

DETERMINACIÓN DE LOS PROCESOS DE VALIDACIÓN Y DE ESTIMACIÓN  
DE INCERTIDUMBRE, Y SU APLICACIÓN AL ENSAYO DE LÍMITES DE  
ATTERBERG PARA EL LABORATORIO DE SUELOS DE LA EMPRESA  
CONSTRUSUELOS DE COLOMBIA S.A.S.

SERGIO ANDRÉS MARTÍNEZ CAMACHO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERIAS FÍSICOMECÁNICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA CIVIL  
BUCARAMANGA

2016

DETERMINACIÓN DE LOS PROCESOS DE VALIDACIÓN Y DE ESTIMACIÓN  
DE INCERTIDUMBRE, Y SU APLICACIÓN AL ENSAYO DE LÍMITES DE  
ATTERBERG PARA EL LABORATORIO DE SUELOS DE LA EMPRESA  
CONSTRUSUELOS DE COLOMBIA S.A.S.

SERGIO ANDRÉS MARTÍNEZ CAMACHO  
Trabajo de grado para optar el título de  
INGENIERO CIVIL

Director UIS  
HEBENLY CELIS LEGUÍZAMO  
Ingeniera Civil, MSc.

Tutor Construsuelos de Colombia S.A.S  
MIGUEL ÁNGEL CAMARGO JAIMES  
Ingeniero Civil

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOMECÁNICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA CIVIL  
BUCARAMANGA

2016

## TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN .....	12
1 MARCO TEÓRICO.....	13
1.1 Calidad de servicios de calibración y ensayos .....	13
1.2 La ISO 17025:2005 .....	13
1.3 Validación de métodos .....	14
1.4 Incertidumbre de medida.....	14
2 DESCRIPCIÓN DE LA EMPRESA.....	15
3 VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO.....	16
3.1 Caracterización de los métodos de ensayo ejecutados en el laboratorio ....	16
3.2 Diseño de la documentación .....	16
3.2.1 Lineamientos de gestión documental .....	17
3.2.2 Guía para validación de métodos .....	19
3.2.3 Plan de validación de métodos .....	19
3.2.4 Informe de validación del método de ensayo .....	20
3.3 Organización de la información.....	20
3.4 Aseguramiento y control de calidad (QA/QC) .....	20
3.4.1 Aseguramiento de la calidad .....	20
3.4.2 Control de la calidad .....	21
4 PROCEDIMIENTO DE VALIDACIÓN APLICADO A LOS MÉTODOS DE ENSAYO PARA DETERMINAR LOS LÍMITES DE ATTERBERG .....	22
4.1 Muestreo .....	22

4.2	Transporte y almacenamiento .....	22
4.3	Personal implicado .....	23
4.4	Validación del software .....	24
4.5	Calibración de equipos.....	24
4.6	Plan de validación de los métodos propuestos .....	25
4.7	Selección y preparación de las muestras.....	25
4.8	Metodología de ensayo .....	27
4.8.1	Determinación del límite líquido de los suelos .....	27
4.8.2	Límite plástico e índice de plasticidad de los suelos.....	28
4.9	Evaluación de la precisión.....	29
4.9.1	Condición de repetibilidad .....	30
4.9.2	Condición de reproducibilidad .....	31
4.9.3	Criterios de aceptación .....	32
4.9.4	Análisis comparativo.....	33
5	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDIDA .....	36
5.1	Diseño de la documentación .....	36
5.1.1	Guía para la estimación de incertidumbre en las mediciones.....	36
5.1.2	Informe de estimación de incertidumbre en las mediciones .....	37
6	ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE DE LAS MEDICIONES REQUERIDAS PARA LA OBTENCIÓN DE LOS LÍMITES DE ATTERBERG .....	38
6.1	Especificación del mensurando.....	39
6.2	Identificación de las fuentes de incertidumbre .....	41
6.3	Cuantificación de la incertidumbre .....	42
6.3.1	Incertidumbre asociada a la preparación de la muestra .....	43
6.3.2	Incertidumbre asociada a la lectura de datos por parte de los operadores 44	
6.3.3	Incertidumbre asociada a la resolución del instrumento de medida .....	44

6.3.4	Incertidumbre asociada a los efectos de las condiciones ambientales sobre la medición.....	45
6.4	Cálculo de la incertidumbre estándar combinada .....	46
6.5	Cálculo de la incertidumbre expandida .....	48
7	RECOMENDACIONES .....	49
8	CONCLUSIONES.....	50
	CITAS BIBLIOGRÁFICAS.....	52
	BIBLIOGRAFÍA .....	53

## LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Encabezado de formato.....	17
Figura 2. Control de documentos.....	18
Figura 3. Control de registros.....	18
Figura 4. Almacenamiento de muestras recuperadas.....	23
Figura 5. Secado del material seleccionado .....	26
Figura 6. Pulverización del material .....	26
Figura 7. Material pasante del tamiz No. 40.....	27
Figura 8. División de la muestra sobre cazuela de bronce.....	28
Figura 9. Conformación de rollos para determinar límites plásticos.....	29
Figura 10. Diferencias entre precisión y exactitud .....	32
Figura 11. Procedimiento para la estimación de la incertidumbre.....	39

## LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Diseño experimental de las pruebas para evaluar la precisión de los métodos .....	30
Tabla 2. Resultados bajo condiciones de repetibilidad .....	31
Tabla 3. Resultados obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad .....	31
Tabla 4. Criterios de aceptación para estudios r&R. ....	33
Tabla 5. Análisis comparativo de resultados bajo condiciones de repetibilidad ....	34
Tabla 6. Análisis comparativo de resultados bajo condiciones de reproducibilidad .....	34
Tabla 7. Resultados obtenidos en muestras ensayadas a diferentes condiciones de preparación de la muestra. ....	43
Tabla 8. Resultados obtenidos en muestras ensayadas bajo condiciones de precisión intermedia. ....	44
Tabla 9. Promedio de valores máximos y mínimos de temperatura y humedad relativa. ....	46
Tabla 10. Resultados obtenidos en muestras ensayadas a diferentes condiciones ambientales.....	46
Tabla 11. Incertidumbre estándar para cada una de las fuentes. ....	47
Tabla 12. Incertidumbre combinada para cada mensurando. ....	47
Tabla 13. Incertidumbre expandida para cada mensurando. ....	48

## RESUMEN

### TÍTULO:

DETERMINACIÓN DE LOS PROCESOS DE VALIDACIÓN Y DE ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE, Y SU APLICACIÓN AL ENSAYO DE LÍMITES DE ATTERBERG PARA EL LABORATORIO DE SUELOS DE LA EMPRESA CONSTRUSUELOS DE COLOMBIA S.A.S.<sup>1</sup>

### AUTOR:

MARTÍNEZ CAMACHO, Sergio Andrés<sup>2</sup>

### PALABRAS CLAVE:

Confiabilidad, aseguramiento de la calidad, validación, incertidumbre, límites de consistencia de Atterberg.

### DESCRIPCIÓN:

Un conjunto de acciones planificadas dentro de un sistema de gestión de calidad proporciona a un laboratorio un aval fundamentado en la confiabilidad de la información generada. La validación de métodos y la determinación de la incertidumbre de las mediciones hacen parte de la documentación que un laboratorio de ensayos físicos debe implementar para demostrar su competencia técnica y buen desempeño. Dichos procesos requieren de supervisión técnica y retroalimentación continua; que favorezcan el control y aseguramiento de la calidad al interior del laboratorio.

La ciudad de Bucaramanga cuenta con una gran cantidad de laboratorios dedicados a la ejecución de ensayos orientados al análisis de propiedades físicas de materiales constructivos. Sin embargo, son pocos los laboratorios que evidencian su buen desempeño y calidad en sus mediciones. Por esta razón, en este proyecto se realizó la documentación necesaria para implementar la validación y estimación de incertidumbre a los métodos de ensayo que se realizan actualmente en el laboratorio de suelos de la empresa Construsuelos de Colombia S.A.S según la norma técnica colombiana NTC/ISO 17025:2005. Así, se ejecutó un plan, una evaluación y un análisis del ensayo para determinar los límites de consistencia de Atterberg, que permitieron identificar posibles fallas en el procedimiento.

