

Estudio comparativo de dos formas de estimación de la incertidumbre de un resultado analítico

Ferreira E., (*) Rey F., Escobar D., Narizano A.
Laboratorio Tecnológico del Uruguay LATU
Sector Análisis Químico Área Lácteos
Av. Italia 6201 Montevideo Uruguay
Tel 5982 6013724 int 277 email:



OBJETIVO

Validación del método utilizado para el cálculo de la incertidumbre en el laboratorio de Análisis Químico, Área Lácteos respecto al método descrito por la "Guía

EURACHEM/CITAC para la Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas" y Guía ISO para la Expresión de la Incertidumbre en una Medida.

METODOLOGIA UTILIZADA

A. Se realiza la estimación de la componente aleatoria de la incertidumbre del proceso en base a la desviación estándar calculada a partir de gráficos de control de rangos de Shewart. La estimación de la incertidumbre debida al sesgo se obtiene de los resultados de ensayos de aptitud.

B. Los resultados se comparan con los obtenidos utilizando las Guías ISO/EURACHEM. La componente aleatoria en este caso es la desviación estándar de gráficos de Shewart de valor medio de muestras control internas a la cual se suman las componentes provenientes del sesgo correspondientes a cada una de las fuentes individuales para la estimación de la incertidumbre total.

RESULTADOS

Se evaluaron los siguientes métodos

- extracto seco en leche fluida
- materia grasa en leche fluida entera y descremada por método de referencia (Röse-Gottlieb)
- materia grasa en leche fluida por método de rutina (Gerber)

- proteína en leche fluida
- humedad en quesos
- materia grasa en quesos (Gerber)

1. extracto seco en leche fluida

A Incertidumbre aleatoria $u_s = 0,027$ g/100g
Incertidumbre debida al sesgo $S_d = 0,025$ g/100g
 $u_{total} = 0,037$ g/100g

B Según Guía ISO/EURACHEM
Fuentes:
Toma (1)
Peso constante (2)
 $u_1 = 0,00050$ g
 $u_2 = 0,00029$ g

Incertidumbre debida al sesgo = $0,0013$ g/100g
Incertidumbre aleatoria = $0,036$ g/100g
 $u_{total} = 0,036$ g/100g

2. materia grasa en leche fluida entera y descremada por método de referencia (Röse-Gottlieb)

A Leche entera
Incertidumbre aleatoria $u_s = 0,0083$ g/100g
Incertidumbre debida al sesgo $S_d = 0,0073$ g/100g
 $u_{total} = 0,0096$ g/100g

Leche descremada
Incertidumbre aleatoria $u_s = 0,0044$ g/100g
Incertidumbre debida al sesgo $S_d = 0,0065$ g/100g
 $u_{total} = 0,0078$ V

B Según Guía ISO/EURACHEM
Fuentes
Toma (1)
Peso constante (2)
Peso extracto (3)
 $u_1 = 0,00035$ g
 $u_2 = 0,00029$ g
 $u_3 = 0,00043$ g

Leche entera
Incertidumbre debida al sesgo = $0,0052$ g/100g
Incertidumbre aleatoria = $0,0040$ g/100g
 $u_{total} = 0,0066$ g/100g

Leche descremada
Incertidumbre debida al sesgo = $0,0052$ g/100g
Incertidumbre aleatoria = $0,0040$ g/100g
 $u_{total} = 0,0066$ g/100g

3. materia grasa en leche fluida por método de rutina (Gerber)

A Incertidumbre aleatoria $u_s = 0,024$ g/100g
Incertidumbre debida al sesgo $S_d = 0,021$ g/100g
 $u_{total} = 0,032$ g/100g

B Según Guía ISO/EURACHEM
Fuentes
butirómetro (1)
toma (2)
lectura constante (3)
 $u_1 = 0,0094$ g/100g
 $u_2 = 0,0082$ g
 $u_3 = 0,029$ g

Incertidumbre debida al sesgo = $0,030$ g/100g
Incertidumbre aleatoria = $0,029$ g/100g
 $u_{total} = 0,042$ g/100g

CONCLUSIONES

Se concluye que la incertidumbre estimada según el procedimiento desarrollado por el sector asegura que se informa a los clientes resultados con incertidumbres asociadas no inferiores a las estimadas según Guías ISO/Eurachem con lo cual el procedimiento se valida.

4. proteína en leche fluida

Incertidumbre aleatoria $u_s = 0,015$ g/100g
Incertidumbre debida al sesgo $S_d = 0,012$ g/100g
 $u_{total} = 0,019$ g/100g

B Fuentes
Normalidad del ácido (1)
gastos (2)
Peso atómico del N (3)
Toma (4)
 $u_1 = 0,00014$ eq./L
 $u_2 = 0,016$ ml
 $u_3 = 0,00029$ g
 $u_4 = 0,00035$ g

Incertidumbre debida al sesgo = $0,0049$ g/100g
Incertidumbre aleatoria = $0,017$ g/100g
 $u_{total} = 0,017$ g/100g

5. humedad en quesos

Incertidumbre aleatoria $u_s = 0,12$ g/100g
Incertidumbre debida al sesgo $S_d = 0,24$ g/100g
 $u_{total} = 0,27$ g/100g

B Según Guía ISO/EURACHEM
Fuentes
toma (1)
peso constante (2)
 $u_1 = 0,00052$ g
 $u_2 = 0,00058$ g

Incertidumbre debida al sesgo = $0,044$ g/100g
Incertidumbre aleatoria = $0,16$ g/100g
 $u_{total} = 0,17$ g/100g

6. materia grasa en quesos (Gerber)

Incertidumbre aleatoria $u_s = 0,21$ g/100g
Incertidumbre debida al sesgo $S_d = 0,24$ g/100g
 $u_{total} = 0,32$ g/100g

B Según Guía ISO/EURACHEM
Fuentes
toma (1)
butirómetro (2)
lectura constante (3)
 $u_1 = 0,0082$ g
 $u_2 = 0,092$ g/100g
 $u_3 = 0,29$ g

Incertidumbre debida al sesgo = $0,31$ g/100g
Incertidumbre aleatoria = $0,29$ g/100g
 $u_{total} = 0,42$ g/100g

CUADRO COMPARATIVO

| Método | A | B |
|----------|--------|--------|
| 1 | 0.037 | 0.036 |
| 2 entera | 0.0096 | 0.0066 |
| descr. | 0.0078 | 0.0066 |
| 3 | 0.032 | 0.042 |
| 4 | 0.019 | 0.017 |
| 5 | 0.27 | 0.17 |
| 6 | 0.32 | 0.42 |