

# **Guía Técnica de Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida en la Medición de Parámetros Bromatológicos de Leche en Polvo**

**México, agosto 2013**

**Derechos reservados ©**

## PRESENTACIÓN

Durante la evaluación de la competencia técnica de los laboratorios de calibración y de ensayo, la demostración de la trazabilidad metrológica y la estimación de la incertidumbre de medida, requiere la aplicación de criterios técnicos uniformes y consistentes.

Con el propósito de asegurar la uniformidad y consistencia de los criterios técnicos en la evaluación de la trazabilidad metrológica y la incertidumbre de medida, la entidad mexicana de acreditación, a. c., solicitó al Centro Nacional de Metrología que encabezara un programa de elaboración de Guías Técnicas de Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida.

Los Comités de Evaluación, a través de los Subcomités de los Laboratorios de Calibración y de Ensayo, se incorporan a este programa y su participación está orientada a transmitir sus conocimientos y experiencias técnicas en la puesta en práctica de las Políticas de Trazabilidad y de Incertidumbre establecidas por ema, mediante el consenso de sus grupos técnicos de apoyo. La incorporación de estos conocimientos y experiencias a las Guías, las constituyen en referencias técnicas para usarse en la evaluación de la competencia técnica de los laboratorios de calibración y ensayo.

En este programa, el CENAM se ocupa, entre otras actividades, de coordinar el programa de las Guías Técnicas; proponer criterios técnicos sobre la materia; validar los documentos producidos; procurar que todas las opiniones pertinentes sean apropiadamente consideradas en los documentos; apoyar la elaboración de las Guías con eventos de capacitación; asegurar la consistencia de las Guías con los documentos de referencia indicados al final de este documento.

La elaboración de las Guías está vinculada con la responsabilidad que comparten mutuamente los laboratorios acreditados de calibración y de ensayo, de ofrecer servicios con validez técnica en el marco de la evaluación de la conformidad. La calidad de estos servicios se apoya en la confiabilidad y uniformidad de las mediciones, cuyo fundamento está establecido en la trazabilidad metrológica y en la incertidumbre de medida. Los que ejercitan la evaluación de la competencia técnica de los laboratorios, así como los que realizan la práctica rutinaria de los servicios acreditados de calibración y ensayo, encontrarán en las Guías una referencia técnica de apoyo para el aseguramiento de las mediciones.

Las Guías Técnicas de Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida no reemplazan a los documentos de referencia en que se fundamentan las políticas de trazabilidad e incertidumbre de ema. Las Guías aportan criterios técnicos que servirán de apoyo a la aplicación de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006. La consistencia de las Guías con esta norma y con los demás

documentos de referencia, permitirá conseguir el propósito de asegurar la confiabilidad de la evaluación de la conformidad por parte de los laboratorios de calibración y ensayo.

**Dr. Héctor O. Nava Jaimes**  
Director General  
Centro Nacional de Metrología

**María Isabel López Martínez**  
Directora Ejecutiva  
entidad mexicana de acreditación, a.c.

---

**GRUPO DE TRABAJO**

**QUE PARTICIPÓ EN LA ELABORACIÓN DE ESTA GUÍA TÉCNICA**

Ana Guadalupe Cevallos Rojas	Liconsa S.A. de C.V.
Carlos Alberto Maciel Delgado	Liconsa S.A. de C.V.
Gerardo González Garza	Liconsa S.A. de C.V.
José Luis Gallardo Valerio	Liconsa S.A. de C.V.
Karla Nadia Torres Muñiz	Centro de Control Total de Calidades del Bajío, S.A. de C.V.
Laura Regalado Contreras	CENAM

## ÍNDICE

PRESENTACIÓN.....	2
GRUPO DE TRABAJO .....	4
1. PROPÓSITO DE LA GUÍA TÉCNICA.....	6
2. ALCANCE DE LA GUÍA TÉCNICA.....	6
3. MENSURANDO .....	7
4. MÉTODO Y SISTEMA DE MEDIDA .....	8
5. CONFIRMACIÓN METROLÓGICA.....	10
6. TRAZABILIDAD METROLÓGICA DE LAS MEDICIONES .....	10
7. INCERTIDUMBRE DE MEDIDA .....	14
8. VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE MEDIDA .....	17
9. BUENAS PRÁCTICAS DE MEDIDA .....	17
10. REFERENCIAS .....	18
ANEXO I.....	19
ANEXO II.....	21

## 1. PROPÓSITO DE LA GUÍA TÉCNICA

El propósito de una Guía Técnica es establecer los criterios de trazabilidad metrológica y los requisitos mínimos para la estimación de incertidumbre en la determinación de parámetros bromatológicos (humedad, cenizas, grasa, proteínas, lactosa, hierro) en leche en polvo para lograr obtener resultados confiables.

Estos criterios serán aplicados por:

- Los evaluadores de laboratorios de ensayo para el proceso de acreditación.
- Los laboratorios en preparación para ser acreditados.
- Los interesados en iniciar un laboratorio de ensayo.

Esta Guía Técnica de Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida está destinada a complementar y dar detalles sobre la forma de cumplir los requisitos de las mediciones que están establecidos en la NMX-EC-17025-IMNC-2008 [2]. En ningún caso debe interpretarse el contenido de esta guía técnica, como sustituto de los requisitos mencionados.

## 2. ALCANCE DE LA GUÍA TÉCNICA

Esta Guía Técnica es aplicable para aquellos laboratorios que determinen los parámetros bromatológicos (humedad, cenizas, grasa, proteína, lactosa, hierro) en leche en polvo. Los criterios y requisitos establecidos en esta guía aplican de manera única a aquellas mediciones que determinan el contenido de:

- Humedad, aplicando el método de desecación por estufa (método gravimétrico), NOM-243-SSA1-2010, Productos y servicios. Leche, formula láctea, producto lácteo combinado y derivados lácteos. Disposiciones y especificaciones sanitarias - Métodos de Prueba. Punto B.19.
- Cenizas, por tratamiento térmico, NMX-F-607-NORMEX-2002, Alimentos - Determinación de cenizas en alimentos - Métodos de prueba.
- Grasa, aplicando el método de Mojonnier (método gravimétrico), Official Methods of Analysis of A.O.A.C. International, 18th Ed. 2005, Revisión 3ª, 2010. Método 932.06 y 989.05.
- Proteína, aplicando el método Kjeldahl (método volumétrico), NOM-155-SCFI-2003, Leche fórmula láctea y producto lácteo combinado - Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.

- Lactosa, aplicando el método de cromatografía líquida, NOM-155-SCFI-2003, Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado - Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.
- Hierro, aplicando el método por Espectroscopia de Absorción Atómica (Método instrumental), NOM-117-SSA1-1994, Bienes y servicios. Métodos de prueba para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño, cobre, fierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por espectrometría de absorción atómica.

### 3. MENSURANDO

En esta Guía Técnica serán considerados como mensurandos los siguientes componentes: humedad, grasa, proteína, lactosa y hierro, en una muestra de leche en polvo.

Parámetro	Mensurando	Unidades
Humedad	Contenido de agua	% en peso
Cenizas	Contenido de cenizas	% en peso
Grasa	Contenido de grasa	% en peso
Proteína	Contenido de nitrógeno	% en peso o volumen
Lactosa	Contenido de lactosa	% en peso
Hierro	Concentración de hierro total	mg/L

El grupo evaluador debe solicitar evidencia de la identificación clara y precisa de los mensurandos sujetos al alcance de la acreditación y que son considerados en la determinación de los parámetros bromatológicos de leche en polvo de acuerdo a lo descrito en esta Guía Técnica.

En la elaboración de los informes de resultados de ensayo, en caso de que los métodos de ensayo o los clientes requieran la expresión del mensurando en unidades diferentes a las del SI, se debe reportar el resultado en las unidades del SI [3] y a su vez en las unidades equivalentes como parte del informe de resultados.

#### 3.1. Intervalo de Trabajo de Medición

El intervalo de medición se describe con el valor mínimo y el valor máximo del conjunto de valores del mensurando que se obtienen típicamente al aplicar el método de medición, para el caso de parámetros bromatológicos, los intervalos de trabajo se muestran en la siguiente tabla:

Parámetro	Valor mínimo	Valor máximo
Humedad	3 %	4 %
Cenizas	2 %	9 %
Grasa	0.6 %	27 %
Proteína	20 %	38 %
Lactosa	35 %	60 %
Hierro	90 mg/kg	120 mg/kg

### 3.2. Incertidumbre de Medida Esperada

La incertidumbre de medida esperada en las diferentes metodologías (humedad, cenizas, grasa, proteína, lactosa y hierro), deberá ser el resultado de considerar y aplicar al menos las fuentes de incertidumbre de medida y criterios descritos en el punto 7 y desarrolladas en los ejemplos del anexo II de esta guía.