Como resultado de diversos ensayos de aptitud intra e interlaboratorio, en los cuales se puso a prueba el desempeño del método, se determinaron atributos de calidad como la precisión en condiciones de repetibilidad y de reproducibilidad, que permitieron demostrar con fundamento estadístico y matemático que el método de ensayo es adecuado para el fin previsto.

---

<sup>1</sup> Trabajo de grado

<sup>2</sup> Facultad de ingenierías Físico-Mecánicas. Escuela de Ingeniería Civil. Director UIS: MSc. Hebenly Celis Leguizamo, Tutor Construsuelos de Colombia S.A.S: Miguel Ángel Camargo Jaimes

## ABSTRACT

### TÍTULO

DETERMINATION OF THE VALIDATION PROCESSES AND THE ESTIMATION OF UNCERTAINTY, AND ITS APPLICATION TO THE TESTING OF THE ATTERBERG LIMITS TO THE SOIL LABORATORY OF THE COMPANY CONSTRUSUELOS DE COLOMBIA S.A.S.<sup>3</sup>

### AUTHOR:

MARTÍNEZ CAMACHO, Sergio Andrés<sup>4</sup>

### KEYWORDS:

Reliability, quality assurance, validation, uncertainty, Atterberg consistency limits.

### DESCRIPTION:

A set of planned activities within a quality management system provides an approval to a laboratory based on the reliability of the information generated. The validation of methods and the determination of measurement uncertainty are part of the documentation that a soil testing laboratory should implement to prove technical competence and good performance. These processes require technical supervision and continuous feedback; that support control and quality assurance within the laboratory.

Bucaramanga's city has a lot of dedicated laboratories to the execution of tests oriented to analysis of physical properties of building materials. However, there are few laboratories that show good performance and quality in their measurements. That's why in this project was made the necessary documentation to implement the validation and estimation of uncertainty for testing methods that are currently performed in the laboratory of the company Construsuelos de Colombia S.A.S. Thus, it was made a plan, an assessment and an analysis of the test to determine Atterberg consistency limits, to identify possible flaws in the procedure.

As a result of various aptitude intra- and interlaboratory trials, which tested the performance of the method, it determined quality attributes such as precision under repeatability and reproducibility conditions, which allowed to demonstrate with statistical and mathematical foundation that the method test is suitable for the intended purpose.

---

<sup>3</sup> Bachelor thesis

<sup>4</sup> Facultad de ingenierías Físico-Mecánicas. Escuela de Ingeniería Civil. Director UIS: MSc. Hebenly Celis Leguizamo, Tutor Construsuelos de Colombia S.A.S: Miguel Ángel Camargo Jaimes

## INTRODUCCIÓN

El suelo, considerado como uno de los materiales constructivos más utilizados actualmente; y debido a su composición heterogénea y variabilidad en el tiempo y espacio, requiere de un análisis detallado y confiable de sus propiedades físico-mecánicas. La garantía de que los resultados obtenidos en un laboratorio de ensayo se cataloguen como *técnicamente confiables*, es el hecho de realizar validaciones a los métodos de ensayo, y calcular o estimar la incertidumbre en las mediciones que se realicen.

En el presente proyecto se pretende determinar dos metodologías que hagan parte del sistema de gestión de calidad del laboratorio de suelos de la empresa Construsuelos de Colombia S.A.S., y que a su vez permitan demostrar y/o evaluar la competencia de la empresa. La validación de métodos de ensayo y la estimación de incertidumbre en las mediciones, son las dos metodologías de estudio y aplicación que se presentan en este documento.

# 1 MARCO TEÓRICO

## 1.1 Calidad de servicios de calibración y ensayos

Del punto de vista de un laboratorio de calibración o de ensayo, la calidad del resultado (sea cualitativo o cuantitativo) está representada por la exactitud, quiere decir la veracidad y precisión del mismo. Para el usuario del resultado, calidad se manifiesta sobretodo en:

- Confiabilidad (la cual es la seguridad del producto “resultado analítico”): Basándose en el resultado, el cliente corre el riesgo mínimo de tomar decisión falsa.
- Comparabilidad: que garantiza que el producto probado se acepte en el mercado internacional.

Para que el resultado obtenido sea comparable y confiable, se deben usar métodos *validados*, verificados por materiales de referencia, controlados por ensayos interlaboratorios en un laboratorio gestionado por un sistema de aseguramiento de la calidad, y que haya sido acreditado por una entidad de acreditación aprobada [1].

## 1.2 La ISO 17025:2005

Esta norma internacional contiene todos los requisitos que los laboratorios de calibración y de ensayo deben cumplir en caso de que deseen demostrar que operan un sistema de gestión de calidad, tengan competencia técnica y sean capaces de generar resultados técnicamente válidos. La norma tiene un capítulo dedicado a requisitos técnicos como el personal, acomodación y condiciones medioambientales, métodos de ensayo/calibración y *validación de métodos*,

equipo, reactivos y materiales consumibles del laboratorio, trazabilidad de medición, toma de muestras, tratamiento de muestras de ensayo y calibración, aseguramiento de la calidad de resultados de ensayos y calibraciones, y reporte de resultados [2].

### **1.3 Validación de métodos**

La validación de los métodos de ensayo se entiende como una acción o un procedimiento destinado a establecer pruebas documentales que demuestren científicamente que un método analítico tiene las características de desempeño adecuadas para cumplir los requerimientos de las aplicaciones analíticas pretendidas, esencialmente en términos de su exactitud y precisión.

### **1.4 Incertidumbre de medida**

La incertidumbre del resultado de una medición refleja la falta de conocimiento exacto del valor del mensurando. El resultado de una medición después de la corrección para los efectos sistemáticos reconocidos todavía es sólo una estimación del valor de la magnitud a medir debido a la incertidumbre derivada de efectos aleatorios y de la corrección imperfecta del resultado para efectos sistemáticos [3].

## **2 DESCRIPCIÓN DE LA EMPRESA**

Construsuelos de Colombia S.A.S. inicio sus actividades en mayo de 2003 en la ciudad de Floridablanca departamento de Santander, contando con recurso humano altamente calificado, los equipos y servicios necesarios para el análisis básico de suelos y consultoría para obras civiles.

Hoy, después de 12 años, la empresa ha crecido de manera exponencial con miras al mejoramiento continuo de los servicios prestados. Esto hace que requiera ampliar el alcance de sus políticas de calidad, permitiendo así retroalimentar sus procesos y brindar un servicio técnicamente confiable a sus clientes. Certificada en procesos de calidad, de acuerdo a los lineamientos de la norma ISO 9001:2000, y con visión a futuro de acreditar su laboratorio de suelos, concretos y pavimentos con base en los lineamientos de la norma ISO 17025:2005; Construsuelos de Colombia S.A.S. es una empresa comprometida con sus clientes y con el desarrollo económico de la región.

### **3 VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO**

#### **3.1 Caracterización de los métodos de ensayo ejecutados en el laboratorio**

La finalidad inicial del laboratorio de la empresa Construsuelos de Colombia S.A.S. es realizar estudios de las propiedades físicas de suelos destinados al uso constructivo.

Los ensayos de materiales constructivos que se realizan actualmente en el laboratorio podrían ser clasificados como Destructivos y No destructivos; los cuales se caracterizan por el hecho de que la muestra ensayada, puede o no mantener su integridad física.

Los aspectos mencionados reflejan la necesidad específica del laboratorio: Documentar los aspectos más relevantes para llevar a cabo la validación de los métodos de ensayo orientada a la verificación de aptitud y desempeño de métodos destructivos (PD) y No destructivos (PND).

#### **3.2 Diseño de la documentación**

Los documentos diseñados y establecidos para la ejecución del proceso de validación son:

- Guía para validación de métodos
- Plan de validación de método
- Informe de validación de método


Cada uno de estos documentos será diseñado por el analista de laboratorio (estudiante en práctica), revisado por el coordinador de calidad y aprobado por la subgerencia de la empresa.

### 3.2.1 Lineamientos de gestión documental

En las especificaciones estipuladas en el manual de calidad de la empresa, existen parámetros para la creación de un formato nuevo, en calidad de procedimiento. En su encabezado debe contener:

- Nombre de la empresa
- Nombre del proceso
- Fecha de la última edición
- Revisión No.

