

**ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE A TRAVÉS DEL SOFTWARE GUM
WORKBENCH PARA LOS MÉTODOS DE ENSAYO DE LA COORDINACIÓN
INSPECCIÓN DE CALIDAD DE LA GRB**

DIEGO ARMANDO TORRES JAIMES

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUIMICA
BUCARAMANGA**

2011

**ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE A TRAVÉS DEL SOFTWARE GUM
WORKBENCH PARA LOS MÉTODOS DE ENSAYO DE LA COORDINACIÓN
INSPECCIÓN DE CALIDAD DE LA GRB**

DIEGO ARMANDO TORRES JAIMES

**Trabajo de Grado Presentado como requisito para Optar al Título de
QUÍMICO**

Director

QCO. ÁLVARO NÚÑEZ VARGAS (ECOPETROL S.A)

PHD. ENRIQUE MEJÍA OSPINO (UIS)

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE CIENCIAS

ESCUELA DE QUIMICA

BUCARAMANGA

2011

DEDICATORIA

“A toda mi familia por brindarme siempre lo mejor, en especial a mi madre por ser la mujer más especial en mi vida, por su amor incondicional y por darme tantas bendiciones a lo largo de mi existencia. A mi padre, por sus enseñanzas y grandes esfuerzos para brindarme la posibilidad de formarme como profesional y por considerar siempre la educación una prioridad. A mi hermana, por su ejemplo de perseverancia”

Diego Armando Torres Jaimes

AGRADECIMIENTOS

A mi familia, por ayudarme a formar como profesional y darme la libertad de tomar siempre mis propias decisiones; por su confianza y amor verdadero.

A la Coordinación Inspección de Calidad (CID) de la Gerencia Refinería Barrancabermeja en ECOPETROL S.A., por brindarme la oportunidad de iniciar mi vida profesional como estudiante en práctica industrial.

A Álvaro, por ser mi segundo tutor en la CID y asignarme éste valioso proyecto. Por su gran disposición y contribución con esta tesis de grado; por compartir sus conocimientos y creer en mis capacidades.

A Anyelo, por recibirme de manera voluntaria como primer tutor, además de sus valiosos consejos y enseñanzas.

A Deiby, por sus aportes y correcciones en ésta tesis de grado; por ser el último tutor asignado en mi práctica industrial y brindarme confianza.

A Jairo, Luz Myriam y Diana Lucero por sus grandes aportes y enseñanzas, experiencia, tolerancia y sencillez.

A todo el personal analista, técnico, supervisor y profesional de la CID, por ser mis maestros y hacer de mi práctica industrial una segunda universidad.

Al profesor Enrique Mejía, por aceptar la dirección de ésta tesis de grado, sus correcciones, aportes y paciencia.

Al profesor Juan Manuel, por su comprensión y por tantas enseñanzas en los últimos años; por su amistad y sus consejos.

A Daissy Julieth, por su amor, confianza y compañía durante todo este tiempo.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
1. INTRODUCCIÓN	15
2. ESTADO DEL ARTE	18
2.1 EL CONCEPTO DE INCERTIDUMBRE	18
2.2 INCERTIDUMBRE Y ERROR	18
2.3 INCERTIDUMBRE Y PRECISIÓN	19
2.4 INCERTIDUMBRE Y TRAZABILIDAD	20
2.5 IMPORTANCIAS DE LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LOS LABORATORIOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN	20
2.6 IMPORTANCIA DE LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA INDUSTRIA DEL PETRÓLEO	22
2.7 ESTRATEGIAS PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE	23
2.7.1 Estrategia propuesta por la <i>International Organization for Standardization</i> (ISO): “Aproximación de bottom-up”	24
2.7.2 Estrategia propuesta por el <i>Analytical Methods Committee</i> (AMC): “Aproximación de top-down”	25
2.7.3 Estrategia de la validación del método de ensayo	25
2.8 EL SOFTWARE GUM WORKBENCH 2.4 Y SUS APLICACIONES EN LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE	25
3. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA Y JUSTIFICACION	28
4. OBJETIVOS	30
4.1 OBJETIVO GENERAL	30
4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	30
5. PARTE EXPERIMENTAL	31
5.1 MÉTODOS DE ENSAYO BASADOS EN TITULACIONES POTENCIOMÉTRICAS	31
5.2 MÉTODOS DE ENSAYO GRAVIMÉTRICOS	32
5.3 MÉTODOS DE ENSAYO CROMATOGRÁFICOS	32

5.4 MÉTODOS DE ENSAYO ESPECTROSCÓPICOS	33
5.5 MÉTODOS DE ENSAYO BASADOS EN DESTILACIONES	34
6. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	35
6.1 DEFINICIÓN DEL MENSURANDO Y PLANTEAMIENTO DEL MODELO MATEMÁTICO	35
6.2 IDENTIFICACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE	35
6.3 EVALUACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE	36
6.3.1 Fuente de incertidumbre Tipo A	37
6.3.2 Fuente de incertidumbre Tipo B	38
6.3.3 Distribuciones de probabilidad	38
6.4 CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR COMBINADA	39
6.5 CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE EXPANDIDA	40
6.6 ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE PARA LOS MÉTODOS DE ENSAYO CALIBRADOS MEDIANTE LA FUNCIÓN DE REGRESIÓN LINEAL.	41
6.6.1 Modelo de regresión lineal de “y sobre x”	41
6.6.2 Desviación típica de los residuales	42
6.6.3 Incertidumbre estándar de la linealidad	43
6.7 ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA EL NÚMERO DE ÁCIDO EN PRODUCTOS DEL PETRÓLEO POR TITULACIÓN POTENCIOMÉTRICA	43
6.8 ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA DETERMINAR ACIDEZ O ALCALINIDAD EN AGUA	45
6.9 ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA CONTENIDO DE ACEITE EN CERAS DEL PETRÓLEO	46
6.10 ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA DETERMINACIÓN DE MONOGLICÉRIDOS TOTALES, DIGLICÉRIDOS	

TOTALES, TRIGLICÉRIDOS TOTALES, GLICERINA LIBRE Y TOTAL EN B-100 METIL-ESTERES DE ÁCIDOS GRASOS	47
6.11 ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA LA DETERMINACIÓN DE ELEMENTOS EN AGUA POR ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN ATÓMICA POR PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE	48
6.12 ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA DESTILACIÓN DE PRODUCTOS DEL PETRÓLEO A PRESIÓN ATMOSFÉRICA	49
7. CONCLUSIONES	51
8. RECOMENDACIONES	52
BIBLIOGRAFÍA	53
ANEXOS	58

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1 Etapas para la estimación de la incertidumbre propuestas por ISO	24
Figura 2 Software GUM Workbench 2.4, una herramienta informática para la estimación de la incertidumbre	26
Figura 3 Diagrama de causa y efecto para la identificación de las fuentes de incertidumbre	36
Figura 4 Tabla de selección de funciones de distribución de EURACHEM/CITAC	39

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1 Incertidumbre combinada del método de ensayo ASTM D664	44
Tabla 2 Incertidumbre expandida del método de ensayo ASTM D664	44
Tabla 3 Incertidumbre combinada del método de ensayo ASTM D1067	45
Tabla 4 Incertidumbre expandida del método de ensayo ASTM D1067	46
Tabla 5 Incertidumbre combinada del método de ensayo ASTM D721	46
Tabla 6 Incertidumbre expandida del método de ensayo ASTM D721	47
Tabla 7 Incertidumbre combinada del método de ensayo ASTM D6584	48
Tabla 8 Incertidumbre expandida del método de ensayo ASTM D6584	48
Tabla 9 Incertidumbre combinada del método de ensayo ASTM D1976	49
Tabla 10 Incertidumbre expandida del método de ensayo ASTM D1976	49
Tabla 11 Incertidumbre combinada del método de ensayo ASTM D86	50
Tabla 12 Incertidumbre expandida del método de ensayo ASTM D86	50

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO 1 PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA EL NÚMERO DE ÁCIDO EN PRODUCTOS DEL PETRÓLEO, LUBRICANTES BIODIESEL Y SUS MEZCLAS POR TITULACIÓN POTENCIOMÉTRICA	59
ANEXO 2 PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA DETERMINAR ACIDEZ O ALCALINIDAD EN AGUA	68
ANEXO 3 PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA DETERMINAR CONTENIDO DE ACEITE EN CERAS DEL PETRÓLEO	77
ANEXO 4 PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA LA DETERMINACIÓN DE DIOLEÍNA EN B-100 METIL ÉSTERES DE ÁCIDOS GRASOS	88
ANEXO 5 PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA LA DETERMINACIÓN DE ELEMENTOS EN AGUA POR ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN ATÓMICA POR PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE	102
ANEXO 6 PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA LA DESTILACIÓN DE PRODUCTOS DEL PETRÓLEO A PRESIÓN ATMOSFÉRICA	118

RESUMEN

TÍTULO: ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE A TRAVÉS DEL SOFTWARE GUM WORKBENCH PARA LOS MÉTODOS DE ENSAYO DE LA COORDINACIÓN INSPECCIÓN DE CALIDAD DE LA GRB*

AUTOR: TORRES JAIMES DIEGO ARMANDO**

PALABRAS CLAVES: INCERTIDUMBRE, GUÍA GUM, GUM Workbench 2.4.

DESCRIPCIÓN

La guía para la expresión de la incertidumbre en medición (GUM) define la incertidumbre como una duda, y en su sentido más amplio, incertidumbre de medición significa duda acerca de la validez del resultado de una medición, así como de la exactitud del resultado. Los laboratorios de ensayo y calibración toman decisiones con base a los resultados analíticos, y por esto es importante contar con alguna indicación de la calidad de los resultados y saber hasta qué punto se puede confiar en éstos; para demostrar la calidad de sus resultados, una acción sumamente útil, es la estimación de la incertidumbre.

La Coordinación Inspección de Calidad (CID) de la Gerencia Refinería Barrancabermeja (GRB) en ECOPETROL S.A. en el campo de los productos derivados del petróleo ha realizado análisis de verificación durante años mediante el uso de métodos internacionalmente aceptados de ensayos estándar. Para la estimación de la incertidumbre de los métodos de ensayo estándar, adquirió el software GUM Workbench 2.4. Con la adquisición de esta herramienta informática, en ésta práctica empresarial se estimó la incertidumbre de los métodos de ensayo acreditados y se desarrolló una guía general para la estimación de la incertidumbre; además se realizó la capacitación de todo el personal profesional, técnico y analista de la CID, contribuyendo con el objetivo empresarial de mantener la acreditación internacional para el año 2011 de los laboratorios y demostrar la competencia técnica del personal, la validez técnica de sus operaciones y lograr la aceptación de la información de ensayo en todo el mundo.

* Tesis de Grado

** Universidad industrial de Santander. Facultad de Ciencias, Escuela de Química. Director: Enrique Mejía Ospino. ECOPETROL S.A., Director: Álvaro Núñez Vargas.

SUMMARY

TITLE: UNCERTAINTY ESTIMATION THROUGH THE GUM WORKBENCH SOFTWARE TESTING METHODS FOR COORDINATION QUALITY INSPECTION OF GRB*

AUTHOR: TORRES JAIMES DIEGO ARMANDO**

KEY WORDS: UNCERTAINTY, GUIDE GUM, GUM Workbench 2.4.

DESCRIPTION

The Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) defines uncertainty as a question, and in its broadest sense, uncertainty of measurement means doubt about the validity of the result of a measurement as well as the accuracy of the result. The testing and calibration laboratories take decisions based on analytical results, and therefore it is very important to have some indication of the quality of the results and how far they can trust, to demonstrate the quality of their results. This is utility of the estimation of uncertainty.

Quality Inspection Coordination (CID) of Barrancabermeja Refinery Administration (GRB) in ECOPETROL S.A. in the field of petroleum products has conducted verification tests for years by using internationally accepted methods of standard assays. In order to estimate the uncertainty of the standard test methods, GUM Workbench software 2.4 was purchased. In this practice was estimated uncertainty using GUM Workbench on accredited test methods and it was developed a general guide for estimating the uncertainty. Training was conducted throughout the professional, technical and analyst CID, contributing to the corporate objective of maintaining international accreditation by 2011 of laboratories and demonstrate the technical competence of staff, the technical validity of their operations and achieve the acceptance of test data worldwide.

* Thesis

** Industrial University of Santander. Sciences Faculty, Chemistry School. Director: Enrique Mejía Ospino. Ecopetrol SA, Director: Álvaro Núñez Vargas

1. INTRODUCCIÓN

Desde hace tiempo, el hombre mide comparando la cantidad de magnitud a medir, mensurando, con otra cantidad de referencia de la misma clase, ya sea haciendo intervenir directamente patrones de referencia en el proceso o aplicando un instrumento de medida sobre el mensurando. La escala de los instrumentos y los valores de referencia empleados siempre cuestionan la validez y precisión de los resultados de las mediciones; ese cuestionamiento es conocido como incertidumbre.

El concepto de incertidumbre como atributo cuantificable es relativamente nuevo en la historia de la medición, a pesar de que conceptos como error y análisis de errores han formado parte desde hace mucho tiempo de la práctica de la ciencia de la medida o metrología [1]. Cuando se trabaja en un laboratorio de ensayo, se consideran todos los componentes conocidos o sospechados del error, y aún después de realizar las correcciones oportunas, se observa que existen dudas en el resultado, es decir, una incertidumbre asociada a la corrección del resultado final. Por esto, para los laboratorios de análisis químico y calibración, la incertidumbre en la medición es considerada un parámetro importante que asegura la calidad de los resultados.

En una economía globalizada, empresas como ECOPETROL S.A. se enfrentan constantemente a grandes retos para lograr la racionalización, modernización y competitividad para las cuales son necesarias la calidad y la productividad con el fin de garantizar que sus productos cumplan con las especificaciones comparando con los estándares internacionales para conocer la calidad de su producción. Para esto, los laboratorios de ensayo y calibración de la Coordinación Inspección de Calidad (CID) en la Gerencia Refinería Barrancabermeja (GRB) de ECOPETROL S.A. cuenta con un sistema de medición confiable y un laboratorio de metrología equipado con los instrumentos de medición necesarios adecuadamente calibrados

cuya certificación demuestra su trazabilidad a instrumentos de mayor precisión y exactitud; el control y mantenimiento de todos sus equipos de medición empleados en la producción, inspección y ensayos garantizan la confianza en las mediciones, y a su vez en los resultados de los análisis químicos realizados para cada producto.

Los laboratorios de ensayo y calibración de la Coordinación Inspección de Calidad (CID) en la Gerencia Refinería Barrancabermeja (GRB) de ECOPETROL S.A., en su visión de demostrar las competencias técnicas de sus laboratorios y aumentar la confianza de los clientes en los resultados, desde el año 2005 obtuvo la acreditación en la Norma Internacional ISO/IEC 17025:2005 mediante el Organismo Nacional de acreditación de Colombia (ONAC). Para el año 2011, la Coordinación Inspección de Calidad (CID) tenía como objetivo principal mantener la acreditación y seguir demostrando la competencia técnica del personal, la conducta ética del mismo, la utilización de ensayos y procedimientos de calibración confiables y bien definidos, así como la aceptación de la información de ensayo en todo el mundo mostrando evidencias de la credibilidad de los servicios que realiza. Para cumplir con este propósito, se diseñó un plan de estrategias orientadas a cumplir con los requerimientos de la norma internacional y de esta manera seguir mostrando evidencias de la credibilidad de los servicios que realiza.

Para contribuir con la acreditación, en ésta práctica industrial se ejecutaron las acciones correspondientes encaminadas al cumplimiento del numeral 5.4.6 (apartados 5.4.6.1, 5.4.6.2 y 5.4.6.3) de la Norma Internacional ISO/IEC 17025:2005, que señala que un laboratorio de calibración o de ensayos, que realiza sus propias calibraciones deben tener y deben aplicar procedimientos para estimar la incertidumbre de la medición [2]. De esta manera, éste trabajo no solo planteó como objetivo principal estimar la incertidumbre de los métodos de ensayo acreditados de la Coordinación Inspección de Calidad (CID) de la GRB, sino que

además se desarrolló una guía general para la estimación de la incertidumbre y se capacitó al personal profesional, técnico y analista de la CID en la GRB de ECOPETROL S.A.

2. ESTADO DEL ARTE

2.1 EL CONCEPTO DE INCERTIDUMBRE

La incertidumbre de medición es un término utilizado internacionalmente para describir la calidad de la medición de un valor medido y nos muestra un intervalo alrededor del valor estimado dentro del cual se encuentra el valor considerado verdadero.

La guía GUM (*Guide to the expression of Uncertainty in Measurement*) define la incertidumbre como una duda, y en su sentido más amplio, incertidumbre de medición significa duda acerca de la validez del resultado de una medición, así como de la exactitud del resultado [3]. A su vez, el vocabulario internacional de términos fundamentales y generales en Metrología (VIM), la definen como un parámetro asociado con el resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser atribuidos razonablemente al mensurando [4]. Por lo tanto, la incertidumbre de la medición es un término utilizado internacionalmente para describir la calidad de la medición de un valor medido y refleja, duda acerca de la veracidad del resultado obtenido una vez que se han evaluado todas las posibles fuentes de error y que se han aplicado las correcciones oportunas.

2.2 INCERTIDUMBRE Y ERROR

El vocabulario internacional de términos fundamentales y generales en Metrología, define el error como la diferencia entre el resultado obtenido y el valor verdadero del mensurando [4]; al considerar todas las posibles fuentes de error en la estimación de la incertidumbre de un proceso de medición, se halla una relación entre los conceptos de error e incertidumbre, sin embargo hay importantes diferencias entre ambos conceptos. Cuando se repite varias veces el análisis de

una muestra con un método analítico el resultado no es siempre el mismo ya que los errores aleatorios hacen que el error cometido en cada uno de los análisis sea diferente. Sin embargo, la incertidumbre de todos los resultados obtenidos al analizar esa muestra es siempre la misma ya que se utiliza el mismo método analítico.

Por tanto, si la incertidumbre se ha calculado para un método analítico y un tipo de muestra determinado, todas las muestras de ese tipo que se analicen con ese método tendrán la misma incertidumbre pero no tienen por qué tener el mismo error asociado. Otra diferencia importante, es que el rango de incertidumbre de un método analítico o de un proceso de medición nunca puede ser aplicado como la corrección del resultado, mientras que el error, al ser un valor resultante de la diferencia entre el valor medido y el valor verdadero, sí puede aplicarse como la corrección del resultado de medición.

2.3 INCERTIDUMBRE Y PRECISIÓN

Existen dos medidas de precisión denominadas “extremas” que son la repetibilidad y la reproducibilidad [5]. La primera, es una expresión cuantitativa de los errores aleatorios asociados con el mismo operador en un determinado laboratorio para obtener resultados repetitivos mediante la aplicación del mismo método de ensayo con el mismo equipo en condiciones de funcionamiento constante e intervalos cortos de tiempo. Por otra parte, la reproducibilidad expresa cuantitativamente los errores aleatorios asociados con los diferentes operadores de distintos laboratorios, utilizando materiales distintos, cada uno para obtener un único resultado al aplicar el mismo método de ensayo en una muestra idéntica [6].

A su vez, existe una precisión en condiciones “medias” que se determina cuando dentro de un laboratorio se varían uno o más factores entre cada uno de los ensayos, como el operador, los equipos de medición, la ubicación dentro del

laboratorio, y el tiempo; esta precisión se denomina precisión intermedia y es otra manera de medir la variabilidad de algunos factores que afectan los resultados en un laboratorio de análisis.

La precisión intermedia y la incertidumbre están relacionadas entre sí debido a que la incertidumbre considera todas las fuentes de variabilidad que afectan los resultados [5]. Sin embargo, la incertidumbre siempre será mayor que la precisión intermedia debido a que ésta solo es un componente más de la incertidumbre.

2.4 INCERTIDUMBRE Y TRAZABILIDAD

El objeto de la trazabilidad es permitir la comparabilidad de los resultados de la medición [7]. El vocabulario internacional de términos fundamentales y generales en Metrología, define la trazabilidad como la propiedad del resultado de una medida o de un patrón que permite relacionarlo con referencias determinadas, generalmente nacionales e internacionales a través de una cadena ininterrumpida de comparaciones todas ellas con incertidumbres determinadas [4]. Es por esto que la trazabilidad no puede establecerse si no se conoce la incertidumbre asociada a cada uno de los pasos de la cadena ininterrumpida de comparaciones y tampoco se puede calcular la incertidumbre si previamente no se ha verificado la trazabilidad del método analítico, debido a que si no se ha verificado la trazabilidad del método, no es posible asegurar que se haya corregido o tenido en cuenta todos los posibles errores sistemáticos del método.

2.5 IMPORTANCIAS DE LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LOS LABORATORIOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN.

Los laboratorios de ensayo y calibración toman decisiones con base en los resultados analíticos, y por esto es importante contar con alguna indicación de la calidad de los resultados y saber hasta qué punto se puede confiar en éstos. Por

esta razón, los químicos se encuentran bajo presión para demostrar la calidad de sus resultados y una acción sumamente útil, es la estimación de la incertidumbre; por esta razón, diversas investigaciones sobre la estimación de la incertidumbre en la medición están dirigidas a los laboratorios de ensayo.