## 4. MÉTODO Y SISTEMA DE MEDIDA

### 4.1. Método de Medida

*Método de Medida (Medición):* Descripción genérica de la secuencia lógica de operaciones utilizadas en una medición. [1]

A continuación se presentan los métodos de medida sugeridos para la medición de cada mensurando:

Mensurando	Norma sugerida
Humedad	NOM-243-SSA1-2010, Productos y servicios. Leche, formula láctea, producto lácteo combinado y derivados lácteos. Disposiciones y especificaciones sanitarias. NOM-116-SSA1-1994, Bienes y servicios - Determinación de humedad en alimentos por tratamiento térmico - Método por arena o gasa.
Cenizas	NMX-F-607-NORMEX-2002, Alimentos - determinación de cenizas en alimentos - métodos de prueba.
Grasa	NOM-086-SSA1-1994, Alimentos y bebidas no alcohólicas con modificaciones en su composición - Especificaciones nutrimentales. NMX-F-615-NORMEX-2004, Determinación de extracto etéreo (Método Soxhlet) en alimentos - Métodos de prueba.

Mensurando	Norma sugerida
Proteína	NMX-F-608-NORMEX-2011, Determinación de proteína en alimentos - Método de prueba.
Lactosa	NOM-155-SCFI-2012, Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado - Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.
Hierro	NOM-117-SSA1-1994, Bienes y servicios - Método de prueba para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño, cobre, fierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable, y agua purificada por espectrometría de absorción atómica.

El laboratorio puede utilizar un método distinto a los sugeridos en la tabla, para la obtención de cualquiera de los mensurandos, siempre y cuando este método de medición este validado y el laboratorio demuestre su competencia técnica para aplicarlo.

#### 4.2. Procedimiento de medida

El procedimiento de medida será de acuerdo a lo establecido en cada una de las normas aplicables para la determinación de cada uno de los mensurandos o en los procedimientos internos de los laboratorios de acuerdo a lo descrito en la NMX-EC-17025-IMNC-2006 [2].

#### 4.3. Equipos, instrumentos e instalaciones

- Balanza analítica con capacidad de 0.0001 g
- Marco de pesas o juego de pesas con alcance máx. 200 g
- Estufa de secado 98-102%
- Mufla 500-550 °C
- Centrifuga para tubos de extracción Mojonnier.
- Equipo Kjeldahl o similar
- Termómetro líquido en vidrio calibrado -10 a 110 °C
- Bureta (digital) 0-50 mL verificada o calibrada
- Dispensador de agua destilada
- Espectrofotómetros de absorción atómica o equivalente

#### 4.4. Competencia técnica del personal

El personal que lleve a cabo la determinación y cuantificación de los diferentes mensurandos deberá:

- Tener conocimiento de las condiciones y cuidados necesarios para manejar una balanza analítica adecuadamente.
- Saber interpretar los resultados emitidos en los certificados de calibración y verificación de las balanzas analíticas y como repercuten en el resultado emitido.
- Saber cómo se verifica una balanza analítica.
- Saber el fundamento y puntos críticos de la metodología a aplicar.
- Saber y aplicar las buenas prácticas de medición y de seguridad en el laboratorio.
- Tener conocimiento de las condiciones óptimas de funcionamiento de los equipos a utilizar (Equipo micro Kjeldahl para proteínas y de absorción atómica para el caso de hierro).
- Contar con los requisitos técnicos necesarios para poder realizar cada metodología (pruebas de aptitud y desempeño inicial), estipulados en la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 [2].

## 5. CONFIRMACIÓN METROLÓGICA

El laboratorio deberá asegurarse de cumplir con los requisitos estadísticos y con los criterios de aplicación de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 [2], para poder confirmar la metodología utilizando equipos que estén calificados para medir con exactitud la concentración del mensurando.

### 5.1. Confirmación metrológica

*Confirmación metrológica:* Conjunto de operaciones requeridas para asegurar que el equipo de medición es conforme a los requisitos correspondientes a su uso previsto.

Nota 1. La confirmación metrológica generalmente incluyen la calibración y verificación, cualquier ajuste o reparación necesario y la subsiguiente re calibración, la comparación con los requisitos metrológicos para el uso previsto del equipo, así como cualquier sellado y etiquetado requerido.

Nota 2. La confirmación metrológica se obtiene cuando se ha demostrado y documentado la adecuación del equipo de medición para el uso previsto.

Nota 3. Los requisitos para el uso previsto del equipo de medición, incluyen consideraciones tales como alcance, resolución y error máximo permitido [5].

## 6. TRAZABILIDAD METROLÓGICA DE LAS MEDICIONES

La trazabilidad metrológica de las mediciones para determinar los parámetros bromatológicos de leche en polvo, deben ser acordes a lo establecido en la política de trazabilidad de las mediciones de ema [7].

## 6.1. Trazabilidad metrológica, calibración y patrón

*Trazabilidad metrológica:* Propiedad de un resultado de medida por la cual el resultado pueda relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida. [1]

### NOTAS

- i. El resultado de una medida o el valor de un patrón están relacionadas con referencias determinadas.
- ii. Este concepto se expresa frecuentemente por el adjetivo trazable.
- iii. La cadena ininterrumpida de comparaciones es llamada cadena de trazabilidad metrológica.

*Patrón de medida:* Realización de la definición de una magnitud dada, con un valor determinado y una incertidumbre de medida asociada, tomada como referencia [1].

*Calibración:* Operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los patrones de medida, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres de medida asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medida a partir de una indicación [1].

*Verificación:* Confirmación y provisión de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos especificados [1].

Debe notarse que la calibración NO incluye operaciones de ajuste, y tampoco implica la comparación con requisito alguno, por lo que debe entenderse que la verificación es una actividad no incluida en la calibración, aunque sean necesarios los resultados de una calibración para soportarla.

## 6.2. Utilidad de la trazabilidad metrológica

La trazabilidad metrológica es la propiedad de las mediciones que permite hacer comparaciones entre ellas, por lo que es indispensable para construir la confianza en las mismas. Cabe subrayar que sólo tienen sentido las comparaciones entre medidas asociadas a una misma magnitud.

La trazabilidad metrológica de una medición está relacionada con la disseminación de la unidad correspondiente a esa medición. La expresión del valor de una magnitud incluye la referencia a una unidad de medida, la cual ha sido elegida por acuerdo, y por tanto, las medidas de la misma magnitud deben estar referidas a la misma unidad. Aún cuando la definición de trazabilidad