Figura 1. Encabezado de formato

	<b>CONSTRUSUELOS DE COLOMBIA S.A.S.</b>	Fecha: 2016/01/27
		Código: PP06-01-R01
	VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO	Revisión: 01
		Página 1 de 11

Fuente: CONSTRUSUELOS DE COLOMBIA S.A.S. Registro de formatos para el sistema de gestión de calidad. Primera edición. Floridablanca, 2015.

Al finalizar el contenido del (sub)proceso, se realiza un control de documentos y de registros. El control de documentos contiene:

- Revisión No.
- Aprobado
- Fecha de aprobación
- Observaciones

Figura 2. Control de documentos

Revisión	Aprobado	Fecha de aprobación.	Observación
01	Gerente	18/01/2016	Documento inicial.

Fuente: CONSTRUSUELOS DE COLOMBIA S.A.S. Registro de formatos para el sistema de gestión de calidad. Primera edición. Floridablanca, 2015.

Y el control de registros debe contener:

- Código
- Identificación
- Tipo de archivo (activo, inactivo o muerto)
- Tiempo de retención

Figura 3. Control de registros

Código	Identificación	AA	Tr	AI	Tr	AM	Tr	Disponibilidad

AA. Archivo Activo, AI. Archivo inactivo, AM. Archivo muerto, Tr. Tiempo de retención.

Fuente: CONSTRUSUELOS DE COLOMBIA S.A.S. Registro de formatos para el sistema de gestión de calidad. Primera edición. Floridablanca, 2015.

### **3.2.2 Guía para validación de métodos**

Es un documento generalizado para la validación de cualquier método que se ejecute en el laboratorio. El objeto de esta guía es proporcionar la información y metodología necesaria, para que el personal encargado de la validación ejecute el proceso en base a lineamientos establecidos, revisados y aprobados por la empresa.

La estructura general del documento la constituyen capítulos y subcapítulos que explican conceptos, lineamientos y características de aspectos importantes en la realización de la validación.

La información plasmada en la guía está sujeta a modificaciones y/o actualizaciones por parte del personal encargado de la calidad del laboratorio.

### **3.2.3 Plan de validación de métodos**

Es un documento con un fin particular: definir la programación y planeación de las actividades y recursos necesarios para la ejecución del proceso de validación de un método específico. A diferencia de la guía de validación de métodos, este documento permite el registro y adición de información concerniente al método que se desea evaluar.

Siguiendo los lineamientos de gestión documental, se generó un archivo en formato \*.xlsx (Microsoft Excel 2013) que permita únicamente al coordinador de calidad planear, diligenciar y editar la información requerida para la validación.

El objetivo principal de este plan, es garantizar el orden y la efectiva ejecución del proceso de validación, reduciendo al mínimo el número de inconvenientes que puedan presentarse.

### **3.2.4 Informe de validación del método de ensayo**

En este documento se presentan los resultados de las pruebas realizadas, así como la confirmación o rechazo del proceso realizado.

El objetivo principal de éste documento es presentar la evidencia física y/o digital necesaria para demostrar la fiabilidad del método, en caso de ser validado.

Los interesados en la información generada en este documento, pueden ser auditores de calidad (internos y externos), el coordinador de calidad (Empresa) y más importante aún, el cliente.

### **3.3 Organización de la información**

Actualmente el laboratorio de suelos, concretos y pavimentos de la empresa Construsuelos de Colombia S.A.S. se basa en los lineamientos de la norma ISO 9001:2008, para los procesos indicados en su manual de calidad. El proyecto de certificación interno consta de doce (12) procesos principales organizados en carpetas digitales disponibles en la red interna de la empresa.

El proceso No. 6 contiene los instructivos y formatos de registro que se diligencian para cada uno de los métodos de ensayo que el laboratorio ejecuta. La inclusión del subproceso de validación de métodos de ensayo al proceso “No. 6 LABORATORIO” se hace necesaria para el control de la información allí generada.

### **3.4 Aseguramiento y control de calidad (QA/QC)**

#### **3.4.1 Aseguramiento de la calidad**

El procedimiento de validación de métodos, como requisito de la norma ISO 17025:2005 requiere de una frecuencia determinada para cada método de ensayo. Se requerirá una validación, cuando se presenten cambios en el laboratorio, que supongan una variación significativa en la normal ejecución del método. Por ejemplo, el cambio de laboratorista, del equipo o del establecimiento físico donde se encuentra el laboratorio; representaran una alerta para la realización de un nuevo plan de validación para el/los método(s) afectado(s).

Además, el procedimiento de validación deberá ser realizado con una frecuencia establecida por la empresa, de manera tal que sea demostrable la confiabilidad en la ejecución del método ante los organismos de evaluación de la conformidad y ante el cliente. En acuerdo con el coordinador de calidad del laboratorio, se llegó a la conclusión de realizar el procedimiento una (1) vez al año.

### **3.4.2 Control de la calidad**

El coordinador de calidad del laboratorio deberá ejecutar procedimientos de gestión para verificar el cumplimiento de los objetivos propuestos en el plan de validación de determinado método, y a su vez, encargarse de la divulgación y almacenamiento de los resultados obtenidos.

Se realizarán reportes y/o alertas denominadas acciones preventivas y correctivas, en caso de presentarse situaciones que influyan significativamente en el método de ensayo y que hagan que se requiera una re validación. En caso de obtenerse resultados negativos (o de rechazo) en la validación, se reportará un trabajo de ensayo no conforme, con el fin de determinar las posibles fallas que provocaron éste resultado y de darle una solución efectiva.

## **4 PROCEDIMIENTO DE VALIDACIÓN APLICADO A LOS MÉTODOS DE ENSAYO PARA DETERMINAR LOS LÍMITES DE ATTERBERG**

La determinación de los límites de Atterberg interviene en varios sistemas de clasificación de suelos, dado que contribuye en la caracterización de la fracción fina de los suelos [4]. Debido a la naturaleza y dependencia mutua de los ensayos que conducen a determinar los límites de Atterberg, se decidió realizar un análisis conjunto, en donde se definieron el mismo número de pruebas a realizar y el mismo lote de muestras, sin embargo se presentaron planes e informes de validación independientes.

### **4.1 Muestreo**

Medir el sesgo, la precisión y otros parámetros de validación en muestreos críticos como lo es el geotécnico, se convierte en un desafío que implica grandes costos para la empresa y que probablemente no se logren los resultados esperados, debido a la variabilidad espacio-temporal del suelo.

Para efectos prácticos, y en favor del procedimiento de validación; se decidió evidenciar el buen desarrollo del muestreo por medio de bitácoras de campo que señalen cualquier eventualidad que conlleve a algún tipo de error. Para cada una de las muestras usadas en la experiencia de laboratorio, se tendrá un registro de campo emitido por el operador del equipo de perforación.

### **4.2 Transporte y almacenamiento**

La norma I.N.V. E 103 – 13 del Instituto Nacional de Vías, tiene por objeto dar indicaciones para preservar las condiciones propias de las muestras de suelo [5].

En dichas indicaciones se clasifican las muestras extraídas en cuatro (4) grupos, según el tipo de propiedades que se deseen estudiar en el laboratorio.

El ensayo para determinar los límites de Atterberg en los suelos, sirve de base para la clasificación de los mismos, a partir del sistema unificado de clasificación de suelos (SUCS). Esto hace que las muestras destinadas a este ensayo sean clasificadas en el grupo B, según la norma I.N.V. E 103 – 13. Debido a que las muestras a analizar pertenecen a este grupo, se sellaron a prueba de humedad con papel aluminio y papel vinipel, y se transportan en recipientes metálicos sellados e identificados con las características del sondeo.

Figura 4. Almacenamiento de muestras recuperadas



### **4.3 Personal implicado**

Con el fin de lograr el efectivo desarrollo de las pruebas experimentales propias de la validación, se contó con personal capacitado y experimentado para la ejecución de las pruebas y/o ensayos. Se requirieron dos (2) técnicos laboratoristas de suelos que se encargaran de la ejecución de los ensayos, un (1) coordinador de

laboratorio cuya función fuera ejecutar el análisis estadístico de los datos en pro del proceso de validación, y un (1) coordinador de calidad, que tome acciones preventivas y correctivas en caso de la ocurrencia de eventos que interfieran en el normal desarrollo de las pruebas.