Actualmente, se han realizado grandes esfuerzos por proporcionar una manera práctica, comprensible y común de realizar los cálculos de incertidumbre de medición desarrollando metodologías más simples que puedan ser empleadas para evaluar la incertidumbre en los métodos de ensayo; esto con el fin de dar apoyo a la comprensión de éste concepto y su aplicación en los análisis de rutina. Prueba de esto, es una técnica considerada universal desarrollada por Kragten *et al.* que se destaca por el cálculo de las desviaciones estándar con base a la fórmula general para la propagación de errores y emplea un método numérico haciendo uso efectivo de hojas de cálculo para estimar la incertidumbre en la medición [8]; este método aprovecha los paquetes de cómputo como una alternativa para la manipulación algebraica.

A pesar de la validez de esta metodología, el análisis muchas veces sólo se facilita para el diseñador de la hoja de cálculo y resulta tedioso analizar el procedimiento, debido a que éstas se convierten en complejas y extensas relaciones matemáticas que se incrementan proporcionalmente a la identificación de las fuentes de incertidumbre y además no permite observar un procedimiento detallado.

También es importante resaltar un estudio realizado para los laboratorios de análisis ambiental por parte de Gluschke *et al.* en el cual se realizó la estimación de la incertidumbre utilizando la información generada en el proceso de verificación de la trazabilidad del método y se demostró que la validación de un método de ensayo podría proporcionar gran parte de los datos necesarios para producir una estimación de la incertidumbre de la medición [9].

Los estudios se realizaron con base en la repetición de los análisis con materiales de referencia certificados, considerando las medidas de control de calidad adecuadas para asegurarse que los componentes de la incertidumbre más relevantes estuviesen contemplados en el procedimiento analítico. Los estudios concluyeron que la evaluación de la incertidumbre asociada con un resultado definitivamente es una parte esencial de cualquier análisis cuantitativo. Además, se demostró que aunque la validación de los métodos de ensayo contribuye en gran parte a la estimación de la incertidumbre, existen otras fuentes que deben ser consideradas asociadas a la heterogeneidad de la muestra, así como las diferencias entre la muestra considerada como representativa y las muestras de rutina analizadas en el laboratorio.

De otro lado, los laboratorios clínicos también han mostrado gran interés por la estimación de la incertidumbre. Una de las principales dificultades que han presentado es la realización de los cálculos estadísticos manualmente, incrementando el tiempo requerido para cada procedimiento. Sin embargo, consideran la incertidumbre como una herramienta de control de calidad interna y externa de la calidad para mantener el control sobre la fase analítica [10].

2.6 IMPORTANCIA DE LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA INDUSTRIA DEL PETRÓLEO.

La industria del petróleo es y siempre ha sido uno de los principales actores en el comercio mundial. Su importancia es tan grande, que se prevé que para el periodo comprendido entre los años 2003 y 2030 la mitad del consumo de petróleo en el mundo será para el sector del transporte y sólo el 39% para el sector industrial [11]. Hoy en día, las refinerías de petróleo se enfrentan a una difícil tarea para optimizar sus niveles de producción y aumentar sus ingresos, pero para satisfacer la demanda no sólo requieren grandes inversiones, sino una planificación estratégica adecuada.

El objetivo de la optimización de una refinería es determinar los mejores niveles de producción que puedan maximizar las ganancias y minimizar los costos operativos con respecto a las limitaciones operativas y las regulaciones medioambientales. La existencia de incertidumbre o variaciones en algunos parámetros como el precio de las materias primas y productos pueden afectar seriamente los resultados de la optimización y dar lugar a una operación ineficiente. A pesar de que el precio de los productos petroquímicos dependen en gran medida de sus características definidas por las especificaciones, y que la aceptación de los resultados para todos los clientes es un requisito indispensable para el comercio mundial, la estimación de la incertidumbre en los análisis de los productos terminados no ha recibido la suficiente atención en la industria del petróleo [12].

La Coordinación Inspección de Calidad (CID) de la GRB en el campo de los productos derivados del petróleo ha realizado análisis de verificación durante años mediante el uso de métodos internacionalmente aceptados de ensayos estándar, que definen la exactitud requerida y la precisión, representada en la reproducibilidad y repetibilidad de los métodos de ensayo. Sin embargo, la identificación de otras fuentes de incertidumbre de gran importancia en los análisis químicos realizados no se había tenido en cuenta, debido a que no se había realizado la identificación y evaluación de las fuentes de incertidumbre para cada método de ensayo.

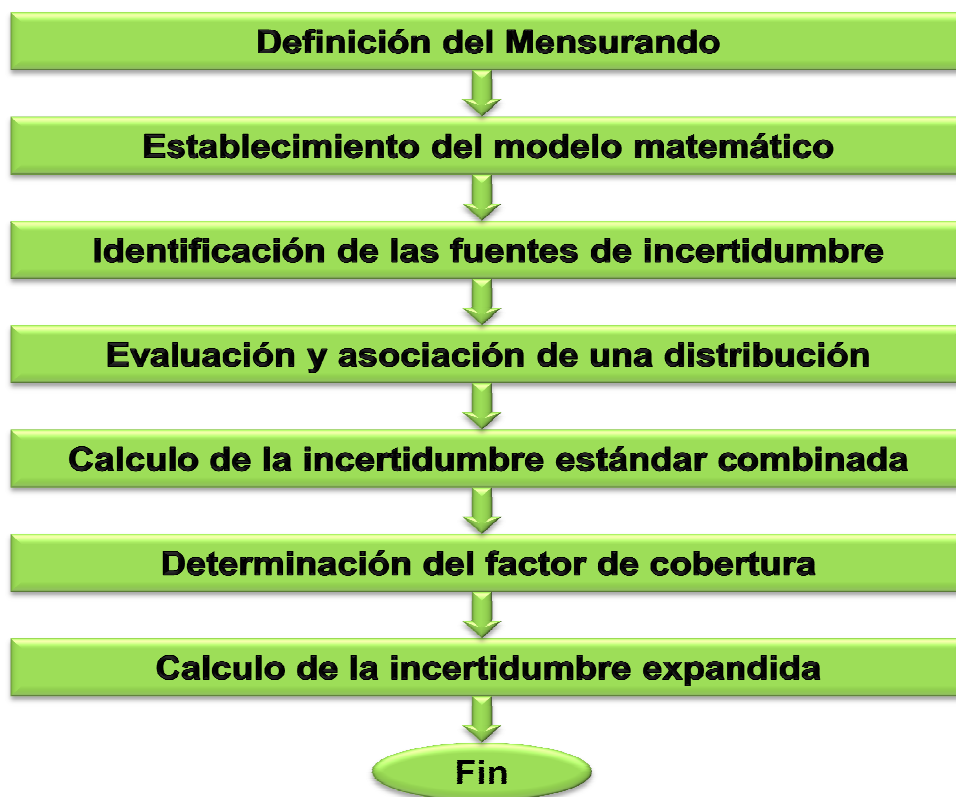
2.7 ESTRATEGIAS PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

Varias estrategias y métodos para el cálculo de la incertidumbre se han propuesto en los laboratorios de ensayo y calibración debido a la dificultad de identificar y cuantificar todas las fuentes de incertidumbre presentes en un proceso de análisis químico. Generalmente, cuando un laboratorio elabora sus procedimientos de calibración incluye en éstos la información e instrucciones necesarias para llevar a cabo el cálculo de incertidumbre correspondiente.

2.7.1 Estrategia propuesta por la *International Organization for Standardization (ISO)*: “Aproximación de bottom-up”. La guía para la expresión de la incertidumbre en la medición (GUM), publicada por ISO en colaboración con BIPM, IEC, IFCC, IUPAC, IUPAP y OIML, estableció reglas generales para evaluar y expresar la incertidumbre en la medición [3,13,14]. Está basada en definir, identificar, evaluar, cuantificar y combinar todas las fuentes de incertidumbre del procedimiento analítico (ver figura 1).

Calcular la incertidumbre con la aproximación de la ISO tiene la ventaja de que, como se han tenido que identificar y cuantificar todas las fuentes de incertidumbre del método analítico, se puede disminuir la incertidumbre de los resultados mejorando aquellas partes del método que contribuyan más a la incertidumbre final del resultado.

Figura 1 Etapas para la estimación de la incertidumbre propuestas por ISO [3].



2.7.2 Estrategia propuesta por el *Analytical Methods Committee (AMC)*: “**Aproximación de top-down**”. La estrategia de la AMC [15] está basada en calcular la incertidumbre globalmente utilizando la información generada en los análisis interlaboratorio, cuyos participantes deben analizar una muestra certificada por un método analítico específico y la incertidumbre de los resultados obtenidos se obtiene a partir de la desviación estándar; esta desviación estándar corresponde a la reproducibilidad del método debido a que los resultados se han obtenido por diferentes laboratorios. Aunque esta estrategia requiere poco tiempo adicional, no identifica ni evalúa las demás fuentes de incertidumbre del procedimiento analítico en estudio.

2.7.3 Estrategia de la validación del método de ensayo. Esta estrategia se basa en utilizar la información obtenida en la validación del método de ensayo y calcula la incertidumbre utilizando la información generada en el proceso de verificación de la trazabilidad del método. Aunque es una forma práctica de estimar la incertidumbre, se debe ser muy riguroso para que a lo largo del tiempo el laboratorio pueda asegurar que sus resultados siguen siendo trazables y que sigue siendo válida la incertidumbre obtenida a partir de la información de la verificación de la trazabilidad.

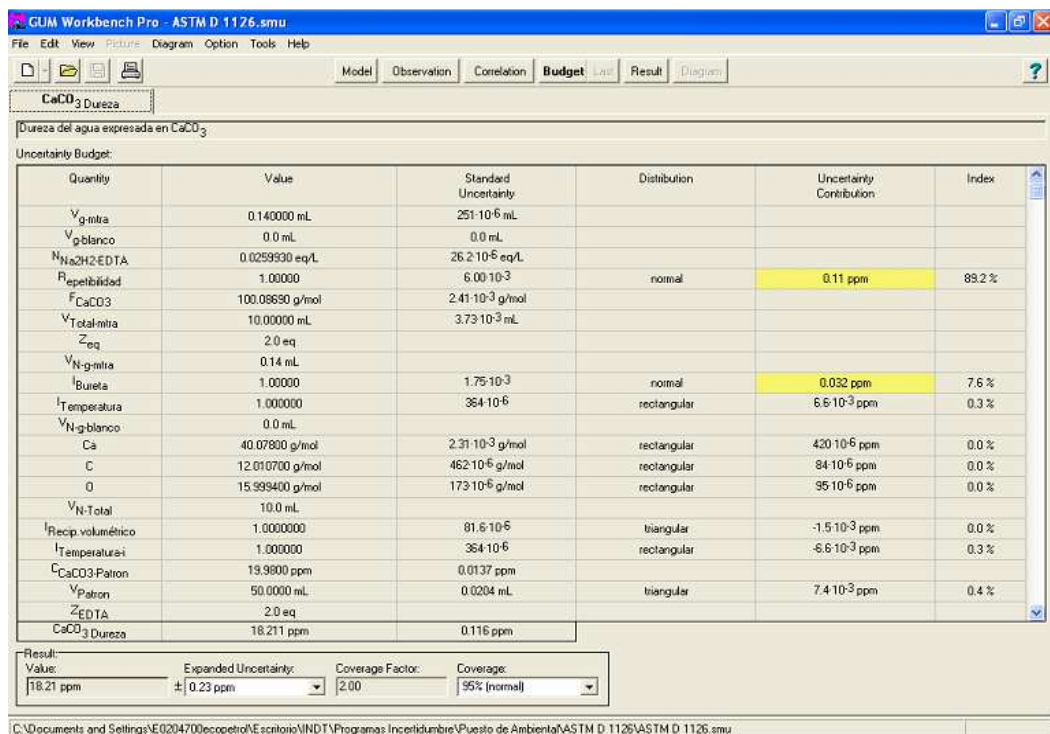
2.8 EL SOFTWARE GUM WORKBENCH 2.4 Y SUS APLICACIONES EN LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

El software GUM Workbench 2.4 [16] (ver figura 2) es una herramienta útil y eficaz en la estimación de la incertidumbre de la medición. Este software fue desarrollado por el Instituto Tecnológico Danés desde hace más de diez años y es una excelente herramienta de fácil uso basada en la guía para la expresión de la incertidumbre en la medición (GUM); es importante mencionar que la GUM establece reglas generales de evaluación y expresión de incertidumbre, sin

embargo no establece formatos de cálculo específicos permitiendo al operador usar diversas herramientas manuales o informáticas [3].

El software GUM Workbench 2.4 ha sido utilizado por prestigiosas universidades del mundo e instituciones que han encontrado en esta herramienta informática una alternativa práctica y sencilla para estimar la incertidumbre de la medición. Ejemplo de esto, es la prestigiosa Universidad de Tartu, que emplea éste software desde hace mas de cinco años y basándose en su experiencia cree firmemente que no solo es una simple herramienta para la estimación de la incertidumbre en la medición; asegura que el alcance es mucho más amplio y se caracteriza principalmente por la posibilidad de encontrar los principales contribuyentes a la incertidumbre y presentar una descripción detallada del procedimiento, permitiendo analizarlo y encontrar la manera de mejorarlo [17].

Figura 2. Software GUM Workbench 2.4, una herramienta informática para la estimación de la incertidumbre [16].



Como asistente informático, es muy intuitivo, fácil, sistemático y prácticamente no necesita de ayuda para realizar los cálculos estadísticos; además presenta un lenguaje de programación de fácil interpretación [18,19]. Diversas investigaciones, demuestran que éste software puede ser utilizado bajo diferentes condiciones experimentales, proporcionando un análisis detallado del mensurando y un procedimiento práctico de la estimación de la incertidumbre de la medición [20,21].

3. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA Y JUSTIFICACION

Desde el año 2005 los laboratorios de ensayo y calibración de la Coordinación Inspección de Calidad (CID) en la Gerencia Refinería Barrancabermeja (GRB) de ECOPETROL S.A. se encuentran acreditados bajo la norma internacional ISO/IEC 17025:2005 mediante el Organismo Nacional de acreditación de Colombia (ONAC). Desde la obtención de la acreditación, la CID en su interés de operar conforme a criterios basados en los requisitos establecidos en la norma internacional, estimaba la incertidumbre de los métodos de ensayo acreditados a partir de los resultados obtenidos de la reproducibilidad de una muestra certificada para cumplir con el numeral 5.4.6 de la norma internacional; sin embargo, las pruebas de repetibilidad y reproducibilidad no se consideraban representativas debido a que no se contemplaban todas las fuentes de incertidumbre de los métodos de ensayo.

La CID llevó a cabo la gestión de una estrategia para la estimación de la incertidumbre de los métodos de ensayo acreditados diseñando un cronograma de actividades para la realización de los procedimientos e inició el respectivo trabajo empleando un método numérico el cual hacía uso efectivo de una hoja de cálculo, basándose en el procedimiento sugerido por Kragten *et al* [8]. Sin embargo, ésta estrategia no llenó las expectativas de la CID debido a que el método empleado sólo se facilitaba para el diseñador de la hoja de cálculo, además resultaba tedioso trabajar con numerosas fuentes de incertidumbre y el avance no era significativo. En consecuencia con lo anterior y como parte de los esfuerzos por buscar una alternativa útil y eficaz para optimizar el proceso de estimación de la incertidumbre para los métodos de ensayo acreditados, la Coordinación Inspección de Calidad adquirió el software GUM Workbench 2.4, una útil herramienta informática completamente validada que posee la versatilidad para trabajar desde métodos sencillos hasta otros de mayor complejidad [20,21].

Con la adquisición de esta herramienta informática, en ésta práctica empresarial se planteó desarrollar una guía general para la estimación de la incertidumbre y estimar la incertidumbre de los métodos de ensayo acreditados; además se planeó realizar la capacitación de todo el personal profesional, técnico y analista de la Coordinación Inspección de Calidad (CID) de la GRB, para contribuir con el objetivo empresarial de mantener la acreditación internacional para el año 2011 de los laboratorios y demostrar la competencia técnica del personal, la validez técnica de sus operaciones y lograr la aceptación de la información de ensayo en todo el mundo.

4. OBJETIVOS

4.1 OBJETIVO GENERAL

Estimar la incertidumbre a través del software GUM Workbench 2.4 para los métodos de ensayo aplicados en la Coordinación Inspección de Calidad de la GRB acreditados por el Organismo Nacional de Acreditación de Colombia (ONAC).

4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Contribuir con el objetivo empresarial de mantener la acreditación internacional para el año 2011 con el cumplimiento del numeral 5.4.6 (apartados 5.4.6.1, 5.4.6.2 y 5.4.6.3) de la Norma Internacional ISO/IEC 17025:2005.
- Realizar procedimientos prácticos para la estimación de incertidumbre a través del software GUM Workbench 2.4. para cada método de ensayo.
- Capacitar al personal de la Coordinación Inspección de Calidad de la GRB en el manejo del software y en la estimación de la incertidumbre de los diferentes métodos de ensayo.

5. PARTE EXPERIMENTAL

En este proyecto se hizo énfasis en la identificación y evaluación de las fuentes de incertidumbre para cada método de ensayo; posteriormente se estructuraron las fuentes de incertidumbre en el software GUM Workbench 2.4 de 50 métodos de ensayo distribuidos en los laboratorios de cromatografía, espectroscopía, destilaciones, ambiental, crudos y fondos, parafinas, octanos, cinemáticas y polietileno en la Coordinación Inspección de Calidad de la GRB, de los cuales se presentan los resultados de 6 métodos de ensayo acreditados bajo la Norma Internacional ISO/IEC 17025:2005 por la ONAC.

Dentro del cronograma de actividades se estableció iniciar el trabajo con los métodos de ensayo basados en titulaciones potenciométricas, seguido de los métodos gravimétricos, posteriormente los cromatográficos y espectroscópicos y finalmente los métodos de ensayo basados en destilaciones. Se empleó el software GUM Workbench 2.4 como herramienta informática para sistematizar los modelos matemáticos y las fuentes de incertidumbre identificadas, mediante el lenguaje de programación característico y único de este software; se realizaron los códigos informáticos respectivos para cada método de ensayo con el fin de clasificar cada fuente de incertidumbre identificada y obtener el procedimiento respectivo.

5.1 MÉTODOS DE ENSAYO BASADOS EN TITULACIONES POTENCIOMÉTRICAS.

En el laboratorio de Crudos y Fondos, uno de los métodos al cual se estimó la incertidumbre fue el método de ensayo estándar ASTM D664 denominado “Método de ensayo estándar para el número de ácido en productos del petróleo por titulación potenciométrica” [22].

La definición del mensurando y el planteamiento del modelo matemático se basó en el método de cálculo establecido por la norma internacional y el software empleado por los tituladores automáticos [23]. Posteriormente se identificaron las fuentes de incertidumbre mediante la observación y realización de los análisis respectivos en el área de trabajo para visualizar el impacto de cada una sobre el mensurando; a su vez se definieron las fuentes de incertidumbre identificadas basándose en la guía GUM [3] y EURACHEM/CITAC [13] (ver anexo 1). La misma estrategia se empleó para los demás métodos de ensayo basados en titulaciones potenciométricas como el método de ensayo estándar ASTM D1067 realizado en el laboratorio de ambiental denominado “Método de ensayo estándar para determinar acidez o alcalinidad en agua” (ver anexo 2) [24].

5.2 MÉTODOS DE ENSAYO GRAVIMÉTRICOS

En el laboratorio de parafinas se realizó el procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método gravimétrico ASTM D721 correspondiente al “Método de ensayo estándar para contenido de aceite en ceras del petróleo” para el cual sólo se tuvo en cuenta el método de cálculo establecido por la norma internacional [25]. El mensurando y los modelos matemáticos de los demás métodos de ensayo gravimétricos se establecieron de acuerdo a la norma. La identificación de las fuentes de incertidumbre se realizaron con base a la guía GUM [3] y EURACHEM/CITAC [13]; se realizaron los análisis correspondientes al método de ensayo empleando muestras de carta de control y se emplearon los datos para la realización de cada programa (ver anexo 3).

5.3 MÉTODOS DE ENSAYO CROMATOGRÁFICOS

La definición del mensurando y el establecimiento del modelo matemático de los métodos de ensayo realizados en el laboratorio de cromatografía fue versátil. Dependiendo del producto y de la norma internacional aplicable, algunos métodos

de ensayo fueron definidos por normalización de área o mediante los métodos de cálculo establecidos en la norma internacional. Para algunos casos se definió con base al modelo de función lineal empleado para la calibración del método con patrones de referencia certificados, como el método ASTM D6584 denominado “Método de ensayo estándar para determinación de monoglicéridos totales, diglicéridos totales, triglicéridos totales, glicerina libre y total en B-100 metil-esteres de ácidos grasos” [26].

Las calibraciones se realizaron con patrones certificados y las muestras analizadas fueron muestras de carta de control certificadas por la norma internacional respectiva para la obtención detallada de cada procedimiento de estimación de la incertidumbre (ver anexo 4).

5.4 MÉTODOS DE ENSAYO ESPECTROSCÓPICOS

Los métodos de ensayo estándar realizados en el laboratorio de espectroscopía son en su mayoría calibrados mediante el modelo de función lineal como el método ASTM D1976 denominado “Método de ensayo estándar para la determinación de elementos en agua por espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente” [27].

Los métodos espectroscópicos realizados definen adecuadamente el mensurando y el modelo matemático en la norma respectiva. La identificación de las fuentes de incertidumbre se realizó teniendo en cuenta la guía GUM [3] y EURACHEM/CITAC [13]; se emplearon patrones de referencia certificados para la calibración de los equipos y se emplearon muestras de carta de control para la obtención de los procedimientos respectivos (ver anexo 6).