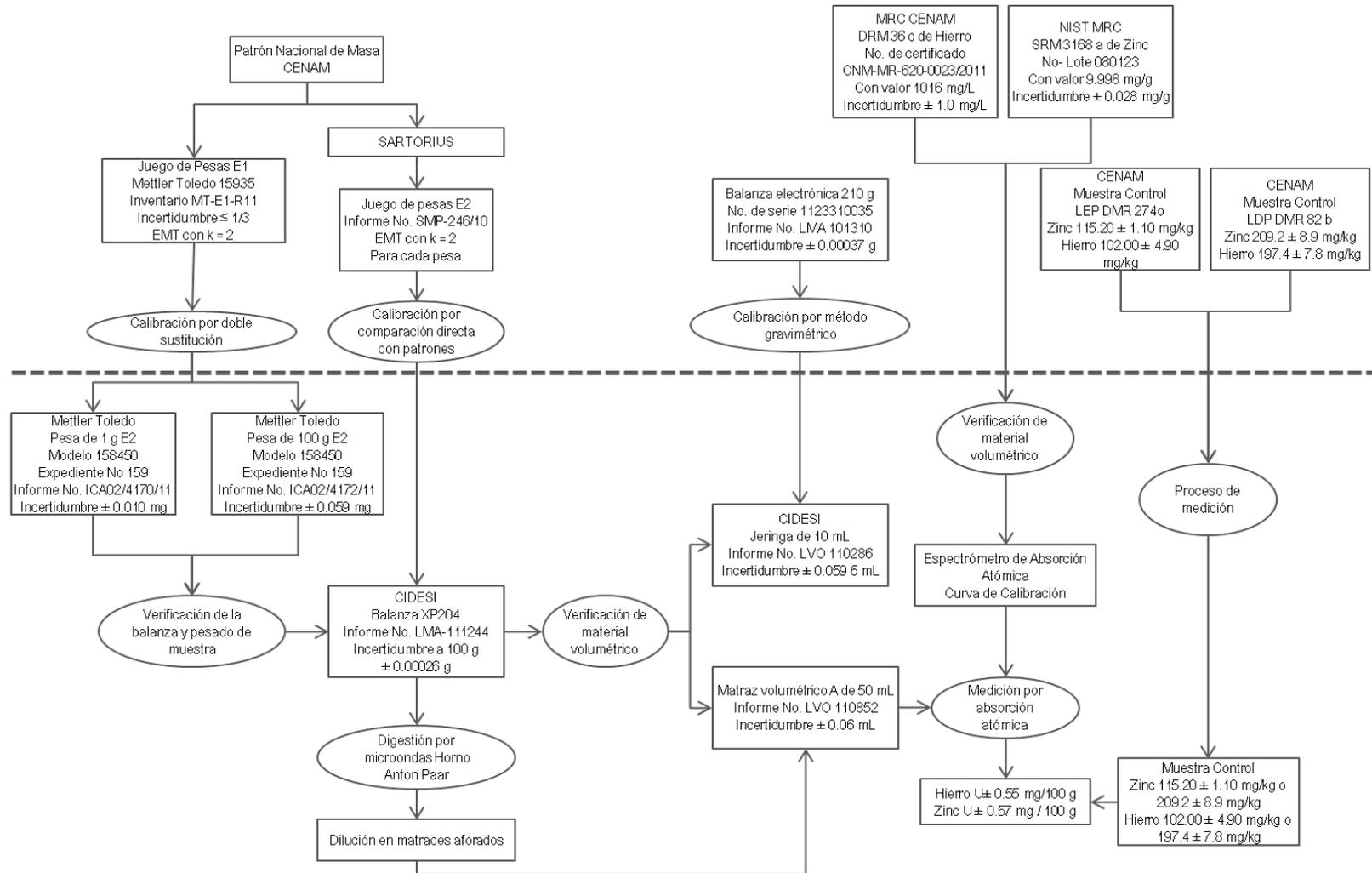
metrológica no impone limitaciones sobre la naturaleza de las referencias determinadas, es conveniente lograr la uniformidad universal de las mismas mediante el uso de las unidades del Sistema Internacional de Unidades, SI, las cuales ya han sido convenidas en el marco de la Convención del Metro. En México, es obligatorio el uso del Sistema General de Unidades de Medida [3], el cual contiene a las unidades del SI.

La definición de cada una de las unidades del SI puede llevarse a la práctica mediante el uso de algún instrumento, artefacto o sistema de medición, lo cual de hecho, es la realización física de la unidad de medida. Un patrón nacional de medida se establece mediante la realización física de una unidad de medición, con la característica de que mantiene, tanto la menor incertidumbre de medida en una nación, cuanto la comparabilidad con patrones nacionales de otros países. El patrón nacional constituye el primer eslabón de la cadena de trazabilidad metrológica en una nación. Estas realizaciones están usualmente bajo la responsabilidad de los institutos nacionales de metrología, quienes diseminan las unidades de medición al siguiente eslabón en la cadena de trazabilidad metrológica. Las calibraciones de instrumentos o patrones de medición constituyen los eslabones de la cadena de trazabilidad metrológica.

Las magnitudes derivadas tienen trazabilidad metrológica originada en más de una referencia determinada, en cuyo caso aparecen varias cadenas de trazabilidad metrológica que parten de las unidades base que componen la unidad derivada, y se encuentran en un punto de concurrencia que eventualmente conecta a las medidas bajo examen. Nuevamente, las cadenas pueden estar constituidas por calibraciones o por la aplicación apropiada de los métodos correspondientes.

### **6.3. Elementos de la trazabilidad metrológica**

El siguiente esquema muestra un ejemplo para documentar la trazabilidad metrológica de las mediciones realizadas para la determinación de hierro.



En el Anexo I de esta Guía Técnica se incluye un ejemplo de la documentación de trazabilidad metrológica e incertidumbre de medida de los métodos de ensayo (prueba) para la determinación de los mensurandos objeto de esta Guía Técnica.

Los evaluadores deben solicitar a los laboratorios la identificación clara y precisa del (los) mensurando(s) sujeto(s) al alcance de la acreditación incluidos en los Métodos de Medición que utilizan las Técnicas de Medición objeto de esta guía, empleando el formato de la tabla del Anexo 1.

## **7. INCERTIDUMBRE DE MEDIDA**

Los aspectos relacionados con la incertidumbre de las mediciones deben ser acordes con lo dispuesto en la política de incertidumbre de las mediciones de **ema** [8].

Las fuentes de incertidumbre de medida pueden provenir del resultado de datos experimentales o estimarse en base a suposiciones con fundamento científico.

### **7.1. Elementos de la incertidumbre de medida**

Para poder estimar la incertidumbre se debe considerar lo siguiente:

- a) Identificar el mensurando y establecer una ecuación matemática que relacione el mensurando con las magnitudes de entrada.
- b) Identificar las fuentes de incertidumbre.
- c) Cuantificar los componentes de la incertidumbre
- d) Combinar los valores

La incertidumbre del resultado de una medición generalmente consiste en varios componentes que pueden ser agrupados en dos categorías de acuerdo al método usado para estimar sus valores numéricos:

- a) Evaluación tipo A: Es aquella que se evalúa por métodos estadísticos.
  - Calcular la desviación estándar del promedio
  - Método de mínimos cuadrados para ajustar una curva a una serie de datos: desviación estándar de pendiente y ordenada
  - Análisis de varianza para identificar y cuantificar efectos aleatorios.
- b) Evaluación tipo B: Es aquella que se evalúa por medios diferentes a un análisis estadístico, está basada en el juicio científico usando toda la información disponible relevante como:

- Datos de experimentos previos
- Experiencia y/o conocimiento general del comportamiento de la propiedad, substancia o instrumento.
- Especificaciones del fabricante.
- Datos de calibración, reportes, informes
- Incertidumbre asignada tomada de manuales de referencia

Para convertir, una incertidumbre dada como un múltiplo de una desviación estándar estimada, a una incertidumbre estándar, se realiza dividiéndola por este múltiplo:

- Si se proporciona un intervalo de confianza con un nivel de confianza específico.

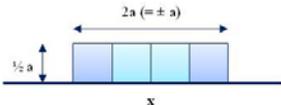
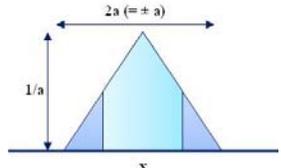
Ejemplo:

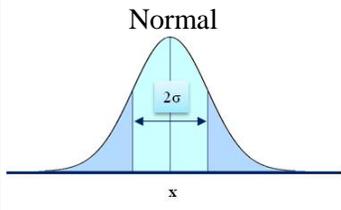
“± 0.2 mg con un 95 %”

Nivel de confianza de 95 % de tablas 1.96

$$u(x) = 0.2 / 1.96 = 0.1$$

- Si la probabilidad de la cantidad en cuestión está contenida en un intervalo con probabilidad de 100 %, es igualmente probable de que esté en cualquier parte del intervalo, por lo que se supone una distribución uniforme.
- Si se sabe que los valores de la cantidad en cuestión son más probables de estar en el centro que en los extremos de los límites un mejor modelo es la distribución normal o triangular.

Tipo de distribución	Emplear cuando	Incertidumbre estándar $u(x)$
<p style="text-align: center;">Uniforme</p> 	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Un certificado u otra especificación proporciona límites sin especificar el nivel de confianza.</li> <li>• Se estima en la forma de un intervalo (± a) sin conocimiento de la forma de la distribución.</li> </ul>	$u(x) = \frac{a}{\sqrt{3}}$
<p style="text-align: center;">Triangular</p> 	<ul style="list-style-type: none"> <li>• La información disponible relacionada a la variable x menos limitada que la correspondiente a la distribución uniforme. Los valores de x son más probables que se sitúen al centro que en los extremos.</li> <li>• Un estimado se realiza en la forma de un intervalo máximo (± a) descrito por una distribución simétrica</li> </ul>	$u(x) = \frac{a}{\sqrt{6}}$

Tipo de distribución	Emplear cuando	Incertidumbre estándar $u(x)$
 <p style="text-align: center;">Normal</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Se estima a partir de mediciones repetidas</li> </ul>	$u(x) = \frac{s}{\sqrt{n}}$ Donde: $s$ es la desviación estándar $n$ es el número de mediciones

### 7.1.1. Incertidumbre estándar ( $u_i$ )

Representa cada componente de incertidumbre que contribuye a la incertidumbre del resultado de una medición mediante la desviación estándar estimada ( $u_i$ ).