#### **4.4 Validación del software**

El uso de un software apropiado le facilita a la organización disminuir los errores y bajar los costos, compartir los datos, utilizar conjuntamente diferentes componentes, guías y prácticas para proveer procesos eficaces y eficientes. El principio de mejora continua debe ser aplicado también al software. El laboratorio desarrolló su propia hoja de cálculo para estimar los límites líquido, plástico e índices de plasticidad; que hacen parte del informe de clasificación de suelos. Con el fin de garantizar la eficiencia del software, se analizó un conjunto de datos de referencia para calcular los límites de Atterberg, evaluando y comparando los resultados obtenidos por vía manual y computacional. Además de ello, se tiene un control del mantenimiento de los equipos donde se realizan dichos cálculos, y se protegieron las celdas que contienen fórmulas matemáticas que no se pueden modificar.

#### **4.5 Calibración de equipos**

El equipo utilizado en la ejecución de las pruebas experimentales para determinar límites de Atterberg en suelos, juega un papel importante en la obtención de resultados confiables. Con el fin de garantizar y controlar el buen funcionamiento e integridad de los equipos, se realizan calibraciones semestrales.

Sin embargo, la cazuela de Casagrande debe calibrarse en el laboratorio justo antes de iniciar la ejecución del ensayo. Según la norma INV E. 125 – 13 se debe

asegurar una altura de caída de la cuchara de  $10 \pm 0.5 \text{ mm}$  y se debe realizar una inspección visual del desgaste.

#### **4.6 Plan de validación de los métodos propuestos**

Antes de iniciar cualquier ensayo orientado a la validación del mismo, se deben estipular todas las actividades a seguir para el fin previsto. El proceso de validación de cada método tendrá una nomenclatura y ubicación específica en la carpeta del proceso de laboratorio. El presente estudio resulta ser el primer proceso de validación ejecutado en la empresa, y su aplicación se enfoca a los métodos para determinar los límites líquidos, plásticos e índices de plasticidad en los suelos; con base en las normas de referencia I.N.V. E – 125 e I.N.V. E – 126.

La importancia de la realización de este plan recae en la determinación de los parámetros a evaluar, y su cronograma de actividades. Para estos métodos se decidió evaluar la precisión en condiciones de repetibilidad, intermedias y de reproducibilidad; y a su vez la robustez del mismo frente a condiciones adversas como la temperatura y humedad relativa.

#### **4.7 Selección y preparación de las muestras**

Se requirieron muestras de características similares para garantizar el éxito de las pruebas. Por tal razón, la selección de las muestras se basó en la descripción litológica realizada por el auxiliar de geología en laboratorio. Obteniéndose así, muestras con gran contenido de arcillas y/o limos de plasticidad media que permitieron la evaluación de los límites de Atterberg en dicho material. El material seleccionado se llevó al horno a una temperatura menor de  $60^{\circ}\text{C}$  durante 24 horas, como se observa en la Figura 5.

Figura 5. Secado del material seleccionado



Se pulverizo el material en un mortero empleando una maja forrada en caucho. En la Figura 6, se observa el resultado del procedimiento realizado.

Figura 6. Pulverización del material



El material requerido para la realización del ensayo para determinar límites de Atterberg, es el pasante del tamiz No. 40, tal como se muestra en la Figura 7.

Figura 7. Material pasante del tamiz No. 40



#### **4.8 Metodología de ensayo**

El procedimiento para la realización de cada ensayo se encuentra estipulado en la norma del Instituto Nacional de Vías (2013), adoptada como referencia por la empresa. Para el estudio de validación se pondrá a prueba el desempeño del método frente a diversas variables que puedan producir errores sistemáticos en los resultados obtenidos; sin embargo se respetará la metodología propuesta por el Invías. A continuación se presenta un resumen del procedimiento para obtener el límite líquido, plástico e índice de plasticidad de los suelos.

##### **4.8.1 Determinación del límite líquido de los suelos**

Se procesa la muestra de suelo para remover cualquier porción retenida en el tamiz de 425  $\mu\text{m}$  (No. 40). El límite líquido se determina mediante tanteos, en los cuales una porción de la muestra se esparce sobre una cazuela de bronce que se divide en dos partes con un ranurador (Figura 8), permitiendo que esas dos partes fluyan como resultado de los golpes recibidos por la caída repetida de la cazuela sobre una base normalizada. El límite líquido multipunto, Método A, requiere 3 o más tanteos sobre un rango de contenidos de agua, cuyos resultados se dibujan para establecer una relación a partir de la cual se determina el límite líquido [4].

Figura 8. División de la muestra sobre cazuela de bronce



#### **4.8.2 Límite plástico e índice de plasticidad de los suelos**

El límite plástico se determina presionando de manera repetida una pequeña porción de suelo húmedo, de manera de formar rollos de 3.2 mm (1/8") de diámetro, hasta que su contenido de agua se reduce a un punto en el cual se produce el agrietamiento y/o desmoronamiento de los rollos. El límite plástico es la humedad más baja con la cual se pueden formar rollos de suelo de este diámetro, sin que ellos se agrieten o desmoronen. El índice de plasticidad se calcula sustrayendo el límite plástico del límite líquido [6].

Figura 9. Conformación de rollos para determinar límites plásticos



#### 4.9 Evaluación de la precisión

A los métodos de ensayo se les evaluó la precisión bajo condiciones intermedias, de repetibilidad y de reproducibilidad con base en la ASTM E177 [7].

En estas pruebas se espera evaluar el desempeño de los operadores, el equipo y del laboratorio. Por medio del cálculo de la desviación estándar de cada uno de los ensayos y de análisis estadísticos de confiabilidad.

En el plan de validación de cada método se especificaron el número de muestras a ensayar, el laboratorio y operador responsable, y el equipo requerido para su ejecución. En la Tabla 1 se muestra esta información, acompañada de las fechas estipuladas para la ejecución de cada ensayo.

Tabla 1. Diseño experimental de las pruebas para evaluar la precisión de los métodos

PARÁMETRO		No. SUBMUESTRAS	CONDICIONES			
			Laboratorio	Operador	Equipo	Tiempo
P R E C I S I O N	Repetibilidad	4	Construsuelos de Colombia S.A.S.	Operador 1	• Tamices • Cuchara de Casagrande • Balanza electrónica	(2) días 28/02/2016 29/02/2016
	Precisión intermedia	4	Construsuelos de Colombia S.A.S.	Operador 1 vs. Operador 2	• Tamices • Cuchara de Casagrande • Balanza electrónica	(1) días 01/03/2016
	Reproducibilidad	2	Concreservicio S.A.S.	-	-	(1) días 02/03/2016

#### 4.9.1 Condición de repetibilidad

Se dice que un conjunto de mediciones de una misma magnitud se realiza en condiciones de repetibilidad cuando lo lleva a cabo el mismo operario utilizando el mismo instrumento, el mismo método, en el mismo laboratorio y en intervalos de tiempo pequeños [8].

En la Tabla 2 se presentan los resultados obtenidos en el laboratorio bajo condiciones de repetibilidad. Se observan los valores de límite líquido (LL), límite plástico (LP) e índice de plasticidad (IP), calculados para 4 muestras de suelos en donde predominará la cantidad de limo, y que a su vez fuesen clasificados como suelos tipo ML (Limos inorgánicos de plasticidad media) con base al Sistema Unificado de Clasificación de Suelos (SUCS).

Tabla 2. Resultados bajo condiciones de repetibilidad

		LL [%]	LP [%]	IP [%]
<b>Muestra No.</b>	1	40.52	27.31	13.21
	2	40.60	26.88	13.71
	3	41.65	26.95	14.70
	4	40.40	26.34	14.05
<b>Desviación estándar</b>		0.5775	0.4004	0.6254

#### 4.9.2 Condición de reproducibilidad

Un conjunto de mediciones de la misma magnitud se realiza en condiciones de reproducibilidad cuando es llevado a cabo por distintos operarios con distintos instrumentos en diferentes laboratorios y/o en intervalos de tiempo grandes. Cualquier medición debe estar documentada de tal modo que permita su repetición o su reproducción según el caso [8]. Se decidió realizar una práctica interlaboratorio con el fin de comparar mediciones realizadas bajo condiciones específicas diferentes; tales como el operador, el laboratorio y el equipo. Se enviaron dos muestras pertenecientes a un mismo lote de muestras, con una descripción litológica similar, esperando ser comparadas con los resultados obtenidos bajo condiciones de repetibilidad expuestos en la Tabla 2. El resumen del informe de resultados generado por el laboratorio participante en la práctica se presenta en la Tabla 3.