5.5 MÉTODOS DE ENSAYO BASADOS EN DESTILACIONES.

El método ASTM D86 denominado “Método de ensayo estándar para destilación de productos del petróleo a presión atmosférica” del puesto de destilaciones se caracterizó por tener definido el mensurando y el modelo matemático expresado en la norma internacional ASTM [28]. Los demás procedimientos en el laboratorio de destilaciones cumplen con los métodos de cálculo establecidos por la norma internacional respectiva. Se identificaron las fuentes de incertidumbre con base a la guía GUM [3] y EURACHEM/CITAC [13] y se utilizaron muestras de carta de control para la realización de los ensayos correspondientes para obtener los procedimientos de estimación de incertidumbre para cada método de ensayo (ver anexo 5).

6. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

6.1 DEFINICIÓN DEL MENSURANDO Y PLANTEAMIENTO DEL MODELO MATEMÁTICO.

La etapa inicial del trabajo consistió en definir el valor sujeto a medición o mensurando; posteriormente se llevó a cabo el planteamiento matemático con base a las variables físicas o químicas que afectaban el valor de la magnitud analizada según las normas establecidas en la guía GUM [3]. Se entendió que toda medición llevaba implícita una incertidumbre debido a la imperfección natural que se tiene al realizar alguna medición y esto hace imposible conocer con certeza absoluta el valor verdadero de una magnitud. Por esta razón, se definió el mensurando y se planteó el modelo matemático para cada método de ensayo con el fin de establecer las diversas fuentes de incertidumbre.

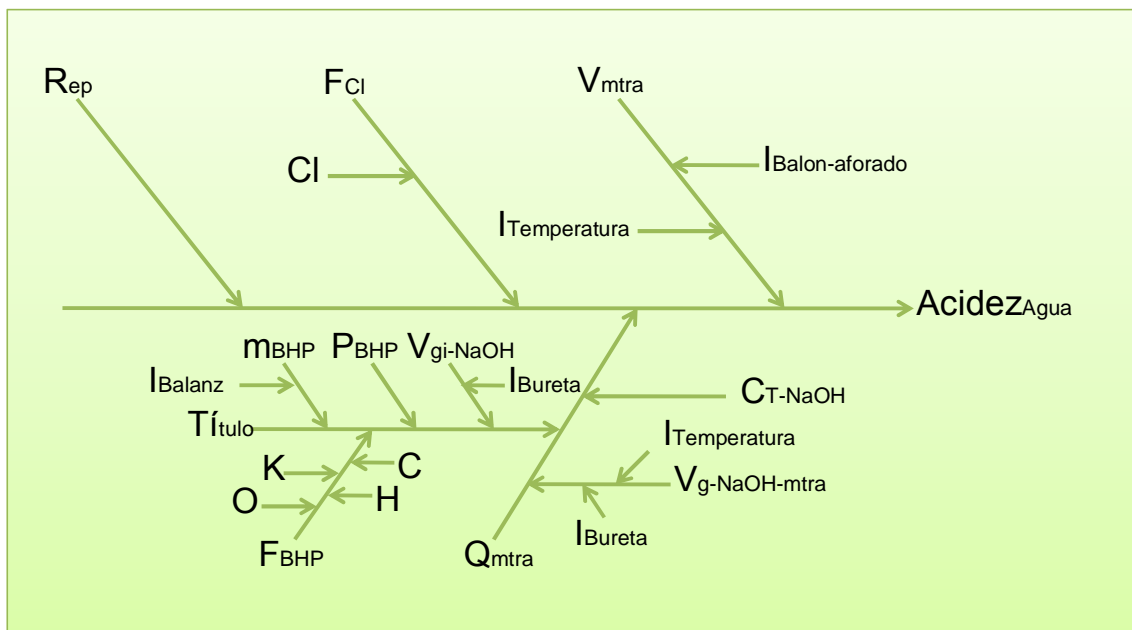
6.2 IDENTIFICACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE

La identificación de las posibles fuentes de incertidumbre para cada método de ensayo se realizó con base a la guía GUM [3] y la cuantificación de la incertidumbre en las mediciones analíticas de EURACHEM/CITAC [13].

En la práctica, mediante un estudio preliminar, se identificaron las fuentes de incertidumbre más significativas. Inicialmente se elaboró un listado de todas las fuentes, que se consideraron que contribuían significativamente a la incertidumbre. En esta etapa no fue necesario concentrarse en la cuantificación de las fuentes individuales sino en estar completamente seguro acerca de cuáles deberían ser consideradas. Posteriormente se analizaron los posibles efectos de la matriz, interferencias, condiciones ambientales, aproximaciones y suposiciones en el método de medición y procedimientos.

Una vez listada las fuentes de incertidumbre, se procedieron a realizar los diagramas de causa-efecto (ver figura 3) [29], con el fin de analizar el efecto de cada una de las fuentes sobre el resultado representado por el modelo matemático, es decir, se complementó el modelo matemático inicial, con todas aquellas fuentes de incertidumbre identificadas. Cada fuente de incertidumbre se analizó por separado para determinar si debía o no tenerse en cuenta en la estimación de la incertidumbre de la medición.

Figura 3 Diagrama de causa y efecto para la identificación de las fuentes de incertidumbre [13,29].



6.3 EVALUACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE

Para la evaluación de las fuentes de incertidumbre identificadas se tuvo en cuenta la guía GUM [3] en la cual se distinguen dos métodos principales para clasificar las fuentes de incertidumbre, la fuente de incertidumbre Tipo A que está basada en un análisis estadístico de una serie de mediciones, mientras que la fuente de

incertidumbre Tipo B comprende todas las demás maneras de estimar la incertidumbre. Ambos tipos están basados en distribuciones de probabilidad y la única diferencia que existe, es que en una clasificación tipo A se estima esta distribución basándose en mediciones repetidas obtenidas del mismo proceso de medición mientras en el caso de tipo B se supone una distribución con base en experiencia o información externa al metrologo [30,31,32].

6.3.1 Fuente de incertidumbre Tipo A. La incertidumbre Tipo A es un método de evaluación de la incertidumbre mediante análisis estadístico de series de observaciones [3,4]. El procedimiento de cálculo que realiza el software GUM Workbench 2.4 para las fuentes de incertidumbre Tipo A es el siguiente:

La incertidumbre de una magnitud de entrada X_i obtenida a partir de observaciones repetidas bajo condiciones de repetibilidad, se estima con base en la dispersión de los resultados individuales. Si X_i se determina por n mediciones independientes, resultando en valores q_1, q_2, \dots, q_n , el mejor estimado x_i para el valor de X_i es la media de los resultados individuales (ver ecuación 1).

$$x_i = \bar{q} = \frac{1}{n} * \sum_{j=1}^n q_j$$

Ecuación 1.

La dispersión de los resultados de la medición q_1, q_2, \dots, q_n , para la magnitud de entrada X_i se expresa por su desviación estándar experimental (ver ecuación 2).

$$s(q) = \sqrt{\frac{1}{n-1} * \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2}$$

Ecuación 2.

La incertidumbre estándar $u(x_i)$ de x_i se obtiene finalmente mediante el cálculo de la desviación estándar experimental de la media (ver ecuación 3).

$$u(x_i) = s(\bar{q}) = \frac{s(q)}{\sqrt{n}}$$

Ecuación 3.

Finalmente resulta la incertidumbre estándar de x_i (ver ecuación 4).

$$u(x_i) = \frac{1}{\sqrt{n}} * \sqrt{\frac{1}{n-1} * \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2}$$

Ecuación 4.

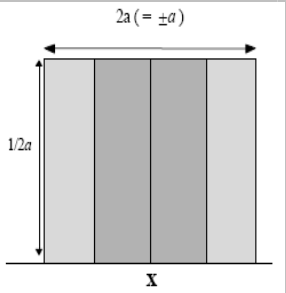
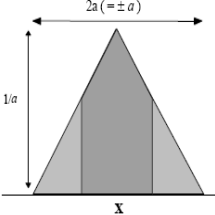
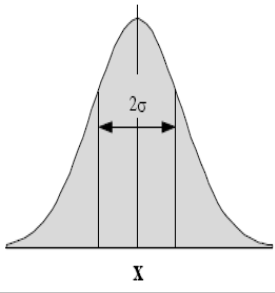
6.3.2 Fuente de incertidumbre Tipo B. Para la clasificación de las fuentes de incertidumbre como Tipo B se tuvieron en cuenta la proveniencia de:

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

6.3.3 Distribuciones de probabilidad. Posterior a la clasificación de las fuentes de incertidumbre, se determinó la distribución de probabilidad de acuerdo a la guía GUM³ y se empleó como referencia la tabla de selección de funciones de

distribución de EURACHEM/CITAC; finalmente se asignó la distribución a cada fuente de incertidumbre identificada (ver figura 4).¹³

Figura 4 Tabla de selección de funciones de distribución de EURACHEM/CITAC [13].

Distribución	Forma	Usar cuando	Incertidumbre
Rectangular		<ul style="list-style-type: none"> • Si la especificación da límites sin especificar un nivel de confianza. • Si la especificación es hecha con el máximo rango sin conocer la forma de la distribución. 	$u(y) = a/\sqrt{3}$
Triangular		<ul style="list-style-type: none"> • Si la especificación es menos limitada que la distribución rectangular. • Los valores cercanos a x están más semejantes que próximos a los límites. 	$u(y) = a/\sqrt{6}$
Normal		<ul style="list-style-type: none"> • Si la estimación es hecha desde observaciones repetitivas de un proceso variando aleatoriamente. • Una incertidumbre es dada en la forma de una desviación estándar s, una desviación estándar relativa s/\bar{x}. 	$u(y) = s$ $u(y) = x(s/\bar{x})$

6.4 CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR COMBINADA

Después de estimar los componentes individuales como incertidumbres estándar, se combinaron siguiendo el principio de propagación de los errores de la guía

GUM [3] mediante el software para dar lugar a la incertidumbre combinada (ver ecuación 5).

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n [c_i * u(x_i)]^2} = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} * u(x_i) \right]^2}$$

Ecuación 5.

Esta expresión indica que la incertidumbre combinada estándar es siempre más grande que el mayor componente individual de incertidumbre estándar. Al mismo tiempo puede verse que la contribución de los términos pequeños puede ser despreciada la mayoría de veces.

6.5 CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE EXPANDIDA

La incertidumbre expandida se calculó para proporcionar un intervalo que incluyera una elevada proporción de todos los valores que podrían atribuirse al mensurando con un nivel de confianza especificado. La guía GUM [3] establece que la incertidumbre expandida es el resultado del producto entre la incertidumbre estándar combinada y un factor de cobertura (k) (ver ecuación 6), que en la mayoría de ocasiones generalmente k=2 con un nivel de confianza del 95%. De ésta manera, en el presente trabajo se expresó la incertidumbre total de cada método de ensayo como la incertidumbre expandida para asegurar que el valor verdadero se encontrara en el intervalo establecido.

$$U = k * u_c$$

Ecuación 6.

6.6 ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE PARA LOS MÉTODOS DE ENSAYO CALIBRADOS MEDIANTE LA FUNCIÓN DE REGRESIÓN LINEAL.

Los métodos de ensayo calibrados mediante la relación lineal entre la observación de las respuestas de los equipos (eje vertical y), a diferentes concentraciones del analito (eje horizontal x) emplean la función de regresión lineal con el fin de calcular la “mejor” línea recta a través de los puntos de la gráfica de calibración.

6.6.1 Modelo de regresión lineal de “y sobre x”. Debido a que la respuesta del equipo está representada en el “eje y”, se estableció que todos los valores de incertidumbre lineal residían en éste eje, y que la incertidumbre en la concentración de los patrones era prácticamente despreciable. De esta manera, la recta que minimizaba las desviaciones en la dirección del “eje y” entre los puntos experimentales y los teóricos se expresa de la siguiente forma (ver ecuación 7):

$$y = m * x + b$$

Ecuación 7.

Donde la pendiente (m) viene dada (ver ecuación 8) y el intercepto (b) (ver ecuación 9):

$$m = \frac{n * \left(\sum_{i=1}^n x_i * y_i \right) - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right) * \left(\sum_{i=1}^n y_i \right)}{n * \left(\sum_{i=1}^n x_i^2 \right) - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right)^2}$$

Ecuación 8.

$$b = \frac{\left(\sum_{i=1}^n y_i\right) - m * \left(\sum_{i=1}^n x_i\right)}{n}$$

Ecuación 9.

Con el fin de estimar la bondad con que se ajustan los puntos experimentales a la línea recta se calculó el coeficiente de correlación (r) (ver ecuación 10):

$$r^2 = \frac{b * \left(\sum_{i=1}^n y_i\right) + m * \left(\sum_{i=1}^n x_i * y_i\right) - n * \bar{y}^2}{\left(\sum_{i=1}^n y_i^2\right) - n * \bar{y}^2}$$

Ecuación 10.

6.6.2 Desviación típica de los residuales. La desviación típica de los residuales (ver ecuación 11), es una ecuación que se relaciona con la ecuación de desviación estándar de una serie de medidas, con la diferencia que las desviaciones (y- \bar{y}) son reemplazadas por los residuales (y- \hat{y}), y el denominador (n-1) se reemplaza por (n-2) [13].

$$S_{y/x} = \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y})^2}{n - 2}$$

Ecuación 11.

Los valores de “ \hat{y} ” representan los valores teóricos calculados con la ecuación de regresión lineal, es decir, los valores ajustados, mientras que “ y ” representa los valores experimentales; El denominador (n-2) cambia debido a los grados de libertad del cálculo de la regresión lineal y además refleja que por dos puntos sólo se puede obtener una línea recta [13].

6.6.3 Incertidumbre estándar de la linealidad. Finalmente, se estimó la incertidumbre estándar de la linealidad asociada a la concentración calculada (ver ecuación 12) [33].

$$S_{x_0} = \frac{S_{y/x}}{m} * \sqrt{\frac{1}{w} + \frac{1}{n} + \frac{(y_0 - \bar{y})^2}{m^2 * \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

Ecuación 12.

En esta ecuación “ y_0 ” representa el valor experimental de la concentración “ x_0 ”, y S_{x_0} representa la desviación estándar de “ x_0 ”. EL valor de “ w ” es empleado cuando el operador o analista químico realiza varias lecturas para obtener el valor experimental “ y_0 ”; los demás valores tienen el significado habitual.³³

6.7 ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA EL NÚMERO DE ÁCIDO EN PRODUCTOS DEL PETRÓLEO POR TITULACIÓN POTENCIOMÉTRICA.

En el laboratorio de crudos y fondos de la Coordinación Inspección de Calidad (CID) se realizó el procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estándar ASTM D664 (ver anexo 1) [22]. Este método de ensayo se usa para indicar los cambios relativos que ocurren en un aceite durante su uso bajo condiciones oxidantes, sin tener en cuenta el color u otras

propiedades del aceite resultante; aunque la titulación se hace bajo condiciones de equilibrio definidas, en el método no se propone medir una propiedad absoluta ácida que se pueda usar para predecir el funcionamiento de un aceite bajo condiciones de servicio; no se conoce una relación general entre la resistencia a la corrosión y el número de ácido.

La incertidumbre estándar combinada (ver tabla 1) y la incertidumbre expandida (ver tabla 2) del método de ensayo estándar ASTM D664, permitieron establecer la contribución de cada fuente de incertidumbre en el mensurando. Se observó el gran impacto de la precisión intermedia comprobando que la variabilidad de algunos factores del método de ensayo afectan significativamente los resultados de análisis en el laboratorio, seguido de la incertidumbre en las buretas de los tituladores automáticos, esta última con un menor aporte de incertidumbre en el resultado final.

Tabla 1 Incertidumbre combinada del método de ensayo ASTM D664.

Mensurando	Valor	Incertidumbre estándar combinada
N_{Acido}	3.15 mg de KOH/g mtra	0.141 mg de KOH/g mtra

Tabla 2 Incertidumbre expandida del método de ensayo ASTM D664.

Mensurando	Valor	Incertidumbre expandida	Factor de cobertura	Confiabilidad
N_{Acido}	3.15 mg de KOH/g mtra	0.28 mg de KOH/g mtra	2.0	95%

6.8 ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA DETERMINAR ACIDEZ O ALCALINIDAD EN AGUA.

El procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estándar ASTM D1067 (ver anexo 2) [24] se realizó en el laboratorio de ambiental de la CID.

Este método de ensayo estándar se usa para asistir en el establecimiento de los niveles de tratamiento químico y para controlar la escarcha, corrosión y otros equilibrios químicos adversos. Los niveles de acidez o alcalinidad son criterios para establecer las solubilidades de algunos metales, la toxicidad de algunos metales, y la capacidad de buffer de algunas aguas.

La incertidumbre estándar combinada del método de ensayo estándar (ver tabla 3) y la incertidumbre expandida (ver tabla 4) del método de ensayo ASTM D1067 permitieron establecer la contribución de cada fuente de incertidumbre en el mensurando. Al igual que el método ASTM D664, se observó el gran aporte de incertidumbre al mensurando de la precisión intermedia, seguido de la incertidumbre en las buretas de los tituladores automáticos, permitiendo observar las dos fuentes más significativas en los métodos de ensayo basados en titulaciones potenciométricas.

Tabla 3 Incertidumbre combinada del método de ensayo ASTM D1067.

Mensurando	Valor	Incertidumbre estándar combinada
A_{Agua}	62.7 ppm	1.47 ppm

Tabla 4 Incertidumbre expandida del método de ensayo ASTM D1067.

Mensurando	Valor	Incertidumbre expandida	Factor de cobertura	Confiabilidad
A_{Agua}	62.7 ppm	2.9	2.0	95%

6.9 ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA CONTENIDO DE ACEITE EN CERAS DEL PETRÓLEO.

En el laboratorio de parafinas se realizó el procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método gravimétrico ASTM D721 (ver anexo 3) [25]. Este método de ensayo cubre la determinación de aceite en ceras del petróleo que tengan un punto de congelación de 30°C (86°F) o más alto y que no contengan más de 15% de aceite. El contenido de aceite de una cera puede tener efectos significativos sobre varias de sus propiedades, tales como su resistencia, dureza, flexibilidad, resistencia al desgaste, coeficiente de fricción, coeficiente de expansión, punto de fusión y filtraje de aceite. La importancia de estos efectos puede depender del uso final de la cera.

La incertidumbre estándar combinada (ver tabla 5) y la incertidumbre expandida (ver tabla 6) del método de ensayo ASTM D721 permitió concluir que la mayor contribución de incertidumbre al mensurando era aportada por la balanza analítica empleada en el puesto de análisis correspondiente. A su vez, se observó ésta tendencia en la gran mayoría de los métodos gravimétricos.

Tabla 5 Incertidumbre combinada del método de ensayo ASTM D721.

Mensurando	Valor	Incertidumbre estándar combinada
$P_{\text{taje}}_{\text{Acetite}}$	0.587 %	0.0463 %

Tabla 6 Incertidumbre expandida del método de ensayo ASTM D721.

Mensurando	Valor	Incertidumbre expandida	Factor de cobertura	Confiabilidad
Ptaje _{Acetite}	0.587 %	0.093	2.0	95%

6.10 ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA DETERMINACIÓN DE MONOGLICÉRIDOS TOTALES, DIGLICÉRIDOS TOTALES, TRIGLICÉRIDOS TOTALES, GLICERINA LIBRE Y TOTAL EN B-100 METIL-ESTERES DE ÁCIDOS GRASOS.

En el laboratorio de cromatografía de la CID se realizó el procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estándar ASTM D6584 (ver anexo 4) [26]. Se reporta solo el procedimiento del porcentaje de diglicéridos en la muestra; para los demás componentes se realizó el mismo procedimiento de estimación de incertidumbre.

Este método cubre la determinación cuantitativa de glicerina libre y total en B-100 metilester por cromatografía de gases; el contenido de glicerina libre y combinada refleja la calidad del biodiesel. Un alto contenido de glicerina libre puede causar problemas durante el almacenamiento, o en el sistema combustible, debido a la separación de la glicerina. Un alto contenido de glicerina total puede ensuciar el inyector y contribuye también a la formación de depósitos en las boquillas de inyección, pistones y válvulas.

La incertidumbre estándar combinada (ver tabla 7) y la incertidumbre expandida (ver tabla 8) del método de ensayo ASTM D6584 permitieron concluir que las mayores fuentes de incertidumbre que contribuían al mensurando estaban dadas por la incertidumbre en la linealidad, debido a que éste método de ensayo es

basado en un modelo de función lineal y los recipientes volumétricos empleados para la preparación de los patrones.

Tabla 7 Incertidumbre combinada del método de ensayo ASTM D6584.

Mensurando	Valor	Incertidumbre estándar combinada
D _{ioleína}	0.0563 %	0.00118 %

Tabla 8 Incertidumbre expandida del método de ensayo ASTM D6584.

Mensurando	Valor	Incertidumbre expandida	Factor de cobertura	Confiabilidad
D _{ioleína}	0.0563 %	0.0024	2.0	95%

6.11 ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA LA DETERMINACIÓN DE ELEMENTOS EN AGUA POR ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN ATÓMICA POR PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE.

En el laboratorio de espectroscopía de la CID se realizó el procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estándar ASTM D1976 (ver anexo 5) [27]. Este método de prueba cubre la determinación de los elementos disueltos en aguas potables, aguas superficiales, y aguas residuales industriales. Se reporta solo el procedimiento para la concentración de hierro en aguas; para los demás componentes (Aluminio, arsénico, antimonio, berilio, boro, cadmio, cromo, cobalto, cobre, hierro, plomo, magnesio, manganeso, molibdeno, níquel, selenio, plata, talio, vanadio y zinc) se realizó el mismo procedimiento de estimación de incertidumbre.