Tanto la componente de la evaluación tipo A como la componente de la evaluación tipo B, está representada por una cantidad  $u_i$ .

### 7.1.2. Incertidumbre estándar combinada ( $u_c$ )

Representa la estimación de la desviación estándar, a través de combinar las incertidumbres estándares ( $u_i$ ) obtenidas, usando el método llamado **Ley de la propagación de incertidumbres**.

Para realizar la estimación de la incertidumbre combinada ( $u_c$ ) se debe considerar que:

$$u_c = \sqrt{\sum [c_i \cdot u(x_i)]^2} = \sqrt{\sum_i \left[ \frac{\partial y}{\partial x_i} \cdot u(x_i) \right]^2} \quad (1)$$

Existen dos reglas para realizar la estimación de la incertidumbre combinada ( $u_c$ ), las cuales dependen de los modelos matemáticos para el cálculo del mensurando:

**Regla 1.** Para modelos que involucran sólo sumas y restas, la incertidumbre combinada  $u_c(y)$  está dada por la expresión:

$$u_c[y(x_1, x_2, x_3, \dots)] = \sqrt{u^2(x_1) + u^2(x_2) + u^2(x_3) + \dots} \quad (2)$$

**Regla 2.** Para modelos que involucran un producto o cociente, la incertidumbre combinada  $u_c(y)$  está dada por:

$$u_c[y(x_1, x_2, x_3, \dots)] = y \sqrt{\left[ \frac{u^2(x_1)}{x_1} \right]^2 + \left[ \frac{u^2(x_2)}{x_2} \right]^2 + \left[ \frac{u^2(x_3)}{x_3} \right]^2 + \dots} \quad (3)$$

### 7.1.3. Incertidumbre expandida ( $U$ )

Para la mayoría de los propósitos en mediciones químicas, se emplea la incertidumbre expandida ( $U$ ), la cual proporciona un intervalo dentro del cual se espera se sitúe el valor verdadero de un mensurando con un nivel de confianza específico.

La incertidumbre expandida se obtiene multiplicando la incertidumbre combinada,  $u_c(y)$ , por un factor de cobertura  $k$ . El valor de este factor se elige de acuerdo al nivel de confianza deseado. Normalmente se elige un factor de cobertura de  $k = 2$  para un nivel de confianza de aproximadamente 95 %.

$$U = k \cdot u_c(y), \quad k = 2 \text{ o } 3 \text{ típicamente} \quad (4)$$

En el Anexo II de esta Guía Técnica se indican cuáles son las fuentes de incertidumbre y su contribución en la estimación de incertidumbre de cada uno de los mensurandos objeto de esta Guía Técnica.

## 8. VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE MEDIDA

Los analistas deben cumplir con los parámetros estadísticos requeridos en la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 [2], para confirmar el método analítico a emplear así como participar en pruebas de evaluación de su desempeño ya sea mediante pruebas de aptitud externas o internas, utilizando muestras de referencia certificadas y verificar el cumplimiento de los criterios de aceptación establecidos.

El grupo evaluador debe verificar que el laboratorio cuente con registros de verificación de temperatura, intervalo de utilización de la balanza, aseguramiento de la calidad de los resultados (blanco de reactivos, uso de estándares, MR y MRC).

## 9. BUENAS PRÁCTICAS DE MEDIDA

Algunas buenas prácticas para realizar las técnicas instrumentales en que se emplea el espectrofotómetro de absorción atómica:

- Realizar registro de condiciones ambientales de los procesos de medición durante el análisis.
- Utilizar material volumétrico calibrado por un laboratorio acreditado (matraces, pipetas, probetas y buretas) y llevar control de los procesos de lavado aplicados antes de su utilización.
- Llevar control de la calidad del agua utilizada y verificar que se cumpla con la calidad de los reactivos utilizados en la prueba.

- Utilizar disoluciones estándar de referencia certificadas del mensurando a cuantificar y de una muestra de leche en polvo de referencia certificada y utilizada como control.
- Los equipos, balanzas y los termómetros utilizados deberán estar calibrados en el intervalo de uso.
- Realizar registros de las lecturas emitidas por los equipos y respaldar la información con una frecuencia establecida para contar con los registros primarios emitidos en el equipo.
- Verificar el buen funcionamiento del espectrofotómetro diariamente, mediante la optimización de la señal, confirmar sus límites de cuantificación y sensibilidad del método y evaluar que la señal de los blancos, muestras fortificadas, muestras de referencia y estándares certificados de control cumplan con los criterios de aceptación.
- Llevar control de las horas de lámparas en uso, de los gases empleados y pureza adecuada de los mismos.
- Llevar un buen control y limpieza del nebulizador y quemador.
- Calentar las lámparas de 15 a 30 min antes de su uso para evitar errores por el efecto de deriva.

## **10. REFERENCIAS**

- [1] NMX-Z-055-IMNC-2009, Vocabulario Internacional de Metrología - Conceptos fundamentales y generales, términos asociados (VIM); equivalente al documento ISO/IEC GUIDE 99:2007 y a la tercera edición del VIM.
- [2] NMX-EC-17025-IMNC-2006, Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.
- [3] NOM-008-SCFI-2002, Sistema General de Unidades de Medida.
- [4] NMX-CC-9000-IMNC-2008, Sistemas de Gestión de la Calidad - Fundamentos y Vocabulario.
- [5] NMX-CC-10012-IMNC-2004, Sistemas de Gestión de las Mediciones - Requisitos para los Procesos de Medición y los Equipos de Medición.
- [6] NMX-CH-140-IMNC-2002, Guía para la expresión de la incertidumbre de las mediciones; equivalente al documento Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 1995.
- [7] MP-CA006, Trazabilidad de las Mediciones - Política de ema vigente.
- [8] MP-CA005, Incertidumbre de Mediciones - Política de ema vigente.
- [9] EURACHEM / CITAC Guide CG 4, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, Second Edition. 2000
- [10] GUÍA GENÉRICA PARA LA ELABORACIÓN DE GUÍAS TÉCNICAS PARA MEDICIONES ANALÍTICAS México, Mayo de 2004

## ANEXO I

### EJEMPLO DE DOCUMENTACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA E INCERTIDUMBRE DE MEDIDA REQUERIDOS PARA LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS BROMATOLÓGICOS EN LECHE EN POLVO.

No	NOMBRE DE LA PRUEBA	SUBCOMITÉ	MATRIZ	MENSURANDO			REFERENCIA		TÉCNICA DE MEDICIÓN - TÉCNICA ANALÍTICA
				ANALITO, COMPUESTO O PARÁMETRO	MAGNITUD	UNIDADES	NORMA	DOCUMENTO	
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)
1	Parámetros bromatológicos en leche en polvo	alimentos	Leche en polvo	hierro	Fracción de masa de Fe	mg/kg	NOM-117-SSA1-1994	Clave del documento interno del laboratorio	Espectroscopia de Absorción Atómica

- (1) Número consecutivo
- (2) Nombre de la prueba
- (3) Nombre del subcomité
- (4) Especificar la matriz en la cual se encuentra el analito o compuesto. Por ejemplo: Leche, suelo, agua, aceite, cerámica, etc.
- (5) Nombre del analito o compuesto.
- (6) Indicar en las filas: el nombre de la magnitud de interés, nombre de aquellas magnitudes que son medidas para determinar el valor de la magnitud de interés, nombre de aquellas magnitudes de influencia que participan en la prueba. Usar tantas filas como sea necesario.
- (7) Unidades correspondientes al valor del mensurando, a aquellas magnitudes que son medidas para determinar el valor del mensurando, a aquellas magnitudes de influencia que participan en la prueba.
- (8) Norma(s) en la que se basa la medición de la magnitud correspondiente.
- (9) Nombre del (los) documento(s) (procedimiento interno, método de referencia nacional o internacional), en el que se basa la medición de la magnitud correspondiente.
- (10) Nombre de la técnica de medición o técnica analítica utilizada para realizar la medición de la magnitud correspondiente.