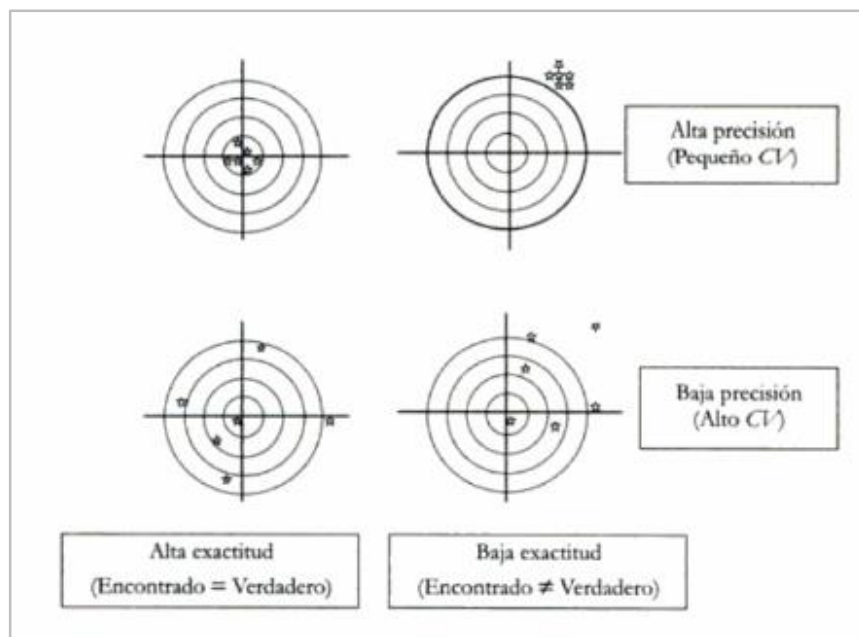
Tabla 3. Resultados obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad

		LL [%]	LP [%]	IP [%]
<b>Muestra No.</b>	1	41.48	29.95	11.53
	2	38.89	28.16	10.74
<b>Media</b>		40.19	29.06	11.14
<b>Desviación estándar</b>		1.8314	1.2657	0.5586

### 4.9.3 Criterios de aceptación

La validación de un método de ensayo físico busca determinar la precisión y exactitud, con base en ensayos realizados bajo condiciones previamente establecidas. En la Figura 10, se expone una analogía basada en el juego de tiro al blanco; en donde el blanco hace referencia al valor verdadero del mensurando, y cada uno de los tiros o lanzamientos hacen referencia a los resultados de cada uno de los ensayos realizados.

Figura 10. Diferencias entre precisión y exactitud



Fuente: CLAVIJO DÍAZ, Alfonso. Fundamentos de química analítica. Equilibrio iónico y análisis químico. Primera edición. Santafé de Bogotá D.C. p.70.

De acuerdo con la norma INV E. 126 – 13, no existe un valor de referencia aceptable para los métodos de ensayo para determinar los límites de Atterberg; esto quiere decir, que la validación solo se enfocará en determinar si el método es *preciso*. Por tal razón, la norma establece los rangos aceptables entre dos

resultados obtenidos, bien sea, bajo condiciones de repetibilidad, o de reproducibilidad. En la Tabla 4 se observan estos valores de aceptabilidad, basado en estudios realizados por la ASTM y adoptados por la normativa del Invias en su versión 2013.

Tabla 4. Criterios de aceptación para estudios r&R.

(1)	(2)			(3)			(4)			(5)		
TIPO DE SUELO	NÚMERO DE LABORATORIOS QUE HICIERON ENSAYOS POR TRIPLICADO			VALOR PROMEDIO <sup>A</sup> (PORCENTAJE DE PUNTOS)			DESVIACIÓN ESTÁNDAR <sup>B</sup> (PORCENTAJE DE PUNTOS)			RANGO ACEPTABLE ENTRE 2 RESULTADOS <sup>C</sup> (PORCENTAJE DE PUNTOS)		
<b>Tipo de ensayo</b>												
	LL	LP	IP	LL	LP	IP	LL	LP	IP	LL	LP	IP
<b>Resultados de un solo operador (repetibilidad en el mismo laboratorio)</b>												
CH	13	13	13	59.8	20.6	39.2	0.7	0.5	0.8	2	1	2
CL	14	13	13	33.4	19.9	13.6	0.3	0.4	0.5	1	1	1
ML	12	11	11	27.4	23.4 <sup>D</sup>	4.1 <sup>D</sup>	0.5	0.3	0.6	2	1	2
<b>Resultados multi-laboratorio (reproducibilidad entre laboratorios)</b>												
CH	13	13	13	59.8	20.6	39.2	1.3	2.0	2.5	4	6	7
CL	14	13	13	33.4	19.9	13.6	1.0	1.2	1.7	3	3	5
ML	12	11	11	27.4	23.4 <sup>D</sup>	4.1 <sup>D</sup>	1.3	0.9	1.9	4	3	5

Fuente: INSTITUTO NACIONAL DE VÍAS. Normas de ensayo para materiales de carretera. INV E – 126. Santafé de Bogotá D.C., 2013. 9p

#### 4.9.4 Análisis comparativo

Para los datos obtenidos *bajo condiciones de repetibilidad* se comparan las mediciones tomadas al interior del laboratorio, ejecutadas por un solo operario. Hallando las diferencias entre todos los datos expuestos en la Tabla 2. De manera tal, que puedan compararse con el rango aceptable entre 2 resultados, que se

especifica en la norma técnica de referencia. En la Tabla 5 se observa dicha comparación de resultados.

Tabla 5. Análisis comparativo de resultados bajo condiciones de repetibilidad

$X_{teo}$	1			2			3			4			Rango aceptable [%]
$X_i$	2	3	4	1	3	4	1	2	4	1	2	3	
LL [%]	0.08	1.13	0.12	0.08	1.05	0.20	1.13	1.05	1.25	0.12	0.12	0.20	2
LP [%]	0.43	0.36	0.97	0.43	0.07	0.54	0.36	0.07	0.61	0.97	0.97	0.54	1
IP [%]	0.50	1.49	0.84	0.50	0.99	0.34	1.49	0.99	0.65	0.84	0.84	0.34	2

De acuerdo a la Tabla 5, puede admitirse una diferencia de puntos porcentuales entre dos resultados del 2% para el límite líquido, del 1% para el límite plástico, y del 2% para el índice de plasticidad. Con base en esto se compararon las diferencias obtenidas para los resultados de ensayos realizados bajo condiciones de repetibilidad; obteniéndose así, que ninguna de las diferencias calculadas, superan los límites de aceptación estipulados en la norma de referencia.

Para los resultados obtenidos *bajo condiciones de reproducibilidad* se compararon el promedio de las mediciones, tomadas en el laboratorio participante, con cada uno de los valores obtenidos bajo condiciones de repetibilidad; teniendo en cuenta que se trata del mismo lote de muestras. Dichas diferencias deben de cumplir con el rango aceptado por el Invias en la norma técnica de cada ensayo. En la Tabla 6 se observan dichas diferencias numéricas.

Tabla 6. Análisis comparativo de resultados bajo condiciones de reproducibilidad

$X_{teo}$	$\bar{x}$				Rango aceptable %
$X_i$	1	2	3	4	
LL [%]	0.33	0.41	1.46	0.21	4
LP [%]	1.74	2.17	2.10	2.71	3
IP [%]	2.08	2.58	3.57	2.92	5

Las diferencias calculadas en la Tabla 6, se encuentran dentro del rango aceptable entre dos resultados obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad.

De acuerdo a la comparación realizada, se puede decir que los valores analizados cumplen con los criterios de aceptación, y por ende, el método puede considerarse preciso, bajo condiciones de repetibilidad y reproducibilidad.