La incertidumbre estándar combinada (ver tabla 9) y la incertidumbre expandida (ver tabla 10) del método de ensayo ASTM D1976 permitió comprobar que la fuente de incertidumbre que mas contribuía al mensurando estaba dada por la incertidumbre en la linealidad, debido a que éste método de ensayo es basado en un modelo de función lineal, seguido de la precisión intermedia que contiene un gran contenido de fuentes que afectan significativamente los resultados de los análisis.

Tabla 9 Incertidumbre combinada del método de ensayo ASTM D1976.

Mensurando	Valor	Incertidumbre estándar combinada
C_{Hierro}	4.62 ppm	0.147 ppm

Tabla 10 Incertidumbre expandida del método de ensayo ASTM D1976.

Mensurando	Valor	Incertidumbre expandida	Factor de cobertura	Confiabilidad
C_{Hierro}	4.62 ppm	0.29 ppm	2.0	95%

6.12 ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA DESTILACIÓN DE PRODUCTOS DEL PETRÓLEO A PRESIÓN ATMOSFÉRICA.

El procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estándar ASTM D86 (ver anexo 6) [28] se realizó en el laboratorio de destilaciones de la CID. Este método de ensayo cubre la destilación atmosférica de productos del petróleo mediante una unidad de destilación de laboratorio con el fin de determinar cuantitativamente los rangos de ebullición; este rango de ebullición suministra información sobre la composición, propiedades y el comportamiento del combustible durante su almacenamiento y posterior uso.

La incertidumbre estándar combinada (ver tabla 11) y la incertidumbre expandida (ver tabla 12) del método de ensayo ASTM D86 permitieron concluir que la repetibilidad de cada temperatura aporta la mayor contribución de incertidumbre al mensurando.

Tabla 11 Incertidumbre combinada del método de ensayo ASTM D86.

Mensurando	Valor	Incertidumbre estándar combinada
T_i	296.468 °F	0.863 °F
T_1	308.85 °F	0.365 °F
T_5	320.101 °F	0.555 °F
T_{10}	330.126 °F	0.504 °F
T_{30}	359.202 °F	0.243 °F
T_{50}	388.358 °F	0.252 °F
T_{70}	419.87 °F	0.350 °F
T_{90}	458.776 °F	0.140 °F
T_{95}	474.86 °F	0.118 °F
T_f	497.917 °F	0.791 °F

Tabla 12 Incertidumbre expandida del método de ensayo ASTM D86.

Mensurando	Valor	Incertidumbre expandida	Factor de cobertura	Confiabilidad
T_i	296.468 °F	1.7 °F	2.0	95%
T_1	308.85 °F	0.73 °F	2.0	95%
T_5	320.101 °F	1.1 °F	2.0	95%
T_{10}	330.126 °F	1.0 °F	2.0	95%
T_{30}	359.202 °F	0.49 °F	2.0	95%
T_{50}	388.358 °F	0.50 °F	2.0	95%
T_{70}	419.87 °F	0.70 °F	2.0	95%
T_{90}	458.776 °F	0.28 °F	2.0	95%
T_{95}	474.86 °F	0.24 °F	2.0	95%
T_f	497.917 °F	1.6 °F	2.0	95%

7. CONCLUSIONES

Se estimó la incertidumbre a través del software GUM Workbench 2.4 para 50 métodos de ensayo distribuidos en los laboratorios de ambiental, cromatografía, espectroscopía, destilaciones, cinemáticas, parafinas, crudos y fondos, octanos y polietileno en la Coordinación Inspección de Calidad (CID) de la Gerencia Refinería Barrancabermeja (GRB) en ECOPETROL S.A., acreditados por el Organismo Nacional de Acreditación de Colombia (ONAC).

Se logró contribuir con el objetivo empresarial de mantener la acreditación internacional para el año 2011 con el cumplimiento del numeral 5.4.6 (apartados 5.4.6.1, 5.4.6.2 y 5.4.6.3) de la Norma Internacional ISO/IEC 17025:2005 para demostrar la competencia técnica del personal, la validez técnica de sus operaciones, la utilización de ensayos y procedimientos de calibración confiables y la aceptación de la información de ensayo en todo el mundo.

Se desarrolló una guía general para la estimación de la incertidumbre (CID-CID-P-018 versión 3) y se realizaron 50 procedimientos prácticos a través del software GUM Workbench 2.4 para cada método de ensayo con el fin de aumentar la confianza de los clientes en los resultados y garantizar el cumplimiento de las especificaciones establecidas en la norma internacional ASTM para cada producto analizado.

Se capacitó al personal profesional, supervisor, técnico y analista de la Coordinación Inspección de Calidad (CID) de la GRB en ECOPETROL S.A. en el manejo del software y en la estimación de la incertidumbre de los diferentes métodos de ensayo.

8. RECOMENDACIONES

Continuar con el proceso de estimación de la incertidumbre para los métodos de ensayo restantes en la Coordinación Inspección de Calidad (CID) de la Gerencia Refinería Barrancabermeja (GRB) de ECOPETROL S.A. empleando el software GUM Workbench 2.4 y la guía general para la estimación de la incertidumbre realizada (CID-CID-P-018 versión 3).

Implementar el software GUM Workbench 2.4 y la metodología aplicada en la CID de la GRB con los laboratorios de análisis químico del Instituto Colombiano del Petróleo (ICP) y la Refinería de Cartagena (REFICAR) para unificar conocimientos como grupo empresarial y contribuir con el proceso de estimación de incertidumbre.

Realizar numerosas capacitaciones con el personal de la CID en el manejo del software GUM Workbench 2.4 para afianzar la metodología de estimación de incertidumbre implementada e incentivar al personal a realizar constantemente éste proceso con los métodos de ensayo en los puestos de trabajo.

BIBLIOGRAFÍA

1. MEZA, L.G.; GALLEGO, H.A.; OROZCO, H. “Medición de la gravedad empleando el dispositivo caída libre con base al microcontrolador PIC 16F84A y su correspondiente incertidumbre de medida”. En: *Scientia Et Technica*. **2009**, Vol. XV, 248-253.
2. ISO/IEC 17025:2005(ES). “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración”. **2005**, 2, 15-16.
3. BIPM.; IEC.; IFCC.; ISO.; IUPAC.; IUPAP.; OIML.; GENEVA. “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement”. En: *Joint Committee for Guides in Metrology*.**1993**, ISBN 92-67-10188-9.
4. BIPM.; IEC.; IFCC.; ISO.; IUPAC.; IUPAP.; OIML.; GENEVA. “International Vocabulary of Fundamental and General Terms in Metrology”. En: *Joint Committee for Guides in Metrology*.**1993**, ISBN 92-67-10175-1.
5. MAROTO, A; BOQUÉ, R; RIU, J; RIUS,XF. “Incertidumbre y Precisión”. En: *Departamento de Química Analítica y Química Orgánica, Universitat Rovira i Virgílin*. **1999**, Reporte interno, 1-9.
6. ASTM International. “Standard Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants”. En: *An American National Standard*. **Designation:** D 6300–04.
7. WILLIAMS, A. “Introduction Traceability and uncertainty – A comparison of their application in chemical and physical measurement”. En: *Accred Qual Assur*. **2001**, 6, 73-75.

8. KRAGTEN, J. "Calculating Standard Deviations and Confidence Intervals with a Universally Applicable Spreadsheet". En: *Analyst*. **1994**, 119, 2161-2165.
9. GLUSCHKE, M.; WELLMITZ, J.; LEPOM, P. "A case study in the practical estimation of measurement uncertainty". En: *Accred Qual Assur*. **2005**, 10, 107-111.
10. PACHECO, A.; GUTIÉRREZ, M. "Estimación de la incertidumbre en la determinación de magnesio sérico en dos autoanalizadores". En: *Simposio de Metrología*. **2006**, 25-27 de Octubre, 1-6.
11. AL-SHAMMARI, A.; BA-SHAMMAKH, M. "Uncertainty Analysis for Refinery Production Planning". En: *Ind. Eng. Chem. Res*. **2011**, 50, 7065-7072.
12. JANBEN, O.; FEUERHELM, T. "Measurement uncertainty and trade: an example from the petroleum industry". En: *Accred Qual Assur*. **2003**, 8, 576-578.
13. ELLISON, SLR.; ROSSLEIN, M.; WILLIAMS, A. "Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement". En: *EURACHEM/CITAC*. **2000**, 2nd edn. [Accesed online at <http://www.measurementuncertainty.org/>].
14. MIRELLA, B. "Some aspects of the evaluation of measurement uncertainty using reference materials". En: *Accred Qual Assur*. **2000**, 5, 231-237.
15. Analytical Methods Committee. "Uncertainty of measurement: implications of its use in analytical science". En: *Analyst*. **1995**, 120, 2303-2308.
16. GUM Workbench 2.4. "GUM WorkBench Professional Version 2.4 the software tool for the expression of uncertainty in measurement". En: *Metrodata GmbH*. [Accesed online at <http://www.metrodata.de/>].

17. JALUKSE, L.; KOORT, E.; TRACKS, J.; LEITO, I. "GUM Workbench as measurement modeling and uncertainty estimation software: experience at University of Tartu". En: *Accred Qual Assur.* **2003**, 8, 520-522.
18. JURADO, J.M.; ALCÁZAR, A. "A software package comparison for uncertainty measurement estimation according to GUM". En: *Accred Qual Assur.* **2005**, 10, 373-381.
19. OSTERC, A.; STIBILJ, V. "Measurement uncertainty of iodine determination in radiochemical neutron activation analysis". En: *Accred Qual Assur.* **2005**, 10, 235-240.
20. MAZEJ, D.; STIBILJ, V. "Measurement uncertainty of selenium determination in the reference material Seronorm Trace Elements Serum by hydride generation atomic fluorescence spectrometry". En: *Accred Qual Assur.* **2003**, 8, 117-123.
21. PAPADAKIS, I.; KESSEL, R.; VAN-NEVEL, L.; NORGAARD, J.; AREGBE, Y.; DE SMET, M.; Smeyers, P.;V. "SI-traceable certification of the IMEP-12 water sample combining contributions from different reference laboratories". En: *Accred Qual Assur.* **2004**, 9, 707-710.
22. ASTM International. "Standard Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration". En: *An American National Standard. Designation: D664–09a.*
23. Titration Software. "LabX Titration Software". En: *Mettler Toledo.* [Accesed online at <http://es.mt.com/>].
24. ASTM International. "Standard Test Methods for Acidity or Alkalinity of Water". En: *An American National Standard. Designation: D1067–11.*

25. ASTM International. "Standard Test Method for Oil Content of Petroleum Waxes". En: *An American National Standard*. **Designation:** D721–06a.
26. ASTM International. "Standard Test Method for Determination of Total Monoglycerides, Total Diglycerides, Total Triglycerides, and Free and Total Glycerin in B-100 Biodiesel Methyl Esters by Gas Chromatography". En: *An American National Standard*. **Designation:** D6584-10.
27. ASTM International. "Standard Test Method for Elements in Water by Inductively-Coupled Argon Plasma Atomic Emission Spectroscopy". En: *An American National Standard*. **Designation:** D1976–07.
28. ASTM International. "Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products at Atmospheric Pressure". En: *An American National Standard*. **Designation:** D86–10a.
29. Kurfurst, U.; Desaulles, A.; Rehnert, A.; Muntau, H. "Estimation of measurement uncertainty by the budget approach for heavy metal content in soils under different land use". En: *Accred Qual Assur.* **2004**, 9, 64-75.
30. Koppers, S. "Is the estimation of measurement uncertainty a viable alternative to validation?". En: *Accred Qual Assur.* **1998**, 3, 412-415.
31. Kaddis, R.L. "Measurement Uncertainty and Chemical Analysis". En: *J. Anal. Chem.* **2008**, 63, 95-100.
32. Tang, R.; Li, Z.; Zhon, H.; Lan, Q. "Assessment of uncertainty in mean heat loss coefficient of all glass evacuated solar collector tube". En: *Energ. Convers. Manag.* **2006**, 47, 60-67.

33. Brüggemann, Wennrich, R. "Evaluation of measurement uncertainty for analytical procedures using a linear calibration function". En: *Accred Qual Assur.* **2002**, 7, 269-273.

ANEXOS

ANEXO 1 PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA EL NÚMERO DE ÁCIDO EN PRODUCTOS DEL PETRÓLEO, LUBRICANTES BIODIESEL Y SUS MEZCLAS POR TITULACIÓN POTENCIOMÉTRICA.

ASTM D 664 A	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del contenido de componentes ácidos en productos del petróleo, lubricantes biodiesel y sus mezclas (Método A)	
<p>Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del contenido de componentes ácidos en productos del petróleo, lubricantes biodiesel y sus mezclas (Método A) Autor: Diego Armando Torres Jaimes</p> <p>1. Objetivo Estimar la incertidumbre del contenido de componentes ácidos en productos del petróleo, lubricantes biodiesel y sus mezclas por el método de ensayo estándar ASTM D 664A</p> <p>2. Alcance del método de ensayo El método de ensayo estándar ASTM D664 método A está desarrollado específicamente para biodiesel y sus mezclas con baja acidez y solubilidad ligeramente diferente. Este método requiere del uso de un titulador automático con capacidad para determinar el punto final</p> <p>3. Mensurando Cantidad de base en miligramos de hidróxido de potasio por gramo de muestra requerida para titular una muestra contenida en una mezcla de tolueno, 2- propanol y una pequeña cantidad de agua desde su lectura inicial en milivoltios hasta una lectura en milivoltios correspondiente a una solución buffer básica acuosa o a un punto de inflexión bien definido especificado por titulación potenciométrica utilizando una curva de calibración.</p> <div style="text-align: center; margin-top: 20px;"> </div>		
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 664A.smu	Page 1 of 9

ASTM D 664 A	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del contenido de componentes ácidos en productos del petróleo, lubricantes biodiesel y sus mezclas (Método A)																			
<p>Model Equation:</p> <p>{Procedimiento para incertidumbre del contenido de componentes ácidos en productos del petróleo, lubricantes biodiesel y sus mezclas (Método A)}</p> $N_{Acido} = (Q_{mtra} - Q_{Blanco}) * F_{KOH} * R_p / m_{mtra}$ <p>{Q_{mtra}}</p> $Q_{mtra} = Titulo * C_{T-KOH} * V_{gf-KOH-mtra}$ <p>{Q_{Blanco}}</p> $Q_{Blanco} = Titulo * C_{T-KOH} * V_{gf-KOH-Blanco}$ <p>{Determinación de la incertidumbre en el volumen gastado de KOH en la titulación final de la muestra}</p> $V_{gf-KOH-mtra} = V_{N-f-mtra} * I_{Bureta} * I_{Temperatura}$ <p>{Determinación de la incertidumbre en el volumen gastado de KOH en la titulación}</p> $V_{gf-KOH-Blanco} = V_{N-f-Blanco} * I_{Bureta} * I_{Temperatura}$ <p>{Determinación de la incertidumbre en el peso molecular del KOH}</p> $F_{KOH} = K + O + H$ <p>{Determinación de la incertidumbre en el título}</p> $Titulo = (1000 * m_{BHP} * Z * P_{BHP}) / (V_{gi-KOH} * C_{T-KOH} * F_{BHP})$ <p>{Determinación de la incertidumbre en el volumen gastado de KOH en la estandarización inicial}</p> $V_{gi-KOH} = V_{N-i} * I_{Bureta-i} * I_{Temperatura-i}$ <p>{Determinación de la incertidumbre estandar del peso molecular del biftalato de potasio}</p> $F_{BHP} = C * 8 + H * 5 + O * 4 + K * 1$ <p>List of Quantities:</p> <table border="1" data-bbox="421 1339 1321 1563"> <thead> <tr> <th>Quantity</th> <th>Unit</th> <th>Definition</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>N_{Acido}</td> <td>mg KOH/g</td> <td>Número de ácido</td> </tr> <tr> <td>Q_{mtra}</td> <td>mmol</td> <td>Parámetro que representa la cantidad de milimoles de KOH que reaccionan con la mtra</td> </tr> <tr> <td>Q_{Blanco}</td> <td>mmol</td> <td>Parámetro que representa la cantidad de milimoles de KOH que reaccionan con el blanco</td> </tr> <tr> <td>F_{KOH}</td> <td>g/mol</td> <td>Peso molecular</td> </tr> <tr> <td>R_p</td> <td></td> <td>Precisión a condiciones medias del método de ensayo</td> </tr> </tbody> </table>			Quantity	Unit	Definition	N_{Acido}	mg KOH/g	Número de ácido	Q_{mtra}	mmol	Parámetro que representa la cantidad de milimoles de KOH que reaccionan con la mtra	Q_{Blanco}	mmol	Parámetro que representa la cantidad de milimoles de KOH que reaccionan con el blanco	F_{KOH}	g/mol	Peso molecular	R_p		Precisión a condiciones medias del método de ensayo
Quantity	Unit	Definition																		
N_{Acido}	mg KOH/g	Número de ácido																		
Q_{mtra}	mmol	Parámetro que representa la cantidad de milimoles de KOH que reaccionan con la mtra																		
Q_{Blanco}	mmol	Parámetro que representa la cantidad de milimoles de KOH que reaccionan con el blanco																		
F_{KOH}	g/mol	Peso molecular																		
R_p		Precisión a condiciones medias del método de ensayo																		
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 664A.smu	Page 2 of 9																		

Quantity	Unit	Definition
m_{mtra}	g	Masa de la muestra a analizar
Título		Título
C_{T-KOH}	mol/L	Concentración teórica del KOH
$V_{gf-KOH-mtra}$	mL	Volúmen de KOH gastado con la mtra en la titulación final
$V_{gf-KOH-Blanco}$	mL	Volúmen de KOH gastado con el blanco en la titulación final
$V_{N-f-mtra}$	mL	Volúmen nominal de KOH gastado con la mtra en la titulación final
I_{Bureta}		Incertidumbre de la bureta del titulador automático
$I_{Temperatura}$		Incertidumbre en la Temperatura
$V_{N-f-Blanco}$	mL	Volúmen nominal de KOH gastado con el blanco
K	g/mol	Peso atómico del potasio
O	g/mol	Peso atómico del oxígeno
H	g/mol	Peso atómico del hidrógeno
m_{BHP}	g	Masa del biftalato de potasio utilizado para la estandarización de la solución de KOH
Z	eq	Numero de equivalentes del biftalato de potasio
P_{BHP}		Pureza del biftalato de potasio
V_{gf-KOH}	mL	Volúmen de KOH gastado en la titulación inicial en la estandarización del KOH
F_{BHP}	g/mol	Peso molecular del Biftalato de potasio
V_{N-i}	mL	Volúmen nominal de KOH gastado en la titulación inicial en la estandarización del KOH
$I_{Bureta-i}$		Incertidumbre de la bureta del titulador automático
$I_{Temperatura-i}$		Incertidumbre en la Temperatura
C	g/mol	Peso atómico del carbono

Q_{mtra}: Interim Result
Parámetro que representa la cantidad de milimoles de KOH que reaccionan con la muestra

Q_{Blanco}: Interim Result
Parámetro que representa la cantidad de milimoles de KOH que reaccionan con el blanco

F_{KOH}: Interim Result
Peso molecular del KOH

R_p: Type A summarized
Mean: 1
Standard Uncertainty: 0.0426
Degrees of Freedom: 8

Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 664A.smu	Page 3 of 9
------------------------------------	-----------------------	-------------

ASTM D 664 A	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del contenido de componentes ácidos en productos del petróleo, lubricantes biodiesel y sus mezclas (Método A)	
<p>Precisión a condiciones medias del método de ensayo obtenida de la carta de control. La desviación estandar fue de 0.1280, por lo tanto, la incertidumbre estandar se obtiene tomando la desviación estandar dividida sobre la raíz cuadrada del número de datos (9).</p> <p>Nota: Los grados de libertad no modifica los cálculos realizados. Se calculan tomando el número de datos y se resta la unidad (n-1).</p> <p>m_{mtra}: Type A summarized Mean: 6.2413 g Standard Uncertainty: 0.0001747 g Degrees of Freedom: 9</p> <p>Masa de la muestra a analizar. El valor de la incertidumbre estandar debe calcularse por medio de la formula de la respectiva balanza: (U=0.15342 + 0.00341 * carga aplicada), mg, y dividirse sobre 1000 para dejar el valor en gramos.</p> <p>Esta ecuación es obtenida a partir de datos experimentales y se obtuvo a partir de fuentes de incertidumbre en la pesada como la repetibilidad, la resolución, trazabilidad, excentricidad, temperatura y la linealidad en la carga.</p> <p>Título: Interim Result Título resultante de la estandarización de la solución de KOH con biftalato de potasio</p> <p>C_{T-KOH}: Constant Value: 0.1 mol/L</p> <p>Concentración teórica del KOH para el método A</p> <p>V_{gf-KOH-mtra}: Interim Result Volumen de KOH gastado con la muestra en la titulación final</p> <p>V_{gf-KOH-Blanco}: Interim Result Volumen de KOH gastado con el blanco</p> <p>V_{N-f-mtra}: Constant Value: 4.0063 mL</p> <p>Volumen nominal de KOH gastado con la mtra en la titulación final. Su volumen se ingresa en mililitros (mL).</p> <p>I_{Bureta}: Type A summarized Mean: 1 Standard Uncertainty: 0.0094868 Degrees of Freedom: 9</p> <p>Incertidumbre de la bureta usada en el titulador automático. A partir de la desviación estandar (0.03), se determina la incertidumbre estandar relativa; esto resulta de dividir la desviación estandar sobre la raíz del número de datos en éste caso 10.</p> <p>Nota: Los grados de libertad son n-1 = 9. Pero no aplica en la formula de la incertidumbre estandar, ya que se tiene en cuenta es el número de datos y no los grados de libertad.</p>		
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 664A.smu	Page 4 of 9