SISTEMA DE MEDICIÓN (11)	INSTRUMENTO, EQUIPO Y/O MATERIAL VOLUMÉTRICO CALIBRADO (12)	VALIDACIÓN DE MÉTODO DE MEDICIÓN (13)	CEIMA / CONFIRMACIÓN METROLÓGICA (14)	TRAZABILIDAD METROLÓGICA (15)			ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDIDA (16)	OBSERVACIONES
				MRC O PATRÓN DE REFERENCIA	MÉTODO DE REFERENCIA	INSTRUMENTO		
Espectrofotómetro de absorción atómica por flama	AA con flama, Balanzas	Validación parcial o total del método	Espectrofotómetro de Absorción Atómica	√			Si	

- (11) Nombre del instrumento o sistemas instrumentales de medición que se utilizan para efectuar la medición de cada magnitud.

- (12) Nombre del instrumento y/o material volumétrico calibrado
- (13) Indicar si requiere validación
- (14) Instrumento o Equipo que requiere calificación de equipos e instrumentos de medición analítica (CEIMA) o confirmación metrológica (CM)
- (15) Forma de establecer trazabilidad metrológica
- (16) Indicar si requiere estimar incertidumbre de medida

## ANEXO II

### ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE EN PARÁMETROS BROMATOLÓGICOS DE LECHE EN POLVO

Para todos los mensurandos, cuando el resultado del control empleado no entre dentro del intervalo de la incertidumbre declarada en el certificado, será necesario incluir el sesgo dentro de las fuentes de incertidumbre, de lo contrario no es necesario incluirlo.

#### A.1 Estimación de incertidumbre de medida en la determinación de humedad.

El modelo matemático involucrado para la determinación del porcentaje de humedad se muestra en la ecuación 1.

$$\% H = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (1)$$

Donde:

$m_1$	Masa de la charola vacía (g)
$m_2$	Masa de la charola con la muestra (g)
$m_3$	Masa de la charola con la muestra seca (g)

En la figura 1 se presenta el diagrama de flujo del procedimiento empleado para la determinación de humedad por tratamiento térmico:

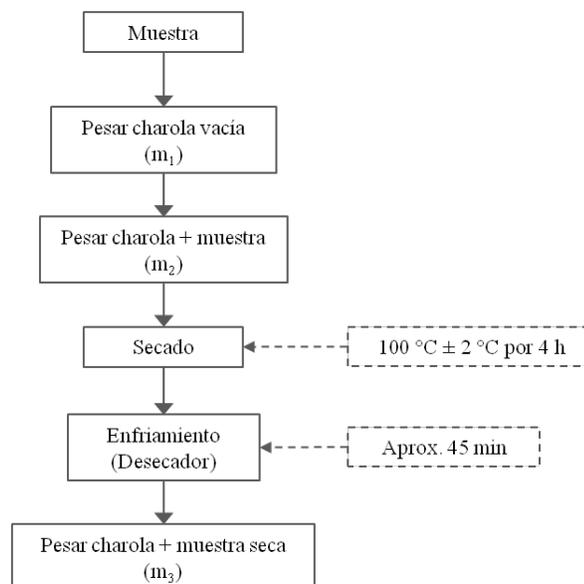


Figura 1. Procedimiento para la determinación de humedad por tratamiento térmico

Con base en la figura 1 y al modelo matemático de la ecuación 1, se identifican las fuentes de incertidumbre que intervienen en el proceso de medición del contenido de humedad y se elabora el diagrama causa efecto.

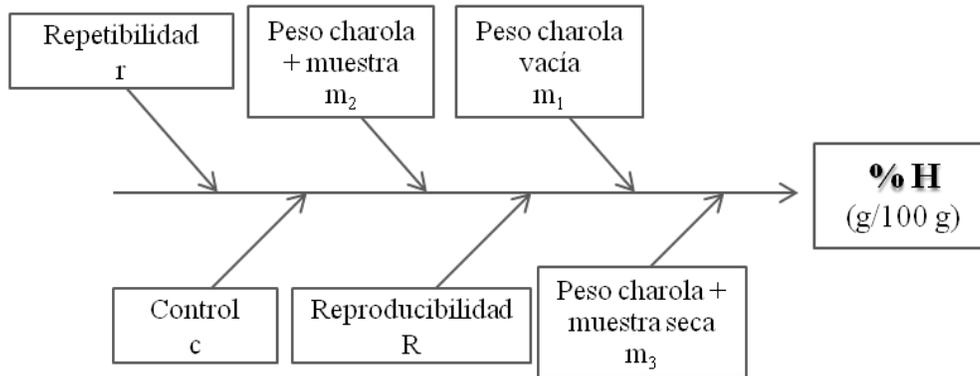


Figura 2. Diagrama causa - efecto para la determinación de humedad por el método de tratamiento térmico.

A continuación se describen las fuentes de incertidumbre de medida que son identificadas durante la determinación del porcentaje de humedad.

1. Contribución de incertidumbre por las mediciones de las masas involucradas en el modelo matemático ( $m_1$ ,  $m_2$  y  $m_3$ ) se identifican cuatro fuentes de incertidumbre de medida:
  - a) Repetibilidad balanza (Datos obtenidos del certificado de calibración)
  - b) Linealidad (exactitud) balanza (Datos obtenidos del certificado de calibración)
  - c) Resolución balanza (Datos obtenidos del certificado de calibración)
  - d) Repetibilidad del analista (Datos obtenidos de las mediciones realizadas o de datos históricos).
  
2. Contribución de incertidumbre por la repetibilidad del método, esta fuente consiste en:
 

El promedio de los resultados obtenidos de las mediciones realizadas por el analista bajo condiciones de repetibilidad, en este caso la incertidumbre de medida original ( $s$ ) de esta fuente de incertidumbre será la desviación estándar de los resultados obtenidos de estas mediciones.
  
3. Contribución de incertidumbre por la reproducibilidad del método, esta fuente consiste en:
 

El promedio de los resultados obtenidos las mediciones realizadas bajo condiciones de reproducibilidad, en este caso la incertidumbre de medida original ( $s$ ) será la desviación estándar de los resultados obtenidos de estas mediciones.

4. Contribución de incertidumbre por uso de control, se identifican 3 fuentes de incertidumbre:
- Material de referencia certificado (Datos del certificado del MRC)
  - Repetibilidad (Mediciones realizadas utilizando el MRC bajo condiciones de repetibilidad).
  - Sesgo del MRC (Resultado de la comparación de las mediciones obtenidas utilizando el MRC contra el valor indicado en el certificado del MRC).

## A.2 Estimación de incertidumbre de medida en la determinación del contenido de cenizas

El modelo matemático involucrado para la determinación del porcentaje de cenizas se presenta en la ecuación 2.

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (2)$$

Donde:

$m_1$	Masa del crisol vacío (g)
$m_2$	Masa del crisol con la muestra (g)
$m_3$	Masa del crisol con las cenizas (g)

En la figura 3 se presenta el diagrama de flujo del procedimiento empleado para la determinación del contenido de cenizas por el método de tratamiento térmico.

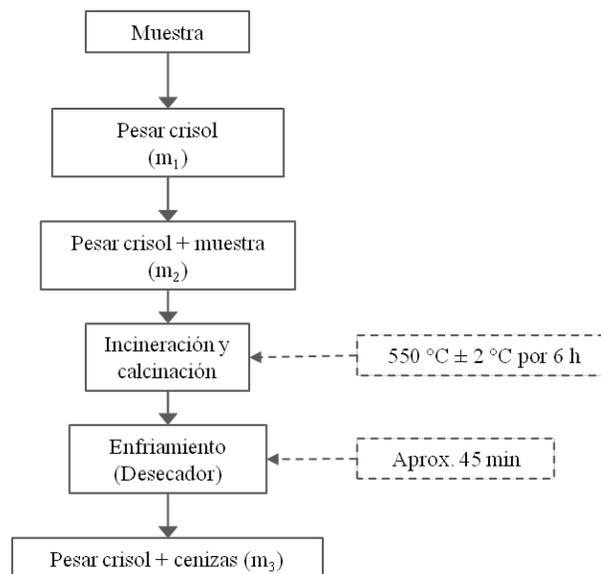


Figura 3. Procedimiento para la determinación de cenizas por tratamiento térmico

Con base en la figura 3 y al modelo matemático 2, se identifican las fuentes de incertidumbre que intervienen en el proceso de medición del contenido de cenizas y se elabora el diagrama causa efecto. Las fuentes de incertidumbre de medida que son identificadas durante la determinación del contenido de cenizas, son las mismas que las identificadas en la determinación de humedad.

### A.3 Estimación de incertidumbre de medida en la determinación del contenido de grasa (método Roëse Gottlieb)

El modelo matemático involucrado para la determinación del contenido de grasa es el siguiente:

$$\% \text{grasa} = \frac{(m_3 - m_2) - \text{blanco}}{m_1} \times 100 \quad (3)$$

Donde:

- $m_1$  Masa del tubo + muestra (g)
- $m_2$  Masa de la capsula vacía (g)
- $m_3$  Masa de la capsula + grasa (g)

En la figura 4 se presenta el diagrama de flujo del procedimiento empleado para la determinación de grasa por el método Roëse Gottlieb:

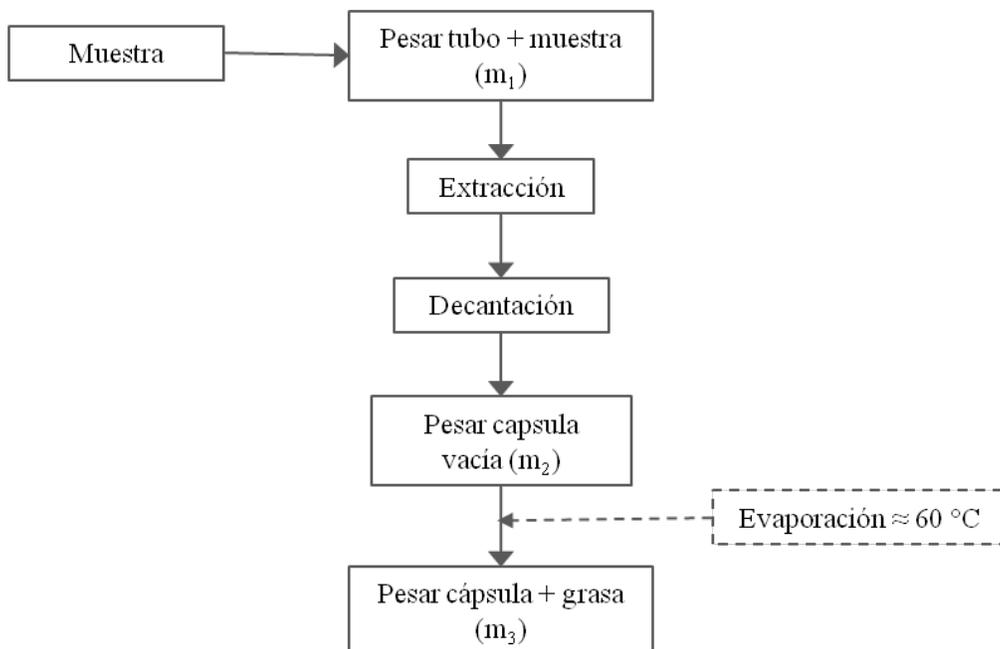


Figura 4. Procedimiento para la determinación del contenido de grasa por el método Roëse Gottlieb

En base a la figura 4 y al modelo matemático 3, se identifican las fuentes de incertidumbre que intervienen en el proceso de medición del contenido de grasa y se elabora el diagrama causa efecto.

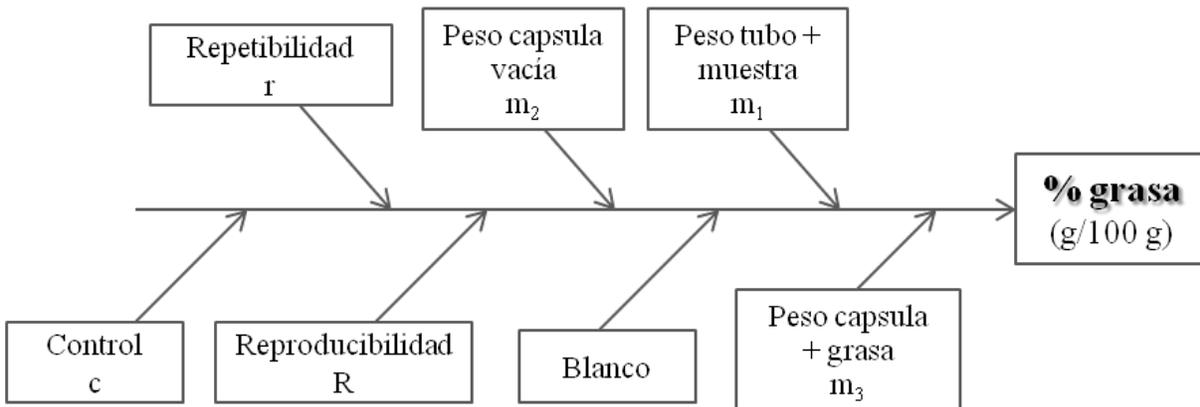


Figura 5. Diagrama causa - efecto para la determinación del contenido de grasa por el método Roëse Gottlieb

A continuación se describe la estimación de las fuentes de incertidumbre de medida que son identificadas durante el proceso de evaluación.

1. Contribución de incertidumbre debido a las mediciones de las masas involucradas en el modelo matemático ( $m_1$ ,  $m_2$  y  $m_3$ ) se identifican cuatro fuentes de incertidumbre de medida:
  - a) Repetibilidad balanza (Datos obtenidos del certificado de calibración).
  - b) Linealidad (exactitud) balanza (Datos obtenidos del certificado de calibración).
  - c) Resolución balanza (Datos obtenidos del certificado de calibración).
  - d) Repetibilidad del analista (Datos obtenidos de las mediciones realizadas o de datos históricos).
  
2. Contribución de incertidumbre debida a la repetibilidad del método para la determinación del contenido de grasa:
 

El promedio de los resultados obtenidos de las mediciones realizadas por el analista bajo condiciones de repetibilidad, en este caso la incertidumbre será la desviación estándar de los resultados de estas mediciones.
  
3. Contribución de incertidumbre debida a la reproducibilidad del método para la determinación del contenido de grasa:

El promedio de los resultados obtenidos de las mediciones realizadas bajo condiciones de reproducibilidad, en este caso la incertidumbre de medida original (s) será la desviación estándar de los resultados de estas mediciones.

4. Contribución de incertidumbre por uso de control, se identifican 3 fuentes de incertidumbre:
  - a) Material de referencia certificado (Datos del certificado del MRC)
  - b) Repetibilidad (Mediciones realizadas utilizando el MRC bajo condiciones de repetibilidad).
  - c) Sesgo del MRC (Resultado de la comparación de las mediciones obtenidas utilizando el MRC contra el valor indicado en el certificado del MRC).
5. Contribución de incertidumbre por reproducibilidad del blanco.

#### **A.4 Estimación de incertidumbre de medición de nitrógeno para la determinación del contenido de proteína (método Kjeldahl).**

El modelo matemático involucrado para la determinación del contenido de proteína se muestra en la ecuación 4.

$$\% \text{ proteína} = \frac{(V_m - V_b) \times N_{HCl} \times F \times 1.4007}{m} \quad (4)$$

Donde:

- $V_m$  Volumen del ácido clorhídrico gastado en la titulación de la muestra (mL)
- $V_b$  Volumen del ácido clorhídrico gastado en el blanco (mL)
- $N_{HCl}$  Normalidad del ácido clorhídrico
- $F$  Factor para transformar el nitrógeno en proteína (6.38)
- 1.4007 Equivalentes de nitrógeno
- $m$  Peso de la muestra (g)

En la figura 6 se presenta el diagrama de flujo del procedimiento empleado para la determinación de nitrógeno para la determinación del contenido de proteína por el método Kjeldahl:

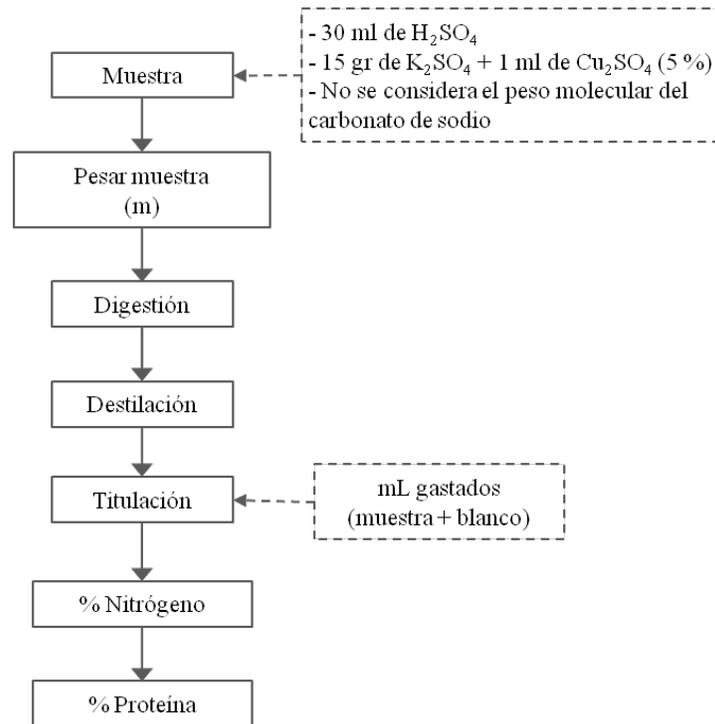


Figura 6. Procedimiento para la medición de nitrógeno para la determinación de proteína por el método Kjeldahl

En base al diagrama de la figura 6 y al modelo matemático 4 se identifican las fuentes de incertidumbre que intervienen en el proceso de medición del contenido de proteína y se elabora el diagrama causa efecto.

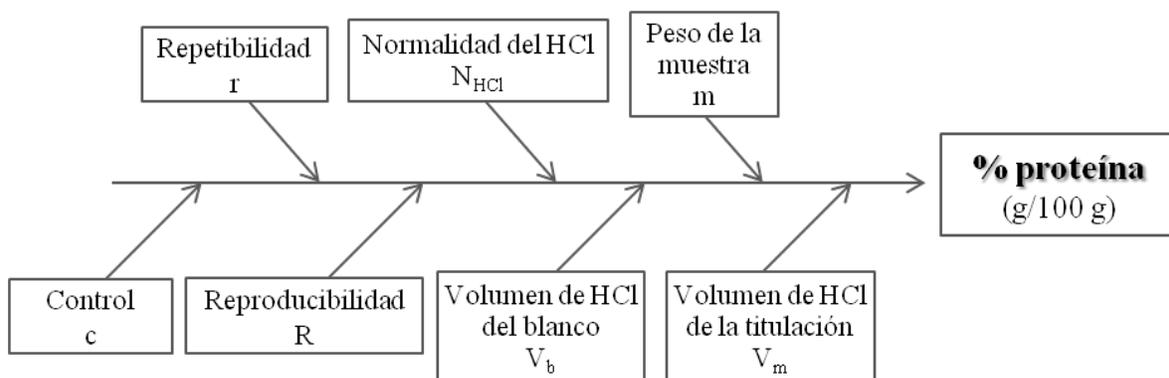


Figura 7. Diagrama causa - efecto para la medición de nitrógeno para la determinación de proteína por el método Kjeldahl

A continuación se describe la estimación de las fuentes de incertidumbre de medida que son identificadas durante el proceso de medición de nitrógeno para la determinación de proteína por el método Kjeldahl.

1. Contribución de incertidumbre por normalidad del ácido clorhídrico preparado:
  - a) Masa (Certificado de calibración).
  - b) Repetibilidad (Certificado de calibración).
  - c) Linealidad (Certificado de calibración).
  - d) Repetibilidad del analista (Datos obtenidos de las mediciones realizadas o de datos históricos).
  
2. Contribución de incertidumbre por la medición de volumen:
  - a) Variabilidad de la temperatura
  - b) Calibración de la bureta
  - c) Resolución de la bureta
  - d) Repetibilidad del analista
  
3. Contribución de incertidumbre por el peso molecular del  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ :
  - a) Pureza del  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  para valorar el ácido empleado en la titulación
  - b) Repetibilidad
  
4. Masa de la muestra (m):
  - a) Repetibilidad de la balanza (Datos del certificado de calibración de la balanza)
  - b) Linealidad (exactitud) de la balanza (Datos del certificado de calibración de la balanza).
  - c) Resolución de la balanza (Datos del certificado de calibración de la balanza).
  - d) Repetibilidad del analista (Datos experimentales o históricos).
  
5. Contribución de incertidumbre por volumen de la titulación.
  - a) Variabilidad de la temperatura ( $\Delta t = 1.2 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $V = 20 \text{ mL}$ ;  $\alpha = 2.1 \times 10^{-4}$ )
  - b) Calibración de la bureta (Certificado de calibración)
  - c) Especificación del fabricante (resolución)
  - d) Repetibilidad del analista durante la titulación de la muestra.
  - e) Repetibilidad del analista durante la titulación del blanco.
  
6. Contribución de incertidumbre debida a la repetibilidad de la medición del contenido de proteína

Se debe considerar el promedio de los resultados obtenidos de las mediciones realizadas por el analista bajo condiciones de repetibilidad, en este caso la incertidumbre de medida original (*s*) de esta fuente de incertidumbre será la desviación estándar de los resultados de estas mediciones.

7. Contribución de incertidumbre debida a la reproducibilidad de la medición del contenido de proteína

El promedio de los resultados obtenidos de las mediciones realizadas bajo condiciones de reproducibilidad, en este caso la incertidumbre de medida original (*s*) será la desviación estándar de los resultados obtenidos de estas mediciones.

8. Contribución de incertidumbre por el uso de control

- a) Valor de referencia
- b) Sesgo
- c) Reproducibilidad de la medición del MRC

**A.5 Estimación de incertidumbre en medición de lactosa empleando cromatografía de líquidos de alta resolución (CLAR).**

El modelo matemático involucrado para la determinación del contenido de lactosa se muestra en la ecuación 5.

$$A = cb_1 + b_0 \quad (5)$$

Para la cual se despeja la componente “*c*” que es la concentración:

$$c = \frac{(A - b_0)}{b_1} \quad (6)$$

Donde:

- c* Concentración resultado de la interpolación en la curva de calibración.
- A* Lectura observada del instrumento
- b*<sub>0</sub> Ordenada al origen de la curva de calibración
- b*<sub>1</sub> Pendiente de la curva de calibración

En la figura 8 se presenta el diagrama de flujo del procedimiento empleado para la medición del contenido de lactosa por cromatografía de líquidos de alta resolución (CLAR).

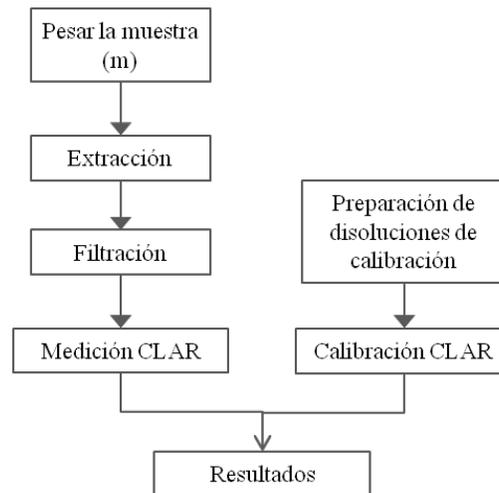


Figura 8. Procedimiento para la medición de lactosa

En base al diagrama de la figura 8 y al modelo matemático 5, se identifican las fuentes de incertidumbre que intervienen en el proceso de medición del contenido de lactosa y se elabora el diagrama causa efecto.

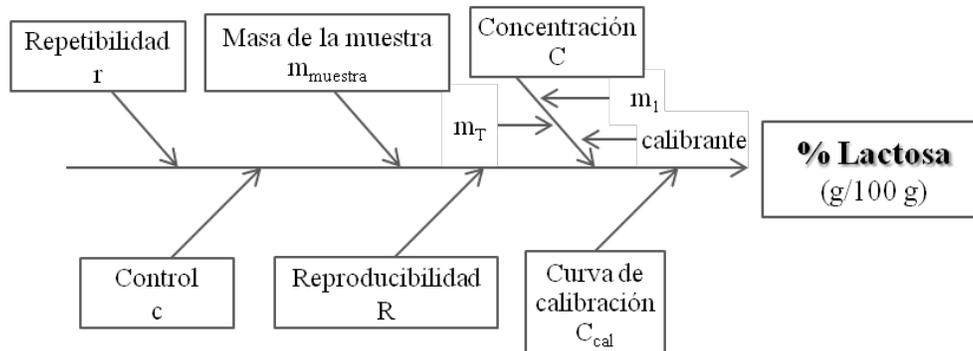


Figura 9. Diagrama causa - efecto para medición de lactosa.

A continuación se describe la estimación de las fuentes de incertidumbre de medida que son identificadas durante el proceso medición de lactosa.

1. Estimación de incertidumbre para la concentración (C)
2. Estimación de incertidumbre para la curva de calibración ( $C_{cal}$ ) de lactosa, el modelo matemático para la curva de calibración, es típicamente una línea recta.

La incertidumbre de medida de la concentración de masa debida a la curva de calibración puede calcularse por varios métodos (Ver apéndice E.3 de Eurachem / CITAC Guide, second edition

2000); el que se ejemplificará aquí es la incertidumbre de medida obtenida a partir de los datos de la curva de calibración expresada como una línea recta.

El diseño experimental típico para realizar una curva de calibración con “i” concentración de masas conocidas (disoluciones preparadas a partir de MRC) y “j” repeticiones (lecturas de la señal proporcionada el instrumento,  $\alpha$ ), con lo que se hace un arreglo  $x_i, y_j$  ( $\gamma_i, \alpha_j$ ).

Curvas de calibración

		$y_1$	$y_2$	.....	$y_j$
Concentraciones	$x_1$				
	$x_2$				
	$\vdots$				
	$\vdots$				
	$x_i$				$x_i, y_j$

Donde  $n = i * j$

Para este arreglo se realiza la regresión lineal  $b_1$  y  $b_0$ .

Con los datos obtenidos se determina la ecuación de la línea recta que representa la curva de calibración. La incertidumbre de medida estándar de la concentración de masa del elemento a medir “c”, mediante la respuesta del instrumento “A” se calcula como:

$$u_{c_{cal}} = \frac{S}{\beta_1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_0 - \bar{x})^2}{S_{xx}}} \quad (7)$$

Donde:

- $u_{c_{cal}}$  Incertidumbre de medida del mensurando obtenida por el instrumento calibrado.
- $S$  Desviación estándar residual del cálculo de regresión lineal
- $\beta_1$  Pendiente de la línea recta
- $p$  Número de replicas de la muestra estudio
- $n$  Número de disoluciones (puntos) empleados en la curva de calibración multiplicando por el número de replicas (lecturas) de cada disolución (punto), total de datos ( $i*j$ )
- $c_0$  Concentración en estudio (se recomienda que sea la muestra control cuando se realice las validaciones del método).
- $\bar{x}$  Promedio de las concentraciones de masa de las disoluciones empleadas en la curva de calibración.

$S_{xx}$  Suma de cuadrados de los residuales de las concentraciones obtenidas

La suma de cuadrados de los residuales de las concentraciones obtenidas  $S_{xx}$  y la desviación estándar residual  $S$  se calculan a partir de las ecuaciones 8 y 9 respectivamente:

$$S_{xx} = \sum_{j=1}^n (x_j - \bar{x})^2 \quad (8)$$

$$S = \frac{\sum_{j=1}^n (y_j - (\beta_0 + \beta_1 x_j))^2}{n - 2} \quad (9)$$

Donde:

- $S$  Desviación estándar residual del cálculo de regresión lineal.
- $y_j$  Las “ $j$ ” lecturas observadas correspondientes a  $\bar{x}$  conocidas con las que se calibro el instrumento.
- $\beta_0 + \beta_1 x_n$  Las “ $i$ ” lecturas ajustadas correspondientes a  $\bar{x}$  conocidas del instrumento en la curva de calibración.
- $n$  Número total de datos ( $i*j$ ).
- $S_{xx}$  Suma de cuadrados de los residuales de las concentraciones obtenidas.
- $x_i$  Concentración de masa de cada disolución de referencia  $i$  (MRC) empleadas en la curva de calibración.
- $\bar{x}$  Promedio de las concentraciones de las disoluciones de referencia empleadas en cada uno de los puntos de la curva de calibración.

#### **A.6 Estimación de incertidumbre de medida en la determinación del contenido de hierro por el método de espectrofotometría de absorción atómica.**

El modelo matemático involucrado para la determinación de hierro es el siguiente:

$$W = W_{(x-B)} \cdot f_{cd} \cdot f_d \quad (10)$$

Donde:

- $W_{(x-B)}$  Fracción de masa del analito en la muestra corregida por el blanco.
- $f_{cd}$  Factor de corrección por deriva.
- $f_d$  Factor de dilución.

Se debe considerar que:

$$f_{cd} = \frac{W_{MRC \text{ preparado}}}{W_{MRC \text{ experimental}}}$$

$$f_d = \frac{m_d}{m_m}$$

Donde:

$w$	Fracción de masa.
$m_d$	Peso final del diluyente de la muestra de la preparación gravimétrica.
$m_m$	Peso de la alícuota de la muestra en la preparación gravimétrica.

Para el caso en el que el resultado es reportado en términos de la concentración, el modelo matemático es el siguiente:

$$W_m = W_{(w_{x-B})} \cdot f_{cd} \cdot f_d \cdot \rho_m \quad (11)$$

Donde:

$\rho_m$	Densidad.
----------	-----------

Se debe considerar que:

$$f_r = \left( \frac{W_{m+MR} - W_m}{W_{MRm}} \right) \times 100 \quad (12)$$

Donde:

$f_r$	Factor de recobro.
$W_{m+MR}$	Fracción de masa del analito en la muestra adicional.
$w_m$	Fracción de masa del analito del MRC en la muestra obtenido por preparación gravimétrica.
$W_{MRm}$	Fracción de masa del analito del MRC en la muestra obtenido por preparación gravimétrica.

Se debe cumplir que  $95 \leq f_r \leq 105$

$$f_c = \frac{W_{MRC}}{W_{n \text{ exp}}} \quad (13)$$

En el siguiente diagrama se identifican las fuentes de incertidumbre de medida involucradas en determinación del contenido de hierro por el método de espectrofotometría de absorción atómica.

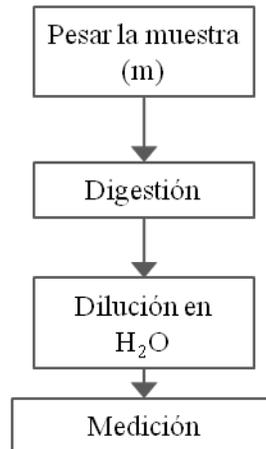


Figura 9. Procedimiento para la determinación del contenido de hierro por el método de espectrofotometría de absorción atómica.

En base al diagrama de la figura 9 y al modelo matemático se elabora el diagrama causa efecto.

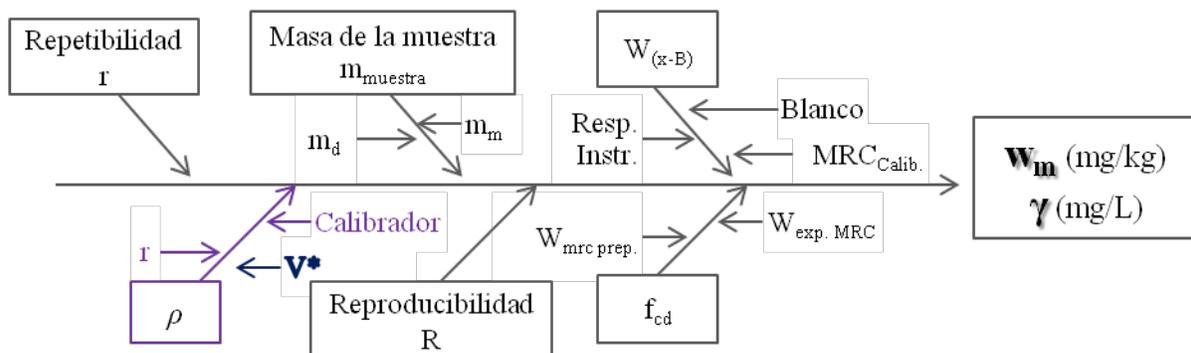


Figura 10. Diagrama causa - efecto para la determinación del contenido de hierro por el método de espectrofotometría de absorción atómica.

A continuación se describe la estimación de las fuentes de incertidumbre de medida que son identificadas durante el proceso de determinación del contenido de hierro por el método de espectrofotometría de absorción atómica.

1. Contribución de incertidumbre por la fracción de masa de Fe,  $w(w-B)$ 
  - a) Fracción de masa de B (Mediciones repetidas).
  - b) Fracción de masa de Fe de la curva de calibración (Datos obtenidos por regresión lineal).
  - c)  $w_{MRC} C_{cal}$  (Datos obtenidos de la preparación).

2. Contribución de incertidumbre por el factor de corrección  $f_c$ .
  - a)  $w_{MRC}$  (Datos obtenidos del certificado).
  - b)  $w_{exp}$ . (Datos obtenidos de las mediciones repetidas).
3. Contribución de incertidumbre por el factor de dilución  $f_{dl}$  (Datos obtenidos de las mediciones repetidas).
4. Contribución de incertidumbre por la fracción de masa de Fei, ( $\omega_{Fei}$ ).
5. Contribución de incertidumbre del método de medición.
6. Contribución de incertidumbre por la reproducibilidad de las mediciones de Hierro.