## **5 ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDIDA**

### **5.1 Diseño de la documentación**

Los documentos diseñados, revisados y aprobados son los siguientes:

- Guía para la estimación de incertidumbre en las mediciones
- Informe de estimación de incertidumbre en las mediciones

Cada uno de estos documentos hará parte del sistema de gestión de calidad basado en la norma ISO 9001:2008 que maneja actualmente el laboratorio de la empresa CONSTRUSUELOS DE COLOMBIA S.A.S. El formato de diseño sigue los lineamientos de gestión documental estipulados en el apartado 3.2.1 del presente artículo.

#### **5.1.1 Guía para la estimación de incertidumbre en las mediciones**

La necesidad de demostrar la fiabilidad de las lecturas de datos requeridas para el cálculo matemático del mensurando de interés en una muestra, lleva a la creación de una guía que sirva para estimar o calcular la incertidumbre en las mediciones.

En este documento se plantearon los lineamientos a seguir para determinar las posibles fuentes de incertidumbre en las mediciones que se realicen para obtener el mensurando requerido.

La información plasmada en la guía está sujeta a modificaciones y/o actualizaciones por parte del personal encargado de la calidad del laboratorio.

### **5.1.2 Informe de estimación de incertidumbre en las mediciones**

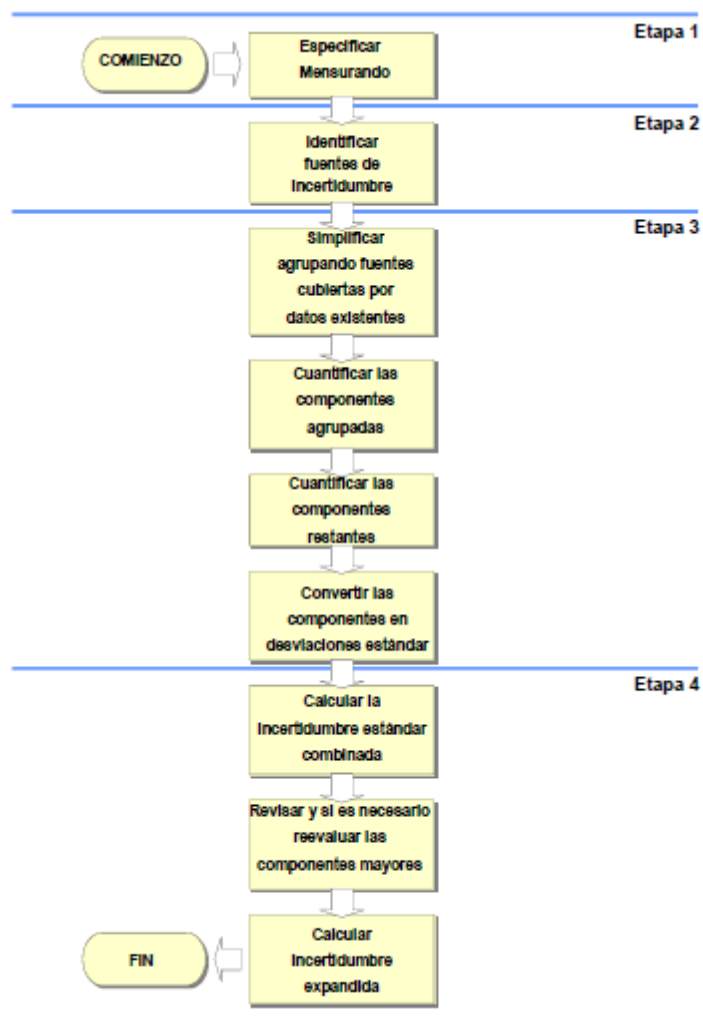
En este documento se registran los resultados del modelo matemático usado para la estimación de la incertidumbre en mediciones requeridas para el desarrollo de un método de ensayo. Se expone el diseño experimental de las pruebas necesarias para la cuantificación de la incertidumbre asociada a determinadas fuentes que influyen en el resultado final. Y por último se incluye una información detallada del estudio y análisis llevado a cabo para la determinación de la incertidumbre alrededor del mensurando de interés, dicha información incluye lo siguiente:

- Responsable de la ejecución de modelos matemáticos y estadísticos necesarios para la estimación de la incertidumbre.
- Fechas estipuladas para la ejecución de las pruebas.
- Breve descripción de las pruebas experimentales realizadas.

## **6 ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE DE LAS MEDICIONES REQUERIDAS PARA LA OBTENCIÓN DE LOS LÍMITES DE ATTERBERG**

El proceso de estimación de incertidumbre consta principalmente de 4 etapas: especificación del mensurando, identificación de las fuentes de incertidumbre, cuantificación de la incertidumbre y el cálculo de la incertidumbre combinada y/o expandida, según se requiera. Requiriéndose así seguir el procedimiento descrito en la Figura 11 para estimar el valor de la incertidumbre alrededor del valor obtenido de un ensayo para la determinación de los límites de Atterberg en suelos limosos de plasticidad media.

Figura 11. Procedimiento para la estimación de la incertidumbre



Fuente: EURACHEM/CITAC. Guía CG 4 Cuantificación de la incertidumbre en Medidas Analíticas. EuroLab. Primera edición española. P. 9

## 6.1 Especificación del mensurando

Se establecieron las relaciones matemáticas que describan la función del proceso de medición, para cada uno de los ensayos realizados. En las ecuaciones (1), (2) y (3); se observa el modelo matemático para el cálculo del límite plástico de los suelos.

$$LL = a * \ln(25) + b \quad (1)$$

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n \ln(N_i) w_i - \bar{w} \sum_{i=1}^n \ln(N_i)}{\sum_{i=1}^n (\ln(N_i))^2 - \overline{\ln(N)} \sum_{i=1}^n \ln(N_i)} \quad (2)$$

$$b = \bar{w} - a * \overline{\ln(N)} \quad (3)$$

Donde:

*LL*: Límite líquido del suelo, o contenido de humedad para un número de golpes  $N = 25$ .

*a*: Pendiente de la recta, resultante de la regresión logarítmica de los datos.

*b*: Intercepto, resultante de la regresión logarítmica de los datos.

*n*: Número de puntos de la muestra de suelo, a la cual se le obtuvo el contenido de humedad (Según la norma técnica de referencia, son 3 – 4 puntos)

*N*: Número de golpes registrados por la Cazuela de Casagrande, requeridos para cerrar la ranura en la longitud de 13 *mm*.

*w*: Contenido de humedad, para cada uno de los puntos de la muestra de suelo.

Ahora bien, es necesario conocer el modelo matemático requerido para estimar el contenido de humedad, con base en mediciones de masa; como se observa en la ecuación (4).

$$w = \frac{W_{tara+S.H.} - W_{tara+S.S.}}{W_{tara+S.S.} - W_{tara}} * 100 \quad (4)$$

Donde:

$W_{tara+S.H.}$ : Peso de la tara más el suelo húmedo [gr].

$W_{tara+S.S.}$ : Peso de la tara más el suelo seco [gr].

$W_{tara}$ : Peso de la tara [gr].

Se recurre al modelo matemático especificado en la ecuación (4), para la estimación de los contenidos de humedad de los tanteos realizados, para posteriormente calcular el límite plástico ( $LP$ ) a partir del promedio aritmético de los resultados de humedad de cada tanteo.

$$LP = \frac{w_1 + w_2}{2} \quad (5)$$

Habiendo obtenido los valores numéricos del límite líquido y plástico, se calcula el índice de plasticidad ( $IP$ ), como sigue:

$$IP = LL - LP \quad (6)$$

De acuerdo con las ecuaciones (1) a (6), se determina que los mensurandos son función de las mediciones de masa, tomadas en la balanza electrónica, y de los golpeos generados en la Cazuela de Casagrande.

## 6.2 Identificación de las fuentes de incertidumbre

En una medición existen numerosas posibles fuentes de incertidumbre [3], entre ellas:

- Condiciones de preparación de la muestra.
- Lectura de instrumentos analógicos, por parte del operador.
- Resolución del instrumento de medida.
- Efectos de las condiciones ambientales sobre la medición, o medición imperfecta de dichas condiciones ambientales.
- Variaciones en la repetición de las observaciones del mensurando bajo condiciones aparentemente idénticas.

### 6.3 Cuantificación de la incertidumbre

Una vez identificadas las fuentes de incertidumbre, el siguiente paso es calcular la incertidumbre asociada a esas fuentes. Esto se puede hacer mediante la evaluación de la incertidumbre asociada a cada fuente individual, para posteriormente combinarlas. El modelo matemático a usar para la cuantificación de la incertidumbre depende de la clasificación de la misma.

Una incertidumbre tipo A es aquella que se utiliza cuando se realizan  $n$  observaciones independientes entre sí de una de las magnitudes de entrada  $X_i$  bajo determinadas condiciones de medida [9]. Para una magnitud de entrada  $X_i$  determinada a partir de  $n$  observaciones repetidas e independientes, la incertidumbre típica de su estimación se presenta en la ecuación (7).

$$u(x_i) = \frac{s(x_i)}{\sqrt{n}} \quad (7)$$

Las fuentes de incertidumbre tipo B son cuantificadas usando información externa u obtenida por experiencia [9]. Estas fuentes pueden ser:

- Certificados de calibración
- Manuales del instrumento de medición
- Normas o literatura
- Valores o mediciones anteriores

### 6.3.1 Incertidumbre asociada a la preparación de la muestra

Esta fuente de incertidumbre se asocia con las condiciones iniciales de la muestra de suelo, necesarias para la realización del ensayo. Se presentan dos métodos para preparar las muestras de prueba: Por vía húmeda, y por vía seca. El método por utilizar deberá ser especificado por el cliente. Si no se especifica ninguno, se empleará la preparación por vía húmeda. La preparación por vía húmeda implica el secado de la muestra usando uno de los siguientes procedimientos: (1) al aire a la temperatura ambiente, (2) en horno a una temperatura que no exceda de 60° C (140° F), ó (3) utilizando otro aparato calentador que no eleve la temperatura de la muestra por encima de 60° C (140° F) [10].

Con el fin de conocer la incertidumbre en términos de la desviación estándar, se realizaron dos ensayos a muestras con características similares a las estipuladas en el numeral 4.7 del presente artículo; en dichos ensayos se hizo variar el tiempo de secado de la muestra de 8 a 16 horas. En la Tabla 7 se observan los resultados obtenidos, junto con su respectiva desviación estándar.

Tabla 7. Resultados obtenidos en muestras ensayadas a diferentes condiciones de preparación de la muestra.

Tiempo	Muestra No.	LL	LP	IP
8 horas	1	40.32	28.94	11.38
16 horas	2	39.45	29.39	10.06
<b>Desviación estándar</b>		0.6152	0.3182	0.9334
<b>Incertidumbre estándar</b>		0.4350	0.2250	0.6600

### 6.3.2 Incertidumbre asociada a la lectura de datos por parte de los operadores

Ensayos realizados bajo condiciones de precisión intermedia sirven de base para identificar y estimar la incertidumbre debida a las lecturas tomadas por determinados operadores del laboratorio. En la Tabla 1 se observan las condiciones a las cuales fueron realizados dichos ensayos; y en la Tabla 8 se observan los resultados obtenidos bajo estas condiciones, junto con su respectiva desviación estándar.

Tabla 8. Resultados obtenidos en muestras ensayadas bajo condiciones de precisión intermedia.

Operador	Muestra No.	LL	LP	IP
1	1	40.12	28.85	11.27
	2	41.62	29.59	12.03
2	3	40.92	30.64	10.29
	4	41.89	29.64	12.25
Desviación estándar		0.7920	0.7349	0.8858
Incertidumbre estándar		0.3960	0.3674	0.4429

### 6.3.3 Incertidumbre asociada a la resolución del instrumento de medida

Una de las fuentes de incertidumbre es la resolución de su dispositivo indicador. Si la resolución del dispositivo indicador es  $\delta x$ , el valor de la señal de entrada que produce una indicación dada  $X$  puede situarse con igual probabilidad en cualquier punto dentro del intervalo que va de  $(X - \delta x)$  a  $(X + \delta x)$  [3]. La señal de entrada puede describirse entonces por medio de una distribución rectangular de rango  $\delta x$  y varianza  $u^2 = (\delta x)^2/12$ , lo que supone una incertidumbre típica, como se observa en la ecuación (8).

$$u(d) = \frac{\delta x}{\sqrt{12}} \quad (8)$$

En el caso de la balanza electrónica, se tiene una resolución de 0.01 *gr*. Lo que indica una incertidumbre  $u(d) = 0.002886$ .

Además de esto, se tienen los resultados de la calibración de la balanza electrónica; entre los cuales se encuentra la incertidumbre expandida  $U = 0.14$  para mediciones menores a 200 *gr*, y para un factor de cobertura  $k = 2.1$  que garantiza un nivel de confianza aproximado del 95%.

#### **6.3.4 Incertidumbre asociada a los efectos de las condiciones ambientales sobre la medición**

La expresión de la incertidumbre en términos de la desviación estándar para efectos de las condiciones ambientales sobre la muestra, es de vital importancia en el cálculo generalizado de la incertidumbre expandida de la medición. Debido a esto se realizaron dos ensayos en los cuales se presenta una variación significativa en los valores de temperatura y humedad relativa. Dichos ensayos se realizaron en momentos en los cuales se presentaron valores máximos y mínimos de las variables mencionadas anteriormente.

En la Tabla 9 se observa el promedio de los valores máximos y mínimos registrados por las estaciones meteorológicas de la UIS y Guatiguará, los días en que fueron realizados los ensayos.

Tabla 9. Promedio de valores máximos y mínimos de temperatura y humedad relativa.

	<b>Muestra 1</b> 08/03/2016	<b>Muestra 2</b> 12/03/2016
<b>Temperatura</b>	22.63 °C	29.28 °C
<b>Humedad relativa</b>	86.52 °C	58.22 °C

Para estos valores de temperatura y humedad relativa se ensayaron dos muestras, con el fin de obtener su desviación estándar, es decir, su incertidumbre estándar asociada a los efectos de las condiciones ambientales. En la Tabla 10 se observan los resultados obtenidos para cada mensurando medido bajo las condiciones ambientales mencionadas en la Tabla 9.

Tabla 10. Resultados obtenidos en muestras ensayadas a diferentes condiciones ambientales

	<b>LL</b>	<b>LP</b>	<b>IP</b>
<b>Muestra 1</b>	41.02	28.57	12.44
<b>Muestra 2</b>	40.07	29.60	10.48
<b>Desviación estándar</b>	0.6718	0.7283	1.3859
<b>Incertidumbre estándar</b>	0.4750	0.5150	0.9800

#### 6.4 Cálculo de la incertidumbre estándar combinada

La incertidumbre típica combinada sirve para caracterizar la calidad de las medidas. En la práctica lo que se necesita es conocer el intervalo dentro del cual es razonable suponer, con alta probabilidad de no equivocarse, que se encuentran los infinitos valores que pueden ser “razonablemente” atribuidos al mensurando [3].

En esta etapa se relacionaron las incertidumbres estándar de diversas fuentes, de manera tal que se combinaran entre sí. De esta manera se obtendrá la incertidumbre combinada  $U_c$ , calculada como se expresa en la ecuación (9):

$$U_c = \sqrt{U_1^2 + U_2^2 + \dots + U_n^2} \quad (9)$$

Donde cada uno de los valores  $U_i$  representa la incertidumbre estándar estimada para cada una de las fuentes mencionadas en el numeral 6.2 del presente documento. En la Tabla 11 se recopilaron los valores de incertidumbre estándar calculados y requeridos para estimar el valor  $U_c$ .

Tabla 11. Incertidumbre estándar para cada una de las fuentes.

<b>Incertidumbre estándar</b>	<b>LL</b>	<b>LP</b>	<b>IP</b>
Repetibilidad	0.2888	0.2002	0.3127
Precisión intermedia	0.3960	0.3674	0.4429
Preparación de la muestra	0.4350	0.2250	0.6600
Resolución del instrumento	0.0029	0.0029	0.0029
Resultados de calibración	0.0667	0.0667	0.0667
Efectos de las condiciones ambientales sobre el resultado	0.4750	0.5150	0.9800

De acuerdo con la ecuación (9), se obtiene el valor de incertidumbre combinada para los mensurandos LL, LP e IP. Dichos valores se observan en la Tabla 12.

Tabla 12. Incertidumbre combinada para cada mensurando.

	<b>LL</b>	<b>LP</b>	<b>IP</b>
<b>Incertidumbre combinada</b>	0.8121	0.7038	1.3017

## 6.5 Cálculo de la incertidumbre expandida

Para aumentar la probabilidad hasta valores más útiles de cara a la toma posterior de decisiones, podemos multiplicar la incertidumbre combinada por un número denominado “factor de cobertura”  $k_p$ .

El producto  $k_p * U_c = U_{exp}$  se denomina incertidumbre expandida, donde  $k_p = 2$  es el factor de cobertura para un nivel de confianza  $p \approx 95\%$  [3].

En la Tabla 13 se muestran los resultados de incertidumbre expandida para cada uno de los mensurandos, objeto del presente estudio.

Tabla 13. Incertidumbre expandida para cada mensurando.

	<b>LL</b>	<b>LP</b>	<b>IP</b>
<b>Incertidumbre expandida</b>	1.6242	1.4076	2.6034

## 7 RECOMENDACIONES

El número de muestras es un factor determinante en la evaluación de la precisión y exactitud de un método, si se desea demostrar la confiabilidad de sus resultados; por tal razón, se recomienda que el diseño experimental de las pruebas a realizar en el procedimiento de validación y de estimación de incertidumbre, sea lo suficientemente representativo en cuanto a número de muestras ensayadas se refiere. Si se tiene una cantidad significativa de muestras, se garantizará el cumplimiento de los criterios de aceptación planteados en la norma técnica de referencia adoptada por el laboratorio, con una mayor representación de la población, es decir, del tipo de suelo seleccionado.

Debido a la caracterización heterogénea del suelo, y a su variabilidad espacio-temporal, se convierte en un desafío encontrar muestras de suelo de condiciones aproximadamente iguales. Sin embargo, es posible el uso de técnicas de muestreo geotécnico como los apiques y/o trincheras, en donde la probabilidad de encontrar material de características similares aumenta.

Una de las fuentes de incertidumbre que tienen su aporte a la incertidumbre expandida de la medición, es la medición imperfecta de las condiciones ambientales del sitio donde se realiza el ensayo. En el presente artículo se midieron variables de temperatura y humedad relativa con base en información proveniente de estaciones meteorológicas cercanas a la ubicación geográfica del laboratorio. Sin embargo, se recomienda el uso y calibración de instrumentos analógicos o digitales que permitan medir las variables de temperatura y humedad al interior del laboratorio, con el fin de conocer la incertidumbre estándar asociada a la medición de dichas variables.

## 8 CONCLUSIONES

La documentación generada servirá de base al laboratorio de suelos de la empresa Construsuelos de Colombia S.A.S., para los procesos de validación de metodologías de ensayo y de estimación de incertidumbres en las mediciones realizadas. Esto con el fin de cumplir con los requerimientos técnicos de la norma NTC/ISO 17025:2005, y aspirar a la acreditación de los ensayos que se realizan actualmente en el laboratorio.

El buen manejo de la información, la evidencia física y matemática del desempeño de los procesos llevados a cabo al interior del laboratorio, y la detección temprana de posibles fallas en dichos procesos, son herramientas clave que proveen un significativo posicionamiento de la empresa a nivel competitivo en la región y demuestran la fiabilidad de los resultados allí generados.

La aplicación, con fines académicos, del proceso de validación a los ensayos para determinar los límites de consistencia de Atterberg en muestras de suelo demostró y evidenció el buen desempeño del método con base en atributos de calidad como la precisión y exactitud. La realización de ensayos intra e interlaboratorio, y su posterior comparación con rangos y criterios aceptables, sirvieron como evidencia estadística de la precisión del método sometido a condiciones de repetibilidad y reproducibilidad.

Los resultados obtenidos de la estimación de la incertidumbre en las mediciones del límite líquido, plástico e índice de plasticidad, muestran valores significativamente altos; lo cual indica que ciertas componentes o fuentes de incertidumbre representan un aporte significativo en la incertidumbre expandida. Las incertidumbres típicas estándar asociadas a la ejecución del ensayo por diferentes operadores, fueron quizá, la fuente que más predominó en el cálculo de

la incertidumbre combinada  $U_c$ . Esto activa una alerta temprana al laboratorio de suelos de la empresa; lo que implicaría jornadas de capacitación al personal técnico de laboratorio, con enfoque en la realización de ensayos para determinar límites de Atterberg, y a su respectiva preparación inicial de la muestra.

El estudio de validación y estimación de incertidumbre aplicada a los ensayos para determinar los límites de Atterberg en muestras de suelos limosos de plasticidad media, representa un referente para la ejecución y demostración de procesos de validación y estimación de incertidumbre frente al Organismo Nacional de Acreditación de Colombia (ONAC).

## CITAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] FUNDACIÓN CENTRO NACIONAL DEL MEDIO AMBIENTE. Materiales de referencia y comparaciones interlaboratorios: Herramientas para el control de calidad en laboratorios de ensayo. Primera edición. Santiago de Chile: Manuel A. Leyva-Guzmán, 2006. p 23-24.
- [2] INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Normas Técnicas Colombianas. Bogotá: INCONTEC, 2005. p 13-29: il. (NTC 17025)
- [3] JOINT COMMITTEE FOR GUIDES IN METROLOGY. Evaluation of measurement data: Guide to the expression of uncertainty in measurement. First edition. Sèvres: Editor, 2008. p 5.
- [4] INSTITUTO NACIONAL DE VÍAS. Normas de ensayo para materiales de carreteras. Primera edición. Bogotá, 2013. Sección 100 p 2-3: il. (INV E 125)
- [5] INSTITUTO NACIONAL DE VÍAS. Normas de ensayo para materiales de carreteras. Primera edición. Bogotá, 2013. Sección 100 p 1: il. (INV E 103)
- [6] INSTITUTO NACIONAL DE VÍAS. Normas de ensayo para materiales de carreteras. Primera edición. Bogotá, 2013. Sección 100 p 2: il. (INV E 126)
- [7] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Practice for Use of Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods. First edition. West Conshohoken, 2014.
- [8] PIÑEIRO, M. M. Metrología: Introducción, conceptos e instrumentos. Primera edición. Asturias: Universidad de Oviedo, 2000. p 27-28.
- [9] UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA. Guía para la estimación de incertidumbre. Bogotá D.C., 2010, p 4.
- [10] INSTITUTO NACIONAL DE VÍAS. Normas de ensayo para materiales de carreteras. Primera edición. Bogotá, 2013. Sección 100 p 2: il. (INV E 107)

## BIBLIOGRAFÍA

EURACHEM/CITAC. Guía CG 4 EURACHEM/CITAC: Cuantificación de la incertidumbre en medidas analíticas. Primera edición española. Madrid: EuroLab, 2012. p 10-27.

FUNDACIÓN CENTRO NACIONAL DEL MEDIO AMBIENTE. Materiales de referencia y comparaciones interlaboratorios: Herramientas para el control de calidad en laboratorios de ensayo. Primera edición. Santiago de Chile: Manuel A. Leyva-Guzmán, 2006. p 23-24.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Normas Técnicas Colombianas. Bogotá: INCONTEC, 2005. p 13-29: il. (NTC 17025).

INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA. Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: Aspectos generales sobre la validación de métodos. Primera edición. Santiago de Chile: Boris Duffau, 2010. p 4-8.

INSTITUTO NACIONAL DE VÍAS. Normas de ensayo para materiales de carreteras. Primera edición. Bogotá, 2013. Sección 100.

JOINT COMMITTEE FOR GUIDES IN METROLOGY. Evaluación de datos de medición: Guía para la expresión de la incertidumbre de medida. Primera edición. Madrid: Centro Español de Metrología, 2009. p 6-28.

MAGNUSSON, B and ÖRNEMAR, U. Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods - A laboratory guide to method validation and related topics. Second edition. Leoben, 2014. p 14-38.

MONTOYA CORRALES, Daniela; MONTOYA CORRALES, Luisa. Validación, cálculo de incertidumbre y determinación de la trazabilidad para los ensayos de nitrógeno Kjeldahl y nitrógeno amoniacal en el laboratorio de química ambiental en la Universidad Tecnológica de Pereira. Pereira, 2012. Trabajo de grado (Tecnólogo químico). Universidad Tecnológica de Pereira.