ASTM D 664 A	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del contenido de componentes ácidos en productos del petróleo, lubricantes biodiesel y sus mezclas (Método A)	
<p>I_{Temperatura}:</p>	<p>Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.00063</p> <p>La incertidumbre estandar de la temperatura se obtiene a partir del producto entre el coeficiente de expansión del agua ($2.1 \cdot 10^{-4}$), el volumen nominal utilizado y una posible variación de la temperatura de mas o menos 3 con una confiabilidad del 95%. Como es una confiabilidad del 95% se debería dividir por 1.96, valor que es obtenido a partir de la tabla de t-student, pero también se puede considerar como una distribución rectangular (tomado de ejemplos de EURACHEM) debido a que es un factor multiplicativo del volumen nominal.</p> <p>Nota: Como el valor ingresado es 1, se debe dividir éste factor por el volumen nominal para hacer la conversión.</p> <p>V_{N+Blanco}: Constant Value: 0.0827 mL</p> <p>Volumen nominal de KOH gastado con el blanco. Su volumen se ingresa en mililitros (mL).</p> <p>K: Type B rectangular distribution Value: 39.0983 g/mol Halfwidth of Limits: 0.0001 g/mol</p> <p>Peso atómico del Potasio</p> <p>O: Type B rectangular distribution Value: 15.9994 g/mol Halfwidth of Limits: 0.0003 g/mol</p> <p>Peso atómico del Oxígeno</p> <p>H: Type B rectangular distribution Value: 1.00794 g/mol Halfwidth of Limits: 0.00007 g/mol</p> <p>Peso atómico del hidrógeno</p> <p>m_{BHP}: Type A summarized Mean: 0.1137 g Standard Uncertainty: 0.00015 g Degrees of Freedom: 9</p> <p>Masa del biftalato de potasio utilizado para la estandarización de la solución de KOH. El valor de la incertidumbre estandar debe calcularse por medio de la formula de la respectiva balanza: ($U=0.15342 + 0.00341 \cdot \text{carga aplicada}$), mg, y dividirse sobre 1000 para dejar el valor en gramos.</p> <p>Esta ecuación es obtenida a partir de datos experimentales y se obtuvo a partir de fuentes de incertidumbre en la pesada como la repetibilidad, la resolución, trazabilidad, excentricidad, temperatura y la linealidad en la carga.</p> <p>Z: Constant Value: 1 eq</p> <p>Número de equivalentes del biftalato de potasio. (1)</p>	
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 664A.smu	Page 5 of 9

ASTM D 664 A	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del contenido de componentes ácidos en productos del petróleo, lubricantes biodiesel y sus mezclas (Método A)	
<p>P_{BHP}: Type B rectangular distribution Value: 0.995 Halfwidth of Limits: 0.005</p> <p>Pureza del biftalato de potasio reportado por Merck</p> <p>V_{g-KOH}: Interim Result Volúmen de KOH gastado en la titulación inicial, en la estandarización del KOH con el biftalato de potasio.</p> <p>F_{BHP}: Interim Result Peso molecular del biftalato de potasio</p> <p>V_{N-i}: Constant Value: 6.1938 mL</p> <p>Volúmen nominal de KOH gastado en la titulación inicial, en la estandarización del KOH con el biftalato de potasio. Su valor se ingresa en mililitros (mL)</p> <p>I_{Bureta-i}: Type A summarized Mean: 1 Standard Uncertainty: 0.0094868 Degrees of Freedom: 9</p> <p>Incertidumbre de la bureta usada en los tituladores automáticos calculada experimentalmente. A partir de la desviación estandar (0.03) se calcula la incertidumbre estandar; ésto se determina dividiendo la desviación estandar sobre la raíz cuadrada del número de datos (10).</p> <p>Nota: Los grados de libertad son n-1 = 9. Pero no aplica en la formula de la incertidumbre estandar, ya que se tiene en cuenta es el número de datos y no los grados de libertad.</p> <p>I_{Temperatura-i}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.00063</p> <p>La incertidumbre estandar de la temperatura se obtiene a partir del producto entre el coeficiente de expansión del agua ($2.1 \cdot 10^{-4}$), el volúmen nominal utilizado y una posible variación de la temperatura de mas o menos 3 con una confiabilidad del 95%. Como es una confiabilidad del 95% se debería dividir por 1.96, valor que es obtenido a partir de la tabla de t-student, pero también se puede considerar como una distribución rectangular (tomado de ejemplos de EURACHEM) debido a que es un factor multiplicativo del volúmen nominal.</p> <p>Nota: Como el valor ingresado es 1, se debe dividir éste factor por el volúmen nominal para hacer la conversión.</p> <p>C: Type B rectangular distribution Value: 12.0107 g/mol Halfwidth of Limits: 0.0008 g/mol</p> <p>Peso atómico del carbono</p>		
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 664A.smu	Page 6 of 9

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ASTM D 664 A	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del contenido de componentes ácidos en productos del petróleo, lubricantes biodiesel y sus mezclas (Método A)																												
<p>Interim Results:</p> <table border="1" data-bbox="422 497 917 795"> <thead> <tr> <th>Quantity</th> <th>Value</th> <th>Standard Uncertainty</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Q_{mtra}</td> <td>0.35832 mmol</td> <td>$4.94 \cdot 10^{-3}$ mmol</td> </tr> <tr> <td>Q_{Blanco}</td> <td>$7.397 \cdot 10^{-3}$ mmol</td> <td>$102 \cdot 10^{-6}$ mmol</td> </tr> <tr> <td>F_{KOH}</td> <td>56.105640 g/mol</td> <td>$187 \cdot 10^{-6}$ g/mol</td> </tr> <tr> <td>Titulo</td> <td>0.89439</td> <td>$8.96 \cdot 10^{-3}$</td> </tr> <tr> <td>$V_{gf-KOH-mtra}$</td> <td>4.0063 mL</td> <td>0.0380 mL</td> </tr> <tr> <td>$V_{gf-KOH-Blanco}$</td> <td>0.082700 mL</td> <td>$785 \cdot 10^{-6}$ mL</td> </tr> <tr> <td>V_{gi-KOH}</td> <td>6.1938 mL</td> <td>0.0588 mL</td> </tr> <tr> <td>F_{BHP}</td> <td>204.22120 g/mol</td> <td>$3.77 \cdot 10^{-3}$ g/mol</td> </tr> </tbody> </table>			Quantity	Value	Standard Uncertainty	Q_{mtra}	0.35832 mmol	$4.94 \cdot 10^{-3}$ mmol	Q_{Blanco}	$7.397 \cdot 10^{-3}$ mmol	$102 \cdot 10^{-6}$ mmol	F_{KOH}	56.105640 g/mol	$187 \cdot 10^{-6}$ g/mol	Titulo	0.89439	$8.96 \cdot 10^{-3}$	$V_{gf-KOH-mtra}$	4.0063 mL	0.0380 mL	$V_{gf-KOH-Blanco}$	0.082700 mL	$785 \cdot 10^{-6}$ mL	V_{gi-KOH}	6.1938 mL	0.0588 mL	F_{BHP}	204.22120 g/mol	$3.77 \cdot 10^{-3}$ g/mol
Quantity	Value	Standard Uncertainty																											
Q_{mtra}	0.35832 mmol	$4.94 \cdot 10^{-3}$ mmol																											
Q_{Blanco}	$7.397 \cdot 10^{-3}$ mmol	$102 \cdot 10^{-6}$ mmol																											
F_{KOH}	56.105640 g/mol	$187 \cdot 10^{-6}$ g/mol																											
Titulo	0.89439	$8.96 \cdot 10^{-3}$																											
$V_{gf-KOH-mtra}$	4.0063 mL	0.0380 mL																											
$V_{gf-KOH-Blanco}$	0.082700 mL	$785 \cdot 10^{-6}$ mL																											
V_{gi-KOH}	6.1938 mL	0.0588 mL																											
F_{BHP}	204.22120 g/mol	$3.77 \cdot 10^{-3}$ g/mol																											
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 664A.smu	Page 7 of 9																											

ASTM D 664 A	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del contenido de componentes ácidos en productos del petróleo, lubricantes biodiesel y sus mezclas (Método A)				
Uncertainty Budgets:					
N_{Acido} Número de ácido					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
Q _{mtra}	0.35832 mmol	4.94·10 ⁻³ mmol			
Q _{Blanco}	7.397·10 ⁻³ mmol	102·10 ⁻⁶ mmol			
F _{KOH}	56.105640 g/mol	187·10 ⁻⁶ g/mol			
R _p	1.0000	0.0426	normal	0.13 mg KOH/g	90.5 %
m _{mtra}	6.241300 g	175·10 ⁻⁶ g	normal	-88·10 ⁻⁶ mg KOH/g	0.0 %
Titulo	0.89439	8.96·10 ⁻³			
C _{T-KOH}	0.1 mol/L				
V _{gf-KOH-mtra}	4.0063 mL	0.0380 mL			
V _{gf-KOH-Blanco}	0.082700 mL	785·10 ⁻⁶ mL			
V _{N-f-mtra}	4.0063 mL				
I _{Bureta}	1.00000	9.49·10 ⁻³	normal	0.030 mg KOH/g	4.5 %
I _{Temperatura}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	1.1·10 ⁻³ mg KOH/g	0.0 %
V _{N-f-Blanco}	0.0827 mL				
K	39.0983000 g/mol	57.7·10 ⁻⁶ g/mol	rectangular	2.4·10 ⁻⁶ mg KOH/g	0.0 %
O	15.999400 g/mol	173·10 ⁻⁶ g/mol	rectangular	-960·10 ⁻⁹ mg KOH/g	0.0 %
H	1.0079400 g/mol	40.4·10 ⁻⁶ g/mol	rectangular	-850·10 ⁻⁹ mg KOH/g	0.0 %
m _{BHP}	0.113700 g	150·10 ⁻⁶ g	normal	4.2·10 ⁻³ mg KOH/g	0.0 %
Z	1.0 eq				
P _{BHP}	0.99500	2.89·10 ⁻³	rectangular	9.2·10 ⁻³ mg KOH/g	0.4 %
V _{gi-KOH}	6.1938 mL	0.0588 mL			
F _{BHP}	204.22120 g/mol	3.77·10 ⁻³ g/mol			
V _{N-i}	6.1938 mL				
I _{Bureta-i}	1.00000	9.49·10 ⁻³	normal	-0.030 mg KOH/g	4.5 %
I _{Temperatura-i}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-1.1·10 ⁻³ mg KOH/g	0.0 %
C	12.010700 g/mol	462·10 ⁻⁶ g/mol	rectangular	-57·10 ⁻⁶ mg KOH/g	0.0 %
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 664A.smu		Page 8 of 9		

ASTM D 664 A	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del contenido de componentes ácidos en productos del petróleo, lubricantes biodiesel y sus mezclas (Método A)													
<table border="1"> <thead> <tr> <th data-bbox="421 465 528 517">Quantity</th> <th data-bbox="528 465 735 517">Value</th> <th data-bbox="735 465 890 517">Standard Uncertainty</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="421 517 528 551">N_{Acido}</td> <td data-bbox="528 517 735 551">3.155 mg KOH/g</td> <td data-bbox="735 517 890 551">0.141 mg KOH/g</td> </tr> </tbody> </table>					Quantity	Value	Standard Uncertainty	N _{Acido}	3.155 mg KOH/g	0.141 mg KOH/g				
Quantity	Value	Standard Uncertainty												
N _{Acido}	3.155 mg KOH/g	0.141 mg KOH/g												
<p>El método se puede usar para indicar los cambios relativos que ocurren en un aceite durante su uso bajo condiciones oxidantes, sin tener en cuenta el color u otras propiedades del aceite resultante. Aunque la titulación se hace bajo condiciones de equilibrio definidas, el método no se propone medir una propiedad absoluta ácida que se pueda usar para predecir el funcionamiento de un aceite bajo condiciones de servicio. No se conoce una relación general entre la resistencia a la corrosión y el número de ácido.</p>														
Results:														
<table border="1"> <thead> <tr> <th data-bbox="421 734 507 786">Quantity</th> <th data-bbox="507 734 711 786">Value</th> <th data-bbox="711 734 831 786">Expanded Uncertainty</th> <th data-bbox="831 734 991 786">Coverage factor</th> <th data-bbox="991 734 1222 786">Coverage</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="421 786 507 819">N_{Acido}</td> <td data-bbox="507 786 711 819">3.15 mg KOH/g</td> <td data-bbox="711 786 831 819">0.28 mg KOH/g</td> <td data-bbox="831 786 991 819">2.00</td> <td data-bbox="991 786 1222 819">95% (normal)</td> </tr> </tbody> </table>					Quantity	Value	Expanded Uncertainty	Coverage factor	Coverage	N _{Acido}	3.15 mg KOH/g	0.28 mg KOH/g	2.00	95% (normal)
Quantity	Value	Expanded Uncertainty	Coverage factor	Coverage										
N _{Acido}	3.15 mg KOH/g	0.28 mg KOH/g	2.00	95% (normal)										
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 664A.smu			Page 9 of 9										

ANEXO 2 PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA DETERMINAR ACIDEZ O ALCALINIDAD EN AGUA.

ASTM D 1067	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la determinación de acidez en Agua (ASTM D 1067)	
<p>Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la determinación de acidez en Agua (ASTM D 1067)</p> <p>Author: Diego Armando Torres Jaimes</p> <p>1. Objetivo</p> <p>Estimar la incertidumbre del método de ensayo estandar para la determinación de acidez en Agua (ASTM D 1067).</p> <p>2. Alcance del método de ensayo</p> <p>El método de ensayo estándar ASTM D 1067 es aplicable a la determinación de la acidez de aguas que se encuentren libres de constituyentes que interfieran con las mediciones electrométricas del pH. Se usa para el desarrollo de una curva de titulación que defina los puntos de inflexión e indique la capacidad de buffer, si existe alguno. La acidez del agua o aquella relativa a un pH particular se determina a partir de la curva.</p> <p>3. Mensurando</p> <p>Ácido en agua de una muestra desconocida expresada en ppm, que es titulada con una solución estándar de NaOH. Se adiciona álcali estándar (NaOH) a la muestra en pequeños incrementos y se toma una lectura de pH después de cada adición. Se grafica los volúmenes acumulados de la solución adicionada contra los valores de pH observados. Todas las mediciones de pH se realizan electrométricamente.</p> <div style="text-align: center; margin: 20px 0;"> </div> <p>Model Equation:</p> <p>{Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la determinación de acidez en Agua (ASTM D 1067)}</p> $Acidez_{H_2O} = (Q_{mtra} * F_{Cl} * R_p * 1000) / V_{mtra} * Z_{equi}$		
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: Acidez ASTM D 1067.smu	Page 1 of 9

ASTM D 1067	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la determinación de acidez en Agua (ASTM D 1067)	
<p>{Determinación de la incertidumbre en el volúmen de la muestra}</p> $V_{mtra} = V_{N-mtra} * I_{balón-aforado} * I_{Temperatura-m};$ <p>{Q_{mtra}}</p> $Q_{mtra} = Titulo * C_{T-NaOH} * V_{gf-NaOH-mtra};$ <p>{Determinación de la incertidumbre en el volúmen gastado de NaOH en la titulación final de la muestra}</p> $V_{gf-NaOH-mtra} = V_{N-f-mtra} * I_{Bureta} * I_{Temperatura};$ <p>{Determinación de la incertidumbre en el peso atómico del Cl}</p> $F_{Cl} = Cl;$ <p>{Determinación de la incertidumbre en el título}</p> $Titulo = (1000 * m_{BHP} * z_{equi} * P_{BHP}) / (V_{gf-NaOH} * C_{T-NaOH} * F_{BHP});$ <p>{Determinación de la incertidumbre en el volúmen gastado de NaOH en la estandarización inicial}</p> $V_{gf-NaOH} = V_{N-i} * I_{Bureta-i} * I_{Temperatura-i};$ <p>{Determinación de la incertidumbre estandar del peso molecular del biftalato de potasio}</p> $F_{BHP} = C * 8 + H * 5 + O * 4 + K * 1;$		
List of Quantities:		
Quantity	Unit	Definition
Acidez _{H2O}	ppm	Acidez en Agua
Q _{mtra}	mmol	Parámetro que representa la cantidad de milimoles de NaOH que reaccionan con la mtra
F _{Cl}	g/mol	Peso atómico del Cl ⁻
R _p		Precisión a condiciones medias del método de ensayo
V _{mtra}	mL	Volúmen de la muestra a analizar
z _{equi}		Numero de equivalentes
V _{N-mtra}	mL	Volúmen nominal de la muestra
I _{balón-aforado}		Incertidumbre del balón aforado reportado por el fabricante
I _{Temperatura-m}		Incertidumbre en la temperatura
Titulo		Titulo
C _{T-NaOH}	mol/L	Concentración teórica del NaOH
V _{gf-NaOH-mtra}	mL	Volúmen de NaOH gastado para la titulación de la muestra
V _{N-f-mtra}	mL	Volúmen de NaOH gastado para la titulación de la muestra
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: Acidez ASTM D 1067.smu	Page 2 of 9

ASTM D 1067		Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la determinación de acidez en Agua (ASTM D 1067)
Quantity	Unit	Definition
I_{Bureta}		Incertidumbre en la bureta utilizada en la titulación
$I_{Temperatura}$		Incertidumbre en la temperatura
Cl	g/mol	Peso atómico del Cloro
m_{BHP}	g	Masa del biftalato de potasio utilizado para la estandarización de la solución de NaOH
P_{BHP}		Pureza del biftalato de potasio
$V_{gi-NaOH}$	mL	Volúmen de NaOH gastado en la titulación inicial en la estandarización del NaOH
F_{BHP}	g/mol	Peso molecular del Biftalato de potasio
V_{N-i}	mL	Volúmen nominal de NaOH gastado en la titulación inicial en la estandarización del NaOH
$I_{Bureta-i}$		Incertidumbre en la bureta utilizada en la titulación
$I_{Temperatura-i}$		Incertidumbre en la temperatura
C	g/mol	Peso atómico del carbono
H	g/mol	Peso atómico del hidrógeno
O	g/mol	Peso atómico del oxígeno
K	g/mol	Peso atómico del potasio
<p>Q_{mtra}: Interim Result Parámetro que representa la cantidad de milimoles de NaOH que reaccionan con la mtra</p> <p>F_{Cl}: Interim Result Peso atómico del Cl-</p> <p>R_p: Type A summarized Mean: 1 Standard Uncertainty: 0.01897 Degrees of Freedom: 9</p> <p>Precisión a condiciones medias del método de ensayo obtenida de la carta de control. La desviación estandar fue de 0.06, por lo tanto, la incertidumbre estandar se obtiene tomando la desviación estandar dividida sobre la raíz cuadrada del número de datos (10).</p> <p>Nota: Los grados de libertad son $n-1 = 9$. Pero no aplica en la formula de la incertidumbre estandar, ya que se tiene en cuenta es el número de datos y no los grados de libertad.</p> <p>V_{mtra}: Interim Result Volúmen de la muestra a analizar. El valor de la incertidumbre estandar es tomada del balón aforado de fondo redondo de 50 mL.</p> <p>z_{equi}: Constant Value: 1 Número equivalentes (1)</p>		
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: Acidez ASTM D 1067.smu	Page 3 of 9

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ASTM D 1067	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la determinación de acidez en Agua (ASTM D 1067)	
<p>V_{N-mtra}: Constant Value: 50 mL Volúmen nominal de la muestra</p> <p>I_{balón-aforado}: Type B triangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.0012 Incertidumbre del balón aforado de 50 mL reportado por el fabricante. La incertidumbre estandar se obtiene dividiendo el límite superior (0.06) sobre el volúmen total.</p> <p>I_{Temperatura-m}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.00063 La incertidumbre estandar de la temperatura se obtiene a partir del producto entre el coeficiente de expansión del agua ($2.1 \cdot 10^{-4}$), el volúmen nominal utilizado y una posible variación de la temperatura de mas o menos 3 con una confiabilidad del 95%. Como es una confiabilidad del 95% se debería dividir por 1.96, valor que es obtenido a partir de la tabla de t-student, pero también se puede considerar como una distribución rectangular (tomado de ejemplos de EURACHEM) debido a que es un factor multiplicativo del volúmen nominal. Nota: Como el valor ingresado es 1, se debe dividir éste factor por el volúmen nominal para hacer la conversión.</p> <p>Título: Interim Result Título resultante de la estandarización de la solución de NaOH con biftalato de potasio</p> <p>C_{T-NaOH}: Constant Value: 0.05 mol/L Concentración teórica del NaOH</p> <p>V_{gf-NaOH-mtra}: Interim Result Volúmen de NaOH gastado con la mtra en la titulación final</p> <p>V_{N-f-mtra}: Constant Value: 1.8773 mL Volúmen nominal de NaOH gastado con la mtra en la titulación final</p> <p>I_{Bureta}: Type A summarized Mean: 1 Standard Uncertainty: 0.0094868 Degrees of Freedom: 9 Incertidumbre de la bureta usada en los tituladores automáticos. A partir de la desviación estandar (0.03) se calcula la incertidumbre estandar; ésto se determina dividiendo la desviación estandar sobre la raíz cuadrada del número de datos (10). Nota: Los grados de libertad son $n-1 = 9$. Pero no aplica en la formula de la incertidumbre estandar, ya que se tiene en cuenta es el número de datos y no los grados de libertad.</p>		
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: Acidez ASTM D 1067.smu	Page 4 of 9

