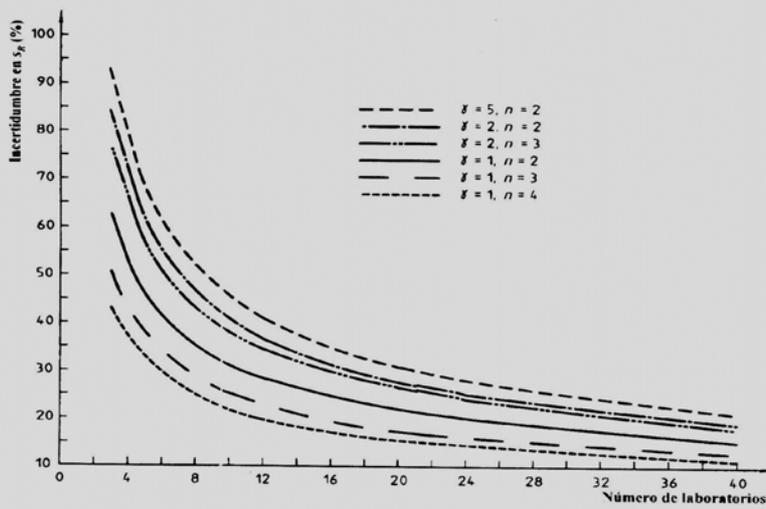


Fig. B.2 – Diferencia máxima esperable de s_R con respecto al verdadero valor, para una probabilidad del 95%

Anexo C
(informativo)

Bibliografía

- [1] NC-ISO 3534-2:1999, Estadística – Vocabulario y símbolos – Parte 2: Control estadístico de calidad
- [2] 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
- [3] ISO 5725-5: - ¹⁾, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 5: Alternative methods for determination of a standard measurement method
- [4] ISO 5725-6:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 6: Use in practice of accuracy values.
- [5] Guía ISO 33:1989, Uso de materiales de referencia certificados
- [6] Guía ISO 35:1989, Certificación de materiales de referencia – Generalidades y principios estadísticos