

ANALISIS DE ENSAYOS DE APTITUD

Dra. C. Puglisi, Lic J. Kawior, Prof.S.Forastieri Lic. J. García Skabar ,Téc. M. Liste, Lic. M. Ruiz de Arechavaleta, Lic. A. Hernandez.

INTI- SAI, Departamento de metrología científica industrial, INTI Física y Metrología, INTI Ambientes, INTI Química

cpuglisi@inti.gob.ar

OBJETIVO

En el presente trabajo se discuten distintos aspectos de la evaluación de ensayos de aptitud.

DESCRIPCIÓN

Los ensayos de aptitud pueden clasificarse en dos grupos: aquellos en los cuales se analizan parámetros con valor asignado y aquellos en los que se le asigna a dichos parámetros un valor de consenso entre los participantes.

El valor puede ser asignado por un laboratorio de referencia que pueda demostrar la trazabilidad de sus mediciones o por un grupo de laboratorios expertos. En el caso en que el valor se obtiene por consenso, no puede asegurarse la trazabilidad de este dato y en algunos casos este valor puede estar sesgado.

Anteriormente para el análisis estadístico de los datos se utilizaban los test de Cochran y Grubbs para la identificación de datos inconsistentes. Luego, estos se eliminaban y se determinaba el valor de consenso mediante un promedio de los datos estadísticamente aceptables. Si bien este método fue muy utilizado, presentaba el inconveniente de que cuando había mucha dispersión en los datos, el método no podía analizarlos correctamente.

En la actualidad se utiliza el método robusto como se describe en la Norma ISO 13528 (ref.1), en el cual se obtiene un promedio y una desviación estándar robusta a través de una serie de iteraciones.

RESULTADOS

Se muestran a continuación algunos ejemplos de la aplicación de esta metodología:

Ejemplo 1: Valor asignado.

Ensayo de aptitud: “CALIBRACIÓN DE INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN DE TEMPERATURA” PRM-02/2009. En este ejercicio los valores fueron asignados por el

laboratorio de temperatura de INTI-Física y Metrología. Los resultados de se evaluaron mediante el parametro E_n .

$$E_n = \frac{(x_i - x_{ref})}{\sqrt{U_i^2 + U_{ref}^2}}$$

Donde:

x_i = Valor informado por el participante

x_{ref} = Valor de referencia.

U_i = Incertidumbre expandida informada por el participante.

U_{ref} = Desviación estándar del valor de referencia.

De acuerdo con la Norma ISO 13528 (ref 1) se puede clasificar a los participantes de la siguiente forma:

$|E_n| < 1$ satisfactorio

$|E_n| \geq 1$ no satisfactorio

Tabla 1: Ejemplo de valores de E_n para 3 participantes

Pto. Calibración (°C)	Número de participante		
	1	2	3
-30	0,1	0,2	-
0	0,1	0,1	0,0
40	0,4	0,1	0,3
90	0,2	0,2	0,7
150	0,2	0,4	1,5
200	0,1	0,5	1,2
300	0,4	0,6	1,2
pto hielo	-	0,8	0,7

Ejemplo 2: Valor de consenso

Ensayo de aptitud: “BIFENILOS POLICLORADOS (PCB'S) EN ACEITES DE TRANSFORMADORES” PRQ-06/ 2012. La evaluación de desempeño de los participantes se realiza utilizando el parámetro z .

$$Z = (X_{1/2} - X_{ref}) / S_L$$

Donde:

$X_{1/2}$ = promedio para cada laboratorio

X_{ref} = valor asignado a los parámetro de la muestra enviada. (valor de consenso)

S_L = desviación estándar (estimador de la reproducibilidad o variancia entre laboratorios)

Es posible clasificar a los laboratorios de la siguiente forma (ref1):

$|z| \leq 2$ satisfactorio,

$2 < |z| < 3$ cuestionable,

$|z| \geq 3$ no satisfactorio.

Tabla 2: Ejemplo de valores de Z para 10 participantes

Nº Part	Muestra A
1	-1,9
2	-0,6
3	0,8
4	-0,4
5	-0,8
7	-1,2
8	-0,4
9	1,2
10	-0,4

Gráfico 1

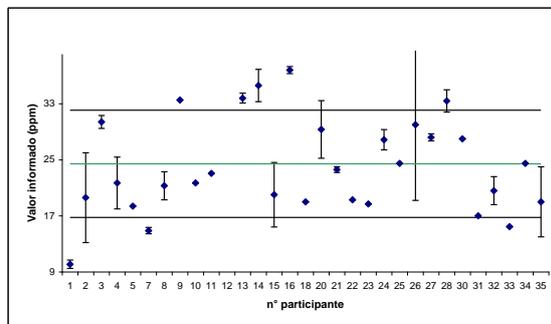


Gráfico 1: Datos enviados por los participantes Muestra A. Cada punto representa el valor enviado por cada participante. También se muestra el valor medio interlaboratorio y la desviación estándar del mismo.

En el gráfico 1 se muestra que el valor de consenso fue de 24,4 $\mu\text{g/g}$. La desviación estándar porcentual de este ensayo de aptitud resultó de 31.3%. Realizando una revisión histórica, puede verse que esta desviación se ha incrementado a lo largo de los últimos años.

Durante este ejercicio, el laboratorio de INTI Contaminantes Orgánicos, realizó la determinación para evaluar la posibilidad de

asignarle valor a las muestras. El valor obtenido por INTI Contaminantes difiere significativamente con el valor de consenso, por lo que se realizó una reunión de cierre con los participantes para ver posibles fuentes de error que hayan originado estos inconvenientes.

En la actualidad nos encontramos trabajando junto con los participantes y con INTI Contaminantes para planificar actividades que permitan mejorar la comparabilidad de los resultados.

CONCLUSIONES

La mejora de los métodos utilizados para el análisis estadístico de los resultados logró una optimización en la determinación del valor medio interlaboratorio. Sin embargo, en el caso de los interlaboratorios en los que los resultados presentan mucha dispersión, la desviación estándar interlaboratorios es alta. Cuando esto ocurre, y teniendo en cuenta la definición del parámetro z ya mencionada, se obtienen resultados satisfactorios incluso para aquellos participantes cuyo valor difiere considerablemente del valor medio interlaboratorio.

En este caso que la dispersión es elevada, conviene discutir con los participantes aspectos técnicos que permitan minimizar la misma.

REFERENCIAS:

1. Norma ISO 13528 (2005) : *Statistical method for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*
2. ISO/IEC 17043 *Conformity assessment — General requirements for proficiency testing.*
3. ISO 5725. Parts 1-6 (1994). *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results.*
4. Procedimiento específico diseño del ensayo de aptitud - PS 02
5. Procedimiento específico diseño estadístico del ensayo de aptitud - PS 03