ASTM D 1067	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la determinación de acidez en Agua (ASTM D 1067)	
<p>I_{Temperatura}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.00063</p> <p>La incertidumbre estandar de la temperatura se obtiene a partir del producto entre el coeficiente de expansión del agua ($2.1 \cdot 10^{-4}$), el volumen nominal utilizado y una posible variación de la temperatura de mas o menos 3 con una confiabilidad del 95%. Como es una confiabilidad del 95% se debería dividir por 1.96, valor que es obtenido a partir de la tabla de t-student, pero también se puede considerar como una distribución rectangular (tomado de ejemplos de EURACHEM) debido a que es un factor multiplicativo del volumen nominal.</p> <p>Nota: Como el valor ingresado es 1, se debe dividir éste factor por el volumen nominal para hacer la conversión.</p> <p>Cl: Type B rectangular distribution Value: 35.453 g/mol Halfwidth of Limits: 0.002 g/mol</p> <p>Peso atómico del ion cloruro</p> <p>m_{BHP}: Type A summarized Mean: 0.0812 g Standard Uncertainty: 0.00017994228 g Degrees of Freedom: 9</p> <p>Masa del biftalato de potasio utilizado para la estandarización de la solución de NaOH. El valor de la incertidumbre estandar debe calcularse por medio de la formula de la respectiva balanza: ($U=0.17949 + 0.00557 \cdot \text{carga aplicada}$), mg, y dividirse sobre 1000 para dejar el valor en gramos.</p> <p>Esta ecuación es obtenida a partir de datos experimentales y se obtuvo a partir de fuentes de incertidumbre en la pesada como la repetibilidad, la resolución, trazabilidad, excentricidad, temperatura y la linealidad en la carga.</p> <p>P_{BHP}: Type B rectangular distribution Value: 0.995 Halfwidth of Limits: 0.005</p> <p>Pureza del biftalato de potasio reportado por Merck</p> <p>V_{g-NaOH}: Interim Result Volumen de NaOH gastado en la titulación inicial, en la estandarización del KOH con el biftalato de potasio.</p> <p>F_{BHP}: Interim Result Peso molecular del biftalato de potasio</p> <p>V_{N-i}: Constant Value: 8.4033 mL</p> <p>Volumen nominal de NaOH gastado en la titulación inicial, en la estandarización del KOH con el biftalato de potasio.</p> <p>I_{Bureta-i}: Type A summarized Mean: 1 Standard Uncertainty: 0.0094868 Degrees of Freedom: 9</p>		
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: Acidez ASTM D 1067.smu	Page 5 of 9

ASTM D 1067	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la determinación de acidez en Agua (ASTM D 1067)	
<p>Incertidumbre de la bureta usada en los tituladores automáticos. A partir de la desviación estandar (0.03) se calcula la incertidumbre estandar; ésto se determina dividiendo la desviación estandar sobre la raíz cuadrada del número de datos (10).</p> <p>Nota: Los grados de libertad son $n-1 = 9$. Pero no aplica en la formula de la incertidumbre estandar, ya que se tiene en cuenta es el número de datos y no los grados de libertad.</p> <p>I_{Temperatura-i}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.00063</p> <p>La incertidumbre estandar de la temperatura se obtiene a partir del producto entre el coeficiente de expansión del agua ($2.1 \cdot 10^{-4}$), el volúmen nominal utilizado y una posible variación de la temperatura de mas o menos 3 con una confiabilidad del 95%. Como es una confiabilidad del 95% se debería dividir por 1.96, valor que es obtenido a partir de la tabla de t-student, pero también se puede considerar como una distribución rectangular (tomado de ejemplos de EURACHEM) debido a que es un factor multiplicativo del volúmen nominal.</p> <p>Nota: Como el valor ingresado es 1, se debe dividir éste factor por el volúmen nominal para hacer la conversión.</p> <p>C: Type B rectangular distribution Value: 12.0107 g/mol Halfwidth of Limits: 0.0008 g/mol</p> <p>Peso atómico del carbono</p> <p>H: Type B rectangular distribution Value: 1.00794 g/mol Halfwidth of Limits: 0.00007 g/mol</p> <p>Peso atómico del hidrógeno</p> <p>O: Type B rectangular distribution Value: 15.9994 g/mol Halfwidth of Limits: 0.0003 g/mol</p> <p>Peso atómico del oxígeno</p> <p>K: Type B rectangular distribution Value: 39.0983 g/mol Halfwidth of Limits: 0.0001 g/mol</p> <p>Peso atómico del Potasio</p>		
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: Acidez ASTM D 1067.smu	Page 6 of 9

ASTM D 1067	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la determinación de acidez en Agua (ASTM D 1067)	
Interim Results:		
Quantity	Value	Standard Uncertainty
Q _{mtra}	0.08838 mmol	1.23·10 ⁻³ mmol
F _{Cl}	35.45300 g/mol	1.15·10 ⁻³ g/mol
V _{mtra}	50.0000 mL	0.0305 mL
Titulo	0.94158	9.58·10 ⁻³
V _{gf-NaOH-mtra}	1.8773 mL	0.0178 mL
V _{gi-NaOH}	8.4033 mL	0.0798 mL
F _{BHP}	204.22120 g/mol	3.77·10 ⁻³ g/mol
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: Acidez ASTM D 1067.smu	Page 7 of 9

ASTM D 1067	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la determinación de acidez en Agua (ASTM D 1067)																																																																																																																																																																												
<p>Uncertainty Budgets:</p> <p>Acidez_{H2O}: Acidez en Agua</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Quantity</th> <th>Value</th> <th>Standard Uncertainty</th> <th>Distribution</th> <th>Uncertainty Contribution</th> <th>Index</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Q_{mtra}</td> <td>0.08838 mmol</td> <td>1.23·10⁻³ mmol</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>F_{Cl}</td> <td>35.45300 g/mol</td> <td>1.15·10⁻³ g/mol</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>R_p</td> <td>1.0000</td> <td>0.0190</td> <td>normal</td> <td>1.2 ppm</td> <td>65.0 %</td> </tr> <tr> <td>V_{mtra}</td> <td>50.0000 mL</td> <td>0.0305 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Z_{equi}</td> <td>1.0</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>V_{N-mtra}</td> <td>50.0 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>I_{balón-aforado}</td> <td>1.000000</td> <td>490·10⁻⁶</td> <td>triangular</td> <td>-0.031 ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>I_{Temperatura-m}</td> <td>1.000000</td> <td>364·10⁻⁶</td> <td>rectangular</td> <td>-0.023 ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>Titulo</td> <td>0.94158</td> <td>9.58·10⁻³</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>C_{T-NaOH}</td> <td>0.05 mol/L</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>V_{gf-NaOH-mtra}</td> <td>1.8773 mL</td> <td>0.0178 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>V_{N-f-mtra}</td> <td>1.8773 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>I_{Bureta}</td> <td>1.00000</td> <td>9.49·10⁻³</td> <td>normal</td> <td>0.59 ppm</td> <td>16.2 %</td> </tr> <tr> <td>I_{Temperatura}</td> <td>1.000000</td> <td>364·10⁻⁶</td> <td>rectangular</td> <td>0.023 ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>Cl</td> <td>35.45300 g/mol</td> <td>1.15·10⁻³ g/mol</td> <td>rectangular</td> <td>2.0·10⁻³ ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>m_{BHP}</td> <td>0.081200 g</td> <td>180·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>0.14 ppm</td> <td>0.9 %</td> </tr> <tr> <td>P_{BHP}</td> <td>0.99500</td> <td>2.89·10⁻³</td> <td>rectangular</td> <td>0.18 ppm</td> <td>1.5 %</td> </tr> <tr> <td>V_{gi-NaOH}</td> <td>8.4033 mL</td> <td>0.0798 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>F_{BHP}</td> <td>204.22120 g/mol</td> <td>3.77·10⁻³ g/mol</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>V_{N-i}</td> <td>8.4033 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>I_{Bureta-i}</td> <td>1.00000</td> <td>9.49·10⁻³</td> <td>normal</td> <td>-0.59 ppm</td> <td>16.3 %</td> </tr> <tr> <td>I_{Temperatura-i}</td> <td>1.000000</td> <td>364·10⁻⁶</td> <td>rectangular</td> <td>-0.023 ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>C</td> <td>12.010700 g/mol</td> <td>462·10⁻⁶ g/mol</td> <td>rectangular</td> <td>-1.1·10⁻³ ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>H</td> <td>1.0079400 g/mol</td> <td>40.4·10⁻⁶ g/mol</td> <td>rectangular</td> <td>-62·10⁻⁶ ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>O</td> <td>15.999400 g/mol</td> <td>173·10⁻⁶ g/mol</td> <td>rectangular</td> <td>-210·10⁻⁶ ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>K</td> <td>39.0983000 g/mol</td> <td>57.7·10⁻⁶ g/mol</td> <td>rectangular</td> <td>-18·10⁻⁶ ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>Acidez_{H2O}</td> <td>62.67 ppm</td> <td>1.47 ppm</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p>La acidez en aguas se usa para asistir en el establecimiento de los niveles de tratamiento químico para controlar la escarcha, corrosión y otros equilibrios químicos adversos. Los niveles de acidez son criterios para establecer las solubilidades de algunos metales, la toxicidad de algunos metales, y la capacidad de buffer de algunas aguas.</p>						Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index	Q _{mtra}	0.08838 mmol	1.23·10 ⁻³ mmol				F _{Cl}	35.45300 g/mol	1.15·10 ⁻³ g/mol				R _p	1.0000	0.0190	normal	1.2 ppm	65.0 %	V _{mtra}	50.0000 mL	0.0305 mL				Z _{equi}	1.0					V _{N-mtra}	50.0 mL					I _{balón-aforado}	1.000000	490·10 ⁻⁶	triangular	-0.031 ppm	0.0 %	I _{Temperatura-m}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-0.023 ppm	0.0 %	Titulo	0.94158	9.58·10 ⁻³				C _{T-NaOH}	0.05 mol/L					V _{gf-NaOH-mtra}	1.8773 mL	0.0178 mL				V _{N-f-mtra}	1.8773 mL					I _{Bureta}	1.00000	9.49·10 ⁻³	normal	0.59 ppm	16.2 %	I _{Temperatura}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	0.023 ppm	0.0 %	Cl	35.45300 g/mol	1.15·10 ⁻³ g/mol	rectangular	2.0·10 ⁻³ ppm	0.0 %	m _{BHP}	0.081200 g	180·10 ⁻⁶ g	normal	0.14 ppm	0.9 %	P _{BHP}	0.99500	2.89·10 ⁻³	rectangular	0.18 ppm	1.5 %	V _{gi-NaOH}	8.4033 mL	0.0798 mL				F _{BHP}	204.22120 g/mol	3.77·10 ⁻³ g/mol				V _{N-i}	8.4033 mL					I _{Bureta-i}	1.00000	9.49·10 ⁻³	normal	-0.59 ppm	16.3 %	I _{Temperatura-i}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-0.023 ppm	0.0 %	C	12.010700 g/mol	462·10 ⁻⁶ g/mol	rectangular	-1.1·10 ⁻³ ppm	0.0 %	H	1.0079400 g/mol	40.4·10 ⁻⁶ g/mol	rectangular	-62·10 ⁻⁶ ppm	0.0 %	O	15.999400 g/mol	173·10 ⁻⁶ g/mol	rectangular	-210·10 ⁻⁶ ppm	0.0 %	K	39.0983000 g/mol	57.7·10 ⁻⁶ g/mol	rectangular	-18·10 ⁻⁶ ppm	0.0 %	Acidez _{H2O}	62.67 ppm	1.47 ppm			
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index																																																																																																																																																																								
Q _{mtra}	0.08838 mmol	1.23·10 ⁻³ mmol																																																																																																																																																																											
F _{Cl}	35.45300 g/mol	1.15·10 ⁻³ g/mol																																																																																																																																																																											
R _p	1.0000	0.0190	normal	1.2 ppm	65.0 %																																																																																																																																																																								
V _{mtra}	50.0000 mL	0.0305 mL																																																																																																																																																																											
Z _{equi}	1.0																																																																																																																																																																												
V _{N-mtra}	50.0 mL																																																																																																																																																																												
I _{balón-aforado}	1.000000	490·10 ⁻⁶	triangular	-0.031 ppm	0.0 %																																																																																																																																																																								
I _{Temperatura-m}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-0.023 ppm	0.0 %																																																																																																																																																																								
Titulo	0.94158	9.58·10 ⁻³																																																																																																																																																																											
C _{T-NaOH}	0.05 mol/L																																																																																																																																																																												
V _{gf-NaOH-mtra}	1.8773 mL	0.0178 mL																																																																																																																																																																											
V _{N-f-mtra}	1.8773 mL																																																																																																																																																																												
I _{Bureta}	1.00000	9.49·10 ⁻³	normal	0.59 ppm	16.2 %																																																																																																																																																																								
I _{Temperatura}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	0.023 ppm	0.0 %																																																																																																																																																																								
Cl	35.45300 g/mol	1.15·10 ⁻³ g/mol	rectangular	2.0·10 ⁻³ ppm	0.0 %																																																																																																																																																																								
m _{BHP}	0.081200 g	180·10 ⁻⁶ g	normal	0.14 ppm	0.9 %																																																																																																																																																																								
P _{BHP}	0.99500	2.89·10 ⁻³	rectangular	0.18 ppm	1.5 %																																																																																																																																																																								
V _{gi-NaOH}	8.4033 mL	0.0798 mL																																																																																																																																																																											
F _{BHP}	204.22120 g/mol	3.77·10 ⁻³ g/mol																																																																																																																																																																											
V _{N-i}	8.4033 mL																																																																																																																																																																												
I _{Bureta-i}	1.00000	9.49·10 ⁻³	normal	-0.59 ppm	16.3 %																																																																																																																																																																								
I _{Temperatura-i}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-0.023 ppm	0.0 %																																																																																																																																																																								
C	12.010700 g/mol	462·10 ⁻⁶ g/mol	rectangular	-1.1·10 ⁻³ ppm	0.0 %																																																																																																																																																																								
H	1.0079400 g/mol	40.4·10 ⁻⁶ g/mol	rectangular	-62·10 ⁻⁶ ppm	0.0 %																																																																																																																																																																								
O	15.999400 g/mol	173·10 ⁻⁶ g/mol	rectangular	-210·10 ⁻⁶ ppm	0.0 %																																																																																																																																																																								
K	39.0983000 g/mol	57.7·10 ⁻⁶ g/mol	rectangular	-18·10 ⁻⁶ ppm	0.0 %																																																																																																																																																																								
Acidez _{H2O}	62.67 ppm	1.47 ppm																																																																																																																																																																											
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1	File: Acidez ASTM D 1067.smu				Page 8 of 9																																																																																																																																																																								

ASTM D 1067	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la determinación de acidez en Agua (ASTM D 1067)			
Results:				
Quantity	Value	Expanded Uncertainty	Coverage factor	Coverage
Acidez _{H2O}	62.7 ppm	2.9 ppm	2.00	95% (normal)
Date: 12/05/2010 Ver.: Número 1				
File: Acidez ASTM D 1067.smu			Page 9 of 9	

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ANEXO 3 PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA DETERMINAR CONTENIDO DE ACEITE EN CERAS DEL PETRÓLEO.

ASTM D 721	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo	
<p>Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo</p> <p>Author: Diego Armando Torres Jaimes</p> <p>1. Objetivo</p> <p>Estimar la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo.</p> <p>2. Alcance del método de ensayo</p> <p>El método de ensayo estándar ASTM D 721 es un método gravimétrico que cubre la determinación de aceite en ceras del petróleo que tengan un punto de congelación de 30 °C (86 °F) o más alto determinado de acuerdo con el método de ensayo D 938 y que no contengan más de 15% de aceite.</p> <p>3. Mensurando</p> <p>Porcentaje de aceite en ceras del petróleo en una muestra que se pesa previamente y se disuelve en metil-etilcetona, se enfría la solución hasta -32 C (-25 °F) para precipitar la cera y se filtra. Se determina el contenido de aceite del filtrado por evaporación de la metil etil cetona y pesado del residuo.</p> <div style="text-align: center; margin: 20px 0;"> </div> <p>Model Equation:</p> <p>{Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo}</p> $Ptaje_{Aceite} = ((Aceite_{Evaporado} * Peso_{MEK} * 100 * R_p) / (Peso_{mtra} * Peso_{Filtrado})) - 0.15;$ <p>{Determinación de la incertidumbre en el Aceite evaporado}</p>		
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 721.smu	Page 1 of 11

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ASTM D 721	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo	
<p> $\text{Aceite}_{\text{Evaporado}} = m_{\text{Vaso+Evaporado}} - m_{\text{Vaso vacio}}$ $m_{\text{Vaso+Evaporado}} = m_{\text{Balanza-1}} + m_{\text{Repetibilidad-1}}$ $m_{\text{Vaso vacio}} = m_{\text{Balanza-2}} + m_{\text{Repetibilidad-2}}$ {Determinación de la incertidumbre en el peso del MEK} $\text{Peso}_{\text{MEK}} = m_{\text{Vial vacio+mtra+MEK}} - m_{\text{Vial vacio+mtra}}$ $m_{\text{Vial vacio+mtra+MEK}} = m_{\text{Balanza-3}} + m_{\text{Repetibilidad-3}}$ $m_{\text{Vial vacio+mtra}} = m_{\text{Balanza-4}} + m_{\text{Repetibilidad-4}}$ {Determinación de la incertidumbre en el peso de la muestra} $\text{Peso}_{\text{mtra}} = m_{\text{Vial vacio+mtra}} - m_{\text{Vial vacio}}$ $m_{\text{Vial vacio}} = m_{\text{Balanza-5}} + m_{\text{Repetibilidad-5}}$ {Determinación de la incertidumbre en el peso del filtrado} $\text{Peso}_{\text{Filtrado}} = m_{\text{Vaso+Filtrado}} - m_{\text{Vaso vacio}}$ $m_{\text{Vaso+Filtrado}} = m_{\text{Balanza-6}} + m_{\text{Repetibilidad-6}}$ </p>		
List of Quantities:		
Quantity	Unit	Definition
Ptaje _{Aceite}	%	Porcentaje de aceite en ceras del petroleo
Aceite _{Evaporado}	g	Cantidad de Aceite evaporado
Peso _{MEK}	g	Cantidad de Metil-Etil-Cetona adicionado para la extracción del aceite
R _p		Precisión a condiciones medias del método de ensayo
Peso _{mtra}	g	Peso de la muestra a analizar
Peso _{Filtrado}	g	Peso del Filtrado que contiene MEK y el aceite extraido
m _{Vaso+Evaporado}	g	Masa del vaso + solvente no evaporado
m _{Vaso vacio}	g	Masa del vaso vacío
m _{Balanza-1}	g	Incertidumbre en la balanza
m _{Repetibilidad-1}	g	Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vaso + el solvente no evaporado
m _{Balanza-2}	g	Incertidumbre en la balanza
m _{Repetibilidad-2}	g	Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vaso utilizado para evaporar el solvente
m _{Vial vacio+mtra+MEK}	g	Masa del vial + masa de la muestra + el MEK usado para la extracción
m _{Vial vacio+mtra}	g	Masa del vial vacío + muestra a analizar
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 721.smu	Page 2 of 11

ASTM D 721	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo																																		
<table border="1"> <thead> <tr> <th data-bbox="421 465 571 499">Quantity</th> <th data-bbox="571 465 683 499">Unit</th> <th data-bbox="683 465 1321 499">Definition</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="421 499 571 533">$m_{\text{Balanza-3}}$</td> <td data-bbox="571 499 683 533">g</td> <td data-bbox="683 499 1321 533">Incertidumbre en la balanza</td> </tr> <tr> <td data-bbox="421 533 571 577">$m_{\text{Repetibilidad-3}}$</td> <td data-bbox="571 533 683 577">g</td> <td data-bbox="683 533 1321 577">Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vial + masa de la muestra + el MEK usado para la extracción</td> </tr> <tr> <td data-bbox="421 577 571 611">$m_{\text{Balanza-4}}$</td> <td data-bbox="571 577 683 611">g</td> <td data-bbox="683 577 1321 611">Incertidumbre en la balanza</td> </tr> <tr> <td data-bbox="421 611 571 667">$m_{\text{Repetibilidad-4}}$</td> <td data-bbox="571 611 683 667">g</td> <td data-bbox="683 611 1321 667">Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vial vacío+ masa de la muestra</td> </tr> <tr> <td data-bbox="421 667 571 701">$m_{\text{Vial vacío}}$</td> <td data-bbox="571 667 683 701">g</td> <td data-bbox="683 667 1321 701">Masa del vial vacío usado para la extracción del aceite de la cera</td> </tr> <tr> <td data-bbox="421 701 571 734">$m_{\text{Balanza-5}}$</td> <td data-bbox="571 701 683 734">g</td> <td data-bbox="683 701 1321 734">Incertidumbre en la balanza</td> </tr> <tr> <td data-bbox="421 734 571 790">$m_{\text{Repetibilidad-5}}$</td> <td data-bbox="571 734 683 790">g</td> <td data-bbox="683 734 1321 790">Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vial vacío usado para la extracción del aceite de la cera</td> </tr> <tr> <td data-bbox="421 790 571 824">$m_{\text{Vaso+Filtrado}}$</td> <td data-bbox="571 790 683 824">g</td> <td data-bbox="683 790 1321 824">Masa del vaso + filtrado resultante de la extracción con MEK</td> </tr> <tr> <td data-bbox="421 824 571 857">$m_{\text{Balanza-6}}$</td> <td data-bbox="571 824 683 857">g</td> <td data-bbox="683 824 1321 857">Incertidumbre en la balanza</td> </tr> <tr> <td data-bbox="421 857 571 902">$m_{\text{Repetibilidad-6}}$</td> <td data-bbox="571 857 683 902">g</td> <td data-bbox="683 857 1321 902">Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vaso + filtrado resultante de la extracción con MEK</td> </tr> </tbody> </table>			Quantity	Unit	Definition	$m_{\text{Balanza-3}}$	g	Incertidumbre en la balanza	$m_{\text{Repetibilidad-3}}$	g	Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vial + masa de la muestra + el MEK usado para la extracción	$m_{\text{Balanza-4}}$	g	Incertidumbre en la balanza	$m_{\text{Repetibilidad-4}}$	g	Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vial vacío+ masa de la muestra	$m_{\text{Vial vacío}}$	g	Masa del vial vacío usado para la extracción del aceite de la cera	$m_{\text{Balanza-5}}$	g	Incertidumbre en la balanza	$m_{\text{Repetibilidad-5}}$	g	Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vial vacío usado para la extracción del aceite de la cera	$m_{\text{Vaso+Filtrado}}$	g	Masa del vaso + filtrado resultante de la extracción con MEK	$m_{\text{Balanza-6}}$	g	Incertidumbre en la balanza	$m_{\text{Repetibilidad-6}}$	g	Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vaso + filtrado resultante de la extracción con MEK
Quantity	Unit	Definition																																	
$m_{\text{Balanza-3}}$	g	Incertidumbre en la balanza																																	
$m_{\text{Repetibilidad-3}}$	g	Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vial + masa de la muestra + el MEK usado para la extracción																																	
$m_{\text{Balanza-4}}$	g	Incertidumbre en la balanza																																	
$m_{\text{Repetibilidad-4}}$	g	Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vial vacío+ masa de la muestra																																	
$m_{\text{Vial vacío}}$	g	Masa del vial vacío usado para la extracción del aceite de la cera																																	
$m_{\text{Balanza-5}}$	g	Incertidumbre en la balanza																																	
$m_{\text{Repetibilidad-5}}$	g	Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vial vacío usado para la extracción del aceite de la cera																																	
$m_{\text{Vaso+Filtrado}}$	g	Masa del vaso + filtrado resultante de la extracción con MEK																																	
$m_{\text{Balanza-6}}$	g	Incertidumbre en la balanza																																	
$m_{\text{Repetibilidad-6}}$	g	Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vaso + filtrado resultante de la extracción con MEK																																	
<p>Aceite_{Evaporado}: Interim Result Cantidad de Aceite evaporado</p> <p>Peso_{MEK}: Interim Result Cantidad de Metil-Etil-Cetona adicionado para la extracción del aceite</p> <p>R_p: Type A summarized Mean: 1 Standard Uncertainty: 0.0101 Degrees of Freedom: 9</p> <p>Precisión a condiciones medias del método de ensayo obtenida de la carta de control. La desviación estandar fue de 0.032, por lo tanto, la incertidumbre estandar se obtiene tomando la desviación estandar dividida sobre la raíz cuadrada del número de datos (10).</p> <p>Nota: Los grados de libertad no modifica los cálculos realizados. Se calculan tomando el número de datos y se resta la unidad (n-1).</p> <p>Peso_{mtra}: Interim Result Peso de la muestra a analizar</p> <p>Peso_{Filtrado}: Interim Result Peso del Filtrado que contiene MEK y el aceite extraido</p> <p>m_{Vaso+Evaporado}: Interim Result Masa del vaso + solvente no evaporado</p>																																			
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 721.smu	Page 3 of 11																																	

ASTM D 721	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo																							
<p>m_{Vaso vacío}: Interim Result Masa del vaso vacío</p> <p>m_{Balanza-1}: Type A summarized Mean: 0 g Standard Uncertainty: 0.00014877 g Degrees of Freedom: 9</p> <p>Incertidumbre en la balanza. El valor de la incertidumbre estandar debe calcularse por medio de la formula de la respectiva balanza: (U=0.14877 + 0.00419 * carga aplicada), mg, y dividirse sobre 1000 para dejar el valor en gramos.</p> <p>Esta ecuación es obtenida a partir de datos experimentales y se obtuvo a partir de fuentes de incertidumbre en la pesada como la repetibilidad, la resolución, trazabilidad, excentricidad, temperatura y la linealidad en la carga.</p> <p>Nota: El valor de la incertidumbre estandar reportada se obtiene reemplazando el valor nominal de 0. Los grados de libertad se obtiene a partir de la formula (n-1), donde n representa el número de datos.</p> <p>m_{Repetibilidad-1}: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 10</p> <table border="1" data-bbox="628 920 884 1256"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>21.1845 g</td></tr> <tr><td>2</td><td>21.1846 g</td></tr> <tr><td>3</td><td>21.1846 g</td></tr> <tr><td>4</td><td>21.1846 g</td></tr> <tr><td>5</td><td>21.1845 g</td></tr> <tr><td>6</td><td>21.1845 g</td></tr> <tr><td>7</td><td>21.1846 g</td></tr> <tr><td>8</td><td>21.1845 g</td></tr> <tr><td>9</td><td>21.1846 g</td></tr> <tr><td>10</td><td>21.1845 g</td></tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 21.1845500 g Standard Deviation: 53·10⁻⁶ g Standard Uncertainty: 16.7·10⁻⁶ g</p> <p>Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vaso + el solvente no evaporado</p> <p>m_{Balanza-2}: Type A summarized Mean: 0 g Standard Uncertainty: 0.00014877 g Degrees of Freedom: 9</p> <p>Incertidumbre en la balanza. El valor de la incertidumbre estandar debe calcularse por medio de la formula de la respectiva balanza: (U=0.14877 + 0.00419 * carga aplicada), mg, y dividirse sobre 1000 para dejar el valor en gramos.</p>			No.	Observation	1	21.1845 g	2	21.1846 g	3	21.1846 g	4	21.1846 g	5	21.1845 g	6	21.1845 g	7	21.1846 g	8	21.1845 g	9	21.1846 g	10	21.1845 g
No.	Observation																							
1	21.1845 g																							
2	21.1846 g																							
3	21.1846 g																							
4	21.1846 g																							
5	21.1845 g																							
6	21.1845 g																							
7	21.1846 g																							
8	21.1845 g																							
9	21.1846 g																							
10	21.1845 g																							
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 721.smu	Page 4 of 11																						

ASTM D 721	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo																							
<p>Esta ecuación es obtenida a partir de datos experimentales y se obtuvo a partir de fuentes de incertidumbre en la pesada como la repetibilidad, la resolución, trazabilidad, excentricidad, temperatura y la linealidad en la carga.</p> <p>Nota: El valor de la incertidumbre estandar reportada se obtiene reemplazando el valor nominal de 0. Los grados de libertad se obtiene a partir de la formula (n-1), donde n representa el número de datos.</p> <p>m_{Repetibilidad-2}: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 10</p> <table border="1" data-bbox="628 663 884 999"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>21.1811 g</td></tr> <tr><td>2</td><td>21.1811 g</td></tr> <tr><td>3</td><td>21.1812 g</td></tr> <tr><td>4</td><td>21.1812 g</td></tr> <tr><td>5</td><td>21.1812 g</td></tr> <tr><td>6</td><td>21.1812 g</td></tr> <tr><td>7</td><td>21.1811 g</td></tr> <tr><td>8</td><td>21.1811 g</td></tr> <tr><td>9</td><td>21.1811 g</td></tr> <tr><td>10</td><td>21.1811 g</td></tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 21.1811400 g Standard Deviation: 52·10⁻⁶ g Standard Uncertainty: 16.3·10⁻⁶ g</p> <p>Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vaso utilizado para evaporar el solvente</p> <p>m_{Vial vacío+mtra+MEK}: Interim Result Masa del vial + masa de la muestra + el MEK usado para la extracción</p> <p>m_{Vial vacío+mtra}: Interim Result Masa del vial vacío + muestra a analizar</p> <p>m_{Balanza-3}: Type A summarized Mean: 0 g Standard Uncertainty: 0.00014877 g Degrees of Freedom: 9</p> <p>Incertidumbre en la balanza. El valor de la incertidumbre estandar debe calcularse por medio de la formula de la respectiva balanza: (U=0.14877 + 0.00419 * carga aplicada), mg, y dividirse sobre 1000 para dejar el valor en gramos.</p> <p>Esta ecuación es obtenida a partir de datos experimentales y se obtuvo a partir de fuentes de incertidumbre en la pesada como la repetibilidad, la resolución, trazabilidad, excentricidad, temperatura y la linealidad en la carga.</p> <p>Nota: El valor de la incertidumbre estandar reportada se obtiene reemplazando el valor nominal de 0. Los grados de libertad se obtiene a partir de la formula (n-1), donde n representa el número de datos.</p>			No.	Observation	1	21.1811 g	2	21.1811 g	3	21.1812 g	4	21.1812 g	5	21.1812 g	6	21.1812 g	7	21.1811 g	8	21.1811 g	9	21.1811 g	10	21.1811 g
No.	Observation																							
1	21.1811 g																							
2	21.1811 g																							
3	21.1812 g																							
4	21.1812 g																							
5	21.1812 g																							
6	21.1812 g																							
7	21.1811 g																							
8	21.1811 g																							
9	21.1811 g																							
10	21.1811 g																							
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 721.smu	Page 5 of 11																						

ASTM D 721	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo																							
<p>m_{Repetibilidad-3}: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 10</p> <table border="1" data-bbox="628 537 884 873"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>137.2294 g</td></tr> <tr><td>2</td><td>137.2294 g</td></tr> <tr><td>3</td><td>137.2294 g</td></tr> <tr><td>4</td><td>137.2294 g</td></tr> <tr><td>5</td><td>137.2293 g</td></tr> <tr><td>6</td><td>137.2293 g</td></tr> <tr><td>7</td><td>137.2293 g</td></tr> <tr><td>8</td><td>137.2293 g</td></tr> <tr><td>9</td><td>137.2292 g</td></tr> <tr><td>10</td><td>137.2292 g</td></tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 137.2293200 g Standard Deviation: $79 \cdot 10^{-6}$ g Standard Uncertainty: $24.9 \cdot 10^{-6}$ g</p> <p>Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vial + masa de la muestra + el MEK usado para la extracción</p> <p>m_{Balanza-4}: Type A summarized Mean: 0 g Standard Uncertainty: 0.00014877 g Degrees of Freedom: 9</p> <p>Incertidumbre en la balanza. El valor de la incertidumbre estandar debe calcularse por medio de la formula de la respectiva balanza: $(U=0.14877 + 0.00419 \cdot \text{carga aplicada})$, mg, y dividirse sobre 1000 para dejar el valor en gramos.</p> <p>Esta ecuación es obtenida a partir de datos experimentales y se obtuvo a partir de fuentes de incertidumbre en la pesada como la repetibilidad, la resolución, trazabilidad, excentricidad, temperatura y la linealidad en la carga.</p> <p>Nota: El valor de la incertidumbre estandar reportada se obtiene reemplazando el valor nominal de 0. Los grados de libertad se obtiene a partir de la formula $(n-1)$, donde n representa el número de datos.</p>			No.	Observation	1	137.2294 g	2	137.2294 g	3	137.2294 g	4	137.2294 g	5	137.2293 g	6	137.2293 g	7	137.2293 g	8	137.2293 g	9	137.2292 g	10	137.2292 g
No.	Observation																							
1	137.2294 g																							
2	137.2294 g																							
3	137.2294 g																							
4	137.2294 g																							
5	137.2293 g																							
6	137.2293 g																							
7	137.2293 g																							
8	137.2293 g																							
9	137.2292 g																							
10	137.2292 g																							
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 721.smu	Page 6 of 11																						

ASTM D 721	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo																							
<p>m_{Repetibilidad-4:} Type A Method of observation: Direct Number of observations: 10</p> <table border="1" data-bbox="628 539 884 875"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>121.5459 g</td></tr> <tr><td>2</td><td>121.5460 g</td></tr> <tr><td>3</td><td>121.5460 g</td></tr> <tr><td>4</td><td>121.5460 g</td></tr> <tr><td>5</td><td>121.5459 g</td></tr> <tr><td>6</td><td>121.5459 g</td></tr> <tr><td>7</td><td>121.5459 g</td></tr> <tr><td>8</td><td>121.5459 g</td></tr> <tr><td>9</td><td>121.5458 g</td></tr> <tr><td>10</td><td>121.5458 g</td></tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 121.5459100 g Standard Deviation: $74 \cdot 10^{-6}$ g Standard Uncertainty: $23.3 \cdot 10^{-6}$ g</p> <p>Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vial vacío+ masa de la muestra</p> <p>m_{Vial vacío:} Interim Result Masa del vial vacío usado para la extracción del aceite de la cera</p> <p>m_{Balanza-5:} Type A summarized Mean: 0 g Standard Uncertainty: 0.00014877 g Degrees of Freedom: 9</p> <p>Incertidumbre en la balanza. El valor de la incertidumbre estandar debe calcularse por medio de la formula de la respectiva balanza: $(U=0.14877 + 0.00419 * \text{carga aplicada})$, mg, y dividirse sobre 1000 para dejar el valor en gramos.</p> <p>Esta ecuación es obtenida a partir de datos experimentales y se obtuvo a partir de fuentes de incertidumbre en la pesada como la repetibilidad, la resolución, trazabilidad, excentricidad, temperatura y la linealidad en la carga.</p> <p>Nota: El valor de la incertidumbre estandar reportada se obtiene reemplazando el valor nominal de 0. Los grados de libertad se obtiene a partir de la formula (n-1), donde n representa el número de datos.</p>			No.	Observation	1	121.5459 g	2	121.5460 g	3	121.5460 g	4	121.5460 g	5	121.5459 g	6	121.5459 g	7	121.5459 g	8	121.5459 g	9	121.5458 g	10	121.5458 g
No.	Observation																							
1	121.5459 g																							
2	121.5460 g																							
3	121.5460 g																							
4	121.5460 g																							
5	121.5459 g																							
6	121.5459 g																							
7	121.5459 g																							
8	121.5459 g																							
9	121.5458 g																							
10	121.5458 g																							
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 721.smu	Page 7 of 11																						

ASTM D 721	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo																							
<p>m_{Repetibilidad-5:} Type A Method of observation: Direct Number of observations: 10</p> <table border="1" data-bbox="628 539 884 875"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>120.4183 g</td></tr> <tr><td>2</td><td>120.4184 g</td></tr> <tr><td>3</td><td>120.4184 g</td></tr> <tr><td>4</td><td>120.4183 g</td></tr> <tr><td>5</td><td>120.4183 g</td></tr> <tr><td>6</td><td>120.4183 g</td></tr> <tr><td>7</td><td>120.4183 g</td></tr> <tr><td>8</td><td>120.4182 g</td></tr> <tr><td>9</td><td>120.4182 g</td></tr> <tr><td>10</td><td>120.4183 g</td></tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 120.4183000 g Standard Deviation: $67 \cdot 10^{-6}$ g Standard Uncertainty: $21.1 \cdot 10^{-6}$ g</p> <p>Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vial vacío usado para la extracción del aceite de la cera</p> <p>m_{Vaso+Filtrado:} Interim Result Masa del vaso + filtrado resultante de la extracción con MEK</p> <p>m_{Balanza-6:} Type A summarized Mean: 0 g Standard Uncertainty: 0.00014877 g Degrees of Freedom: 9</p> <p>Incertidumbre en la balanza. El valor de la incertidumbre estandar debe calcularse por medio de la formula de la respectiva balanza: $(U=0.14877 + 0.00419 \cdot \text{carga aplicada})$, mg, y dividirse sobre 1000 para dejar el valor en gramos.</p> <p>Esta ecuación es obtenida a partir de datos experimentales y se obtuvo a partir de fuentes de incertidumbre en la pesada como la repetibilidad, la resolución, trazabilidad, excentricidad, temperatura y la linealidad en la carga.</p> <p>Nota: El valor de la incertidumbre estandar reportada se obtiene reemplazando el valor nominal de 0. Los grados de libertad se obtiene a partir de la formula $(n-1)$, donde n representa el número de datos.</p>			No.	Observation	1	120.4183 g	2	120.4184 g	3	120.4184 g	4	120.4183 g	5	120.4183 g	6	120.4183 g	7	120.4183 g	8	120.4182 g	9	120.4182 g	10	120.4183 g
No.	Observation																							
1	120.4183 g																							
2	120.4184 g																							
3	120.4184 g																							
4	120.4183 g																							
5	120.4183 g																							
6	120.4183 g																							
7	120.4183 g																							
8	120.4182 g																							
9	120.4182 g																							
10	120.4183 g																							
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 721.smu	Page 8 of 11																						

ASTM D 721	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo																																																								
<p>m_{Repetibilidad-6}: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 10</p> <table border="1" data-bbox="628 535 884 875"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>27.6206 g</td></tr> <tr><td>2</td><td>27.6206 g</td></tr> <tr><td>3</td><td>27.6206 g</td></tr> <tr><td>4</td><td>27.6207 g</td></tr> <tr><td>5</td><td>27.6207 g</td></tr> <tr><td>6</td><td>27.6207 g</td></tr> <tr><td>7</td><td>27.6206 g</td></tr> <tr><td>8</td><td>27.6206 g</td></tr> <tr><td>9</td><td>27.6206 g</td></tr> <tr><td>10</td><td>27.6205 g</td></tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 27.6206200 g Standard Deviation: $63 \cdot 10^{-6}$ g Standard Uncertainty: $20.0 \cdot 10^{-6}$ g</p> <p>Incertidumbre en la repetibilidad de la pesada del vaso + filtrado resultante de la extracción con MEK</p> <p>Interim Results:</p> <table border="1" data-bbox="421 1028 954 1388"> <thead> <tr> <th>Quantity</th> <th>Value</th> <th>Standard Uncertainty</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>Aceite_{Evaporado}</td><td>$3.410 \cdot 10^{-3}$ g</td><td>$212 \cdot 10^{-6}$ g</td></tr> <tr><td>Peso_{MEK}</td><td>15.683410 g</td><td>$213 \cdot 10^{-6}$ g</td></tr> <tr><td>Peso_{mtra}</td><td>1.127610 g</td><td>$213 \cdot 10^{-6}$ g</td></tr> <tr><td>Peso_{Filtrado}</td><td>6.439480 g</td><td>$212 \cdot 10^{-6}$ g</td></tr> <tr><td>m_{Vaso+Evaporado}</td><td>21.184550 g</td><td>$150 \cdot 10^{-6}$ g</td></tr> <tr><td>m_{Vaso vacio}</td><td>21.181140 g</td><td>$150 \cdot 10^{-6}$ g</td></tr> <tr><td>m_{Vial vacio+mtra+MEK}</td><td>137.229320 g</td><td>$151 \cdot 10^{-6}$ g</td></tr> <tr><td>m_{Vial vacio+mtra}</td><td>121.545910 g</td><td>$151 \cdot 10^{-6}$ g</td></tr> <tr><td>m_{Vial vacio}</td><td>120.418300 g</td><td>$150 \cdot 10^{-6}$ g</td></tr> <tr><td>m_{Vaso+Filtrado}</td><td>27.620620 g</td><td>$150 \cdot 10^{-6}$ g</td></tr> </tbody> </table>			No.	Observation	1	27.6206 g	2	27.6206 g	3	27.6206 g	4	27.6207 g	5	27.6207 g	6	27.6207 g	7	27.6206 g	8	27.6206 g	9	27.6206 g	10	27.6205 g	Quantity	Value	Standard Uncertainty	Aceite _{Evaporado}	$3.410 \cdot 10^{-3}$ g	$212 \cdot 10^{-6}$ g	Peso _{MEK}	15.683410 g	$213 \cdot 10^{-6}$ g	Peso _{mtra}	1.127610 g	$213 \cdot 10^{-6}$ g	Peso _{Filtrado}	6.439480 g	$212 \cdot 10^{-6}$ g	m _{Vaso+Evaporado}	21.184550 g	$150 \cdot 10^{-6}$ g	m _{Vaso vacio}	21.181140 g	$150 \cdot 10^{-6}$ g	m _{Vial vacio+mtra+MEK}	137.229320 g	$151 \cdot 10^{-6}$ g	m _{Vial vacio+mtra}	121.545910 g	$151 \cdot 10^{-6}$ g	m _{Vial vacio}	120.418300 g	$150 \cdot 10^{-6}$ g	m _{Vaso+Filtrado}	27.620620 g	$150 \cdot 10^{-6}$ g
No.	Observation																																																								
1	27.6206 g																																																								
2	27.6206 g																																																								
3	27.6206 g																																																								
4	27.6207 g																																																								
5	27.6207 g																																																								
6	27.6207 g																																																								
7	27.6206 g																																																								
8	27.6206 g																																																								
9	27.6206 g																																																								
10	27.6205 g																																																								
Quantity	Value	Standard Uncertainty																																																							
Aceite _{Evaporado}	$3.410 \cdot 10^{-3}$ g	$212 \cdot 10^{-6}$ g																																																							
Peso _{MEK}	15.683410 g	$213 \cdot 10^{-6}$ g																																																							
Peso _{mtra}	1.127610 g	$213 \cdot 10^{-6}$ g																																																							
Peso _{Filtrado}	6.439480 g	$212 \cdot 10^{-6}$ g																																																							
m _{Vaso+Evaporado}	21.184550 g	$150 \cdot 10^{-6}$ g																																																							
m _{Vaso vacio}	21.181140 g	$150 \cdot 10^{-6}$ g																																																							
m _{Vial vacio+mtra+MEK}	137.229320 g	$151 \cdot 10^{-6}$ g																																																							
m _{Vial vacio+mtra}	121.545910 g	$151 \cdot 10^{-6}$ g																																																							
m _{Vial vacio}	120.418300 g	$150 \cdot 10^{-6}$ g																																																							
m _{Vaso+Filtrado}	27.620620 g	$150 \cdot 10^{-6}$ g																																																							
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 721.smu	Page 9 of 11																																																							

ASTM D 721	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo																																																																																																																																																								
<p>Uncertainty Budgets:</p> <p>Ptaje_{Acete}: Porcentaje de aceite en ceras del petroleo</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Quantity</th> <th>Value</th> <th>Standard Uncertainty</th> <th>Distribution</th> <th>Uncertainty Contribution</th> <th>Index</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Aceite_{Evaporado}</td> <td>3.410·10⁻³ g</td> <td>212·10⁻⁶ g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Peso_{MEK}</td> <td>15.683410 g</td> <td>213·10⁻⁶ g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>R_p</td> <td>1.0000</td> <td>0.0101</td> <td>normal</td> <td>7.4·10⁻³ %</td> <td>2.6 %</td> </tr> <tr> <td>Peso_{mtra}</td> <td>1.127610 g</td> <td>213·10⁻⁶ g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Peso_{Filtrado}</td> <td>6.439480 g</td> <td>212·10⁻⁶ g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>m_{Vaso+Evaporado}</td> <td>21.184550 g</td> <td>150·10⁻⁶ g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>m_{Vaso vacio}</td> <td>21.181140 g</td> <td>150·10⁻⁶ g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>m_{Balanza-1}</td> <td>0.0 g</td> <td>149·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>0.032 %</td> <td>48.1 %</td> </tr> <tr> <td>m_{Repetibilidad-1}</td> <td>21.1845500 g</td> <td>16.7·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>3.6·10⁻³ %</td> <td>0.6 %</td> </tr> <tr> <td>m_{Balanza-2}</td> <td>0.0 g</td> <td>149·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>-0.032 %</td> <td>48.1 %</td> </tr> <tr> <td>m_{Repetibilidad-2}</td> <td>21.1811400 g</td> <td>16.3·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>-3.5·10⁻³ %</td> <td>0.6 %</td> </tr> <tr> <td>m_{Vial vacio+mtra+MEK}</td> <td>137.229320 g</td> <td>151·10⁻⁶ g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>m_{Vial vacio+mtra}</td> <td>121.545910 g</td> <td>151·10⁻⁶ g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>m_{Balanza-3}</td> <td>0.0 g</td> <td>149·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>7.0·10⁻⁶ %</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>m_{Repetibilidad-3}</td> <td>137.2293200 g</td> <td>24.9·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>1.2·10⁻⁶ %</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>m_{Balanza-4}</td> <td>0.0 g</td> <td>149·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>-100·10⁻⁶ %</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>m_{Repetibilidad-4}</td> <td>121.5459100 g</td> <td>23.3·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>-16·10⁻⁶ %</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>m_{Vial vacio}</td> <td>120.418300 g</td> <td>150·10⁻⁶ g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>m_{Balanza-5}</td> <td>0.0 g</td> <td>149·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>97·10⁻⁶ %</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>m_{Repetibilidad-5}</td> <td>120.4183000 g</td> <td>21.1·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>14·10⁻⁶ %</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>m_{Vaso+Filtrado}</td> <td>27.620620 g</td> <td>150·10⁻⁶ g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>m_{Balanza-6}</td> <td>0.0 g</td> <td>149·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>-17·10⁻⁶ %</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>m_{Repetibilidad-6}</td> <td>27.6206200 g</td> <td>20.0·10⁻⁶ g</td> <td>normal</td> <td>-2.3·10⁻⁶ %</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>Ptaje_{Acete}</td> <td>0.5865 %</td> <td>0.0463 %</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p>El contenido de aceite de una cera puede tener efectos significativos sobre varias de sus propiedades, tales como su resistencia, dureza, flexibilidad, resistencia al desgaste, coeficiente de fricción, coeficiente de expansión, punto de fusión y filtraje de aceite. La importancia de estos efectos puede depender del uso final de la cera.</p>				Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index	Aceite _{Evaporado}	3.410·10 ⁻³ g	212·10 ⁻⁶ g				Peso _{MEK}	15.683410 g	213·10 ⁻⁶ g				R _p	1.0000	0.0101	normal	7.4·10 ⁻³ %	2.6 %	Peso _{mtra}	1.127610 g	213·10 ⁻⁶ g				Peso _{Filtrado}	6.439480 g	212·10 ⁻⁶ g				m _{Vaso+Evaporado}	21.184550 g	150·10 ⁻⁶ g				m _{Vaso vacio}	21.181140 g	150·10 ⁻⁶ g				m _{Balanza-1}	0.0 g	149·10 ⁻⁶ g	normal	0.032 %	48.1 %	m _{Repetibilidad-1}	21.1845500 g	16.7·10 ⁻⁶ g	normal	3.6·10 ⁻³ %	0.6 %	m _{Balanza-2}	0.0 g	149·10 ⁻⁶ g	normal	-0.032 %	48.1 %	m _{Repetibilidad-2}	21.1811400 g	16.3·10 ⁻⁶ g	normal	-3.5·10 ⁻³ %	0.6 %	m _{Vial vacio+mtra+MEK}	137.229320 g	151·10 ⁻⁶ g				m _{Vial vacio+mtra}	121.545910 g	151·10 ⁻⁶ g				m _{Balanza-3}	0.0 g	149·10 ⁻⁶ g	normal	7.0·10 ⁻⁶ %	0.0 %	m _{Repetibilidad-3}	137.2293200 g	24.9·10 ⁻⁶ g	normal	1.2·10 ⁻⁶ %	0.0 %	m _{Balanza-4}	0.0 g	149·10 ⁻⁶ g	normal	-100·10 ⁻⁶ %	0.0 %	m _{Repetibilidad-4}	121.5459100 g	23.3·10 ⁻⁶ g	normal	-16·10 ⁻⁶ %	0.0 %	m _{Vial vacio}	120.418300 g	150·10 ⁻⁶ g				m _{Balanza-5}	0.0 g	149·10 ⁻⁶ g	normal	97·10 ⁻⁶ %	0.0 %	m _{Repetibilidad-5}	120.4183000 g	21.1·10 ⁻⁶ g	normal	14·10 ⁻⁶ %	0.0 %	m _{Vaso+Filtrado}	27.620620 g	150·10 ⁻⁶ g				m _{Balanza-6}	0.0 g	149·10 ⁻⁶ g	normal	-17·10 ⁻⁶ %	0.0 %	m _{Repetibilidad-6}	27.6206200 g	20.0·10 ⁻⁶ g	normal	-2.3·10 ⁻⁶ %	0.0 %	Ptaje _{Acete}	0.5865 %	0.0463 %			
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index																																																																																																																																																				
Aceite _{Evaporado}	3.410·10 ⁻³ g	212·10 ⁻⁶ g																																																																																																																																																							
Peso _{MEK}	15.683410 g	213·10 ⁻⁶ g																																																																																																																																																							
R _p	1.0000	0.0101	normal	7.4·10 ⁻³ %	2.6 %																																																																																																																																																				
Peso _{mtra}	1.127610 g	213·10 ⁻⁶ g																																																																																																																																																							
Peso _{Filtrado}	6.439480 g	212·10 ⁻⁶ g																																																																																																																																																							
m _{Vaso+Evaporado}	21.184550 g	150·10 ⁻⁶ g																																																																																																																																																							
m _{Vaso vacio}	21.181140 g	150·10 ⁻⁶ g																																																																																																																																																							
m _{Balanza-1}	0.0 g	149·10 ⁻⁶ g	normal	0.032 %	48.1 %																																																																																																																																																				
m _{Repetibilidad-1}	21.1845500 g	16.7·10 ⁻⁶ g	normal	3.6·10 ⁻³ %	0.6 %																																																																																																																																																				
m _{Balanza-2}	0.0 g	149·10 ⁻⁶ g	normal	-0.032 %	48.1 %																																																																																																																																																				
m _{Repetibilidad-2}	21.1811400 g	16.3·10 ⁻⁶ g	normal	-3.5·10 ⁻³ %	0.6 %																																																																																																																																																				
m _{Vial vacio+mtra+MEK}	137.229320 g	151·10 ⁻⁶ g																																																																																																																																																							
m _{Vial vacio+mtra}	121.545910 g	151·10 ⁻⁶ g																																																																																																																																																							
m _{Balanza-3}	0.0 g	149·10 ⁻⁶ g	normal	7.0·10 ⁻⁶ %	0.0 %																																																																																																																																																				
m _{Repetibilidad-3}	137.2293200 g	24.9·10 ⁻⁶ g	normal	1.2·10 ⁻⁶ %	0.0 %																																																																																																																																																				
m _{Balanza-4}	0.0 g	149·10 ⁻⁶ g	normal	-100·10 ⁻⁶ %	0.0 %																																																																																																																																																				
m _{Repetibilidad-4}	121.5459100 g	23.3·10 ⁻⁶ g	normal	-16·10 ⁻⁶ %	0.0 %																																																																																																																																																				
m _{Vial vacio}	120.418300 g	150·10 ⁻⁶ g																																																																																																																																																							
m _{Balanza-5}	0.0 g	149·10 ⁻⁶ g	normal	97·10 ⁻⁶ %	0.0 %																																																																																																																																																				
m _{Repetibilidad-5}	120.4183000 g	21.1·10 ⁻⁶ g	normal	14·10 ⁻⁶ %	0.0 %																																																																																																																																																				
m _{Vaso+Filtrado}	27.620620 g	150·10 ⁻⁶ g																																																																																																																																																							
m _{Balanza-6}	0.0 g	149·10 ⁻⁶ g	normal	-17·10 ⁻⁶ %	0.0 %																																																																																																																																																				
m _{Repetibilidad-6}	27.6206200 g	20.0·10 ⁻⁶ g	normal	-2.3·10 ⁻⁶ %	0.0 %																																																																																																																																																				
Ptaje _{Acete}	0.5865 %	0.0463 %																																																																																																																																																							
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 721.smu		Page 10 of 11																																																																																																																																																						

ASTM D 721	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre del método de ensayo estandar para determinar contenido de aceite en ceras del petroleo			
Results:				
Quantity	Value	Expanded Uncertainty	Coverage factor	Coverage
PtajeAceite	0.587 %	0.093 %	2.00	95% (normal)
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1				
File: ASTMD 721.smu			Page 11 of 11	

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ANEXO 4 PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA LA DETERMINACIÓN DE DIOLEÍNA EN B-100 METIL ÉSTERES DE ÁCIDOS GRASOS.

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos	
<p>Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos</p> <p>Author: Diego Armando Torres Jaimes</p> <p>1. Objetivo</p> <p>Estimar la incertidumbre del método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos.</p> <p>2. Alcance del método de ensayo</p> <p>El método de ensayo estándar ASTM D 6584 cubre la determinación cuantitativa de glicerina libre y total en B-100 metilester por cromatografía de gases. El rango de detección para la glicerina libre es 0.005 a 0.05 % en masa y para la glicerina total de 0.05 a 0.5 % en masa. Este procedimiento no es aplicable a aceite metil ester vegetal, obtenido de aceites lauricos tales como aceite de coco y aceite de palma.</p> <p>3. Mensurando</p> <p>Porcentaje en masa de glicerina en la muestra a analizar. La muestra es analizada por cromatografía de gases, después de silanisada con N-metil-N-trimetilsililtrifluoracetamida (MSTFA). La calibración es efectiva por el uso de dos estándares internos y cuatro materiales de referencia. Mono-, di-, y triglicéridos son determinados por comparación a los estándares respectivos de monooleína, dioleína y trioleína. El promedio de los factores de conversión es aplicado a los mono-, di-, y triglicéridos para calcular el contenido de glicerina combinada en la muestra.</p> <div style="text-align: center; margin: 10px 0;"> </div> <p>Model Equation:</p> <p>{Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos}</p> <p>{Determinación del porcentaje en volúmen del componente Aromático}</p>		
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu	Page 1 of 14

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos	
<p>$D_{\text{ioleína}} = (W_s/A) * ((A_v/A_s) - B) * (100/W_{\text{mtra}}) * R_p * I_{\text{Linealidad}}$</p> <p>{Determinación de la incertidumbre en la cantidad del estandar interno}</p> <p>$W_s = (m_{\text{est.inter}} * V_{\text{Alicuota}}) / V_{\text{est.inter}}$</p> <p>$V_{\text{Alicuota}} = V_N * I_{\text{Temperatura}} * I_{\text{Micropipeta}}$</p> <p>$V_{\text{est.inter}} = V_{N-1} * I_{\text{Temperatura-1}} * I_{\text{Recip.Volumétrico}}$</p> <p>{Regresión Lineal $Y = A * X + B$}</p> <p>$W_{i/Ws} = ((A_v/A_s) - B) / A$</p> <p>$A = (n * \sum X_i Y_i - \sum X_i * \sum Y_i) / (n * \sum X_i^2 - \text{sqr}(\sum X_i))$</p> <p>$B = (\sum Y_i - A * \sum X_i) / n$</p> <p>$X_{\text{Prom}} = (\sum X_i) / n$</p> <p>$Y_{\text{Prom}} = (\sum Y_i) / n$</p> <p>$\sum X_i Y_i = (X_1 * Y_1 + X_2 * Y_2 + X_3 * Y_3 + X_4 * Y_4 + X_5 * Y_5)$</p> <p>$\sum X_i = (X_1 + X_2 + X_3 + X_4 + X_5)$</p> <p>$\sum Y_i = (Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4 + Y_5)$</p> <p>$\sum X_i^2 = (X_1^2 + X_2^2 + X_3^2 + X_4^2 + X_5^2)$</p> <p>$\sum Y_i^2 = (Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2 + Y_5^2)$</p> <p>{Determinación de el factor de correlación R^2}</p> <p>$R_{\text{Cuadrado}} = (B * \sum Y_i + A * \sum X_i Y_i - n * \text{sqr}(Y_{\text{Prom}})) / (\sum Y_i^2 - n * \text{sqr}(Y_{\text{Prom}}))$</p> <p>{Determinación de la incertidumbre en la linealidad}</p> <p>$U_{\text{Lin}} = (S_{y/x}/A) * \text{sqr}((1/m) + (1/n) + ((\text{sqr}(W_{i/Ws} - X_{\text{Prom}})) / (\text{sqr}(A) * \sum Z)))$</p> <p>$S_{y/x} = \text{sqr}((\sum W / (n-2)))$</p> <p>$\sum W = \text{sqr}(Y_1 - Y_{1\text{-Teórica}}) + \text{sqr}(Y_2 - Y_{2\text{-Teórica}}) + \text{sqr}(Y_3 - Y_{3\text{-Teórica}}) + \text{sqr}(Y_4 - Y_{4\text{-Teórica}}) + \text{sqr}(Y_5 - Y_{5\text{-Teórica}})$</p> <p>$\sum Z = \text{sqr}(X_1 - X_{\text{Prom}}) + \text{sqr}(X_2 - X_{\text{Prom}}) + \text{sqr}(X_3 - X_{\text{Prom}}) + \text{sqr}(X_4 - X_{\text{Prom}}) + \text{sqr}(X_5 - X_{\text{Prom}})$</p> <p>$Y_{1\text{-Teórica}} = A * X_1 + B$</p> <p>$Y_{2\text{-Teórica}} = A * X_2 + B$</p>		
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu	Page 2 of 14

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos	
$Y_{3-Teorica}=A \cdot X_3+B;$ $Y_{4-Teorica}=A \cdot X_4+B;$ $Y_{5-Teorica}=A \cdot X_5+B;$		
List of Quantities:		
Quantity	Unit	Definition
$D_{dioleina}$	%	Porcentaje en masa de dioleína libre en la muestra
W_s	mg	Peso del estandar interno
A		Pendiente de la ecuación lineal $Y=A \cdot X+B$
A_i	pA/s	Área del componente Aromático
A_s	pA/s	Área del estandar interno
B		Intercepto de la ecuación lineal $Y=A \cdot X+B$
W_{mtra}	mg	Masa de la muestra a analizar
R_p		Precisión a condiciones medias del método de ensayo
$I_{Linealidad}$		Incertidumbre en la linealidad
$m_{est.inter}$	mg	Masa nominal del estandar interno
$V_{Alicuota}$	mL	Volúmen de la alícuota tomado con una micropipeta de 100 μ L
$V_{est.inter}$	mL	Volúmen del estandar interno
V_N	mL	Volúmen nominal de la alícuota tomada de la solución del estandar interno
$I_{Temperatura}$		Incertidumbre en la Temperatura
$I_{Micropipeta}$		Incertidumbre de la micropipeta volumétrica
V_{N-1}	mL	Volúmen nominal de la solución del estandar interno
$I_{Temperatura-1}$		Incertidumbre en la Temperatura
$I_{Recip.Volumétrico}$		Incertidumbre en el recipiente volumétrico empleado para la preparación del estandar interno
W_{i/W_s}		Relación entre la masa del componente aromático y la masa del componente del estandar interno
n		Número de datos para realizar la curva de calibración
$\sum X_i Y_i$		Sumatoria del producto entre los valores de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno, con la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno para la construcción del modelo matemático
$\sum X_i$		Sumatoria de los valores de la relación másica entre el componente aromático y el estandar internoe empleados para la construcción del modelo matemático
$\sum Y_i$		Sumatoria de los valores de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno empleados para la construcción del modelo matemático
$\sum X_i^2$		Sumatoria de los valores de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno elevados al cuadrado
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu	Page 3 of 14

ASTM D 6584		Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos
Quantity	Unit	Definition
X_{Prom}		Promedio de los valores de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno
Y_{Prom}		Promedio de los valores de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno
X_1		Valor experimental de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno
Y_1		Valor experimental de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno
X_2		Valor experimental de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno
Y_2		Valor experimental de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno
X_3		Valor experimental de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno
Y_3		Valor experimental de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno
X_4		Valor experimental de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno
Y_4		Valor experimental de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno
X_5		Valor experimental de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno
Y_5		Valor experimental de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno
ΣY_i Cuadrado		Sumatoria de los valores de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno elevados al cuadrado
R Cuadrado		Factor de Correlación de la ecuación lineal
U_{Lin}		Incertidumbre combinada debido a la pendiente y el intercepto en el origen y debido a la señal del instrumento para la muestra de ensayo.
$S_{y/x}$		Parámetro que representa los errores aleatorios en los valores de la pendiente y ordenada en el origen
m		Número de repeticiones de la medición de la muestra problema
ΣZ		Sumatoria de la diferencia de los valores experimentales de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno con el valor promedio, elevados al cuadrado
ΣW		Sumatoria de la diferencia de los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno con el valor promedio, elevados al cuadrado
Y_1 -Teórica		Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu	Page 4 of 14

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos																	
<table border="1"> <thead> <tr> <th data-bbox="421 465 539 497">Quantity</th> <th data-bbox="539 465 644 497">Unit</th> <th data-bbox="644 465 1321 497">Definition</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="421 497 539 568">Y₂-Teórica</td> <td data-bbox="539 497 644 568"></td> <td data-bbox="644 497 1321 568">Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</td> </tr> <tr> <td data-bbox="421 568 539 640">Y₃-Teórica</td> <td data-bbox="539 568 644 640"></td> <td data-bbox="644 568 1321 640">Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</td> </tr> <tr> <td data-bbox="421 640 539 712">Y₄-Teórica</td> <td data-bbox="539 640 644 712"></td> <td data-bbox="644 640 1321 712">Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</td> </tr> <tr> <td data-bbox="421 712 539 792">Y₅-Teórica</td> <td data-bbox="539 712 644 792"></td> <td data-bbox="644 712 1321 792">Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</td> </tr> </tbody> </table>				Quantity	Unit	Definition	Y ₂ -Teórica		Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno	Y ₃ -Teórica		Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno	Y ₄ -Teórica		Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno	Y ₅ -Teórica		Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno
Quantity	Unit	Definition																
Y ₂ -Teórica		Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno																
Y ₃ -Teórica		Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno																
Y ₄ -Teórica		Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno																
Y ₅ -Teórica		Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno																
<p>W_s: Interim Result Peso del estandar interno. El valor de la incertidumbre estandar debe calcularse por medio de la formula de la respectiva balanza: (U=0.15272 + 0.0029 * carga aplicada), mg, y dividirse sobre 1000 para dejar el valor en gramos. Esta ecuación es obtenida a partir de datos experimentales y se obtuvo a partir de fuentes de incertidumbre en la pesada como la repetibilidad, la resolución, trazabilidad, excentricidad, temperatura y la linealidad en la carga.</p> <p>A: Interim Result Pendiente de la ecuación lineal Y=A*X+B, obtenida de la regresión lineal</p> <p>A_i: Constant Value: 226.11413 pA/s Área del componente Aromático</p> <p>A_s: Constant Value: 2155.39478 pA/s Área del estandar interno</p> <p>B: Interim Result Intercepto de la ecuación lineal Y=A*X+B, obtenida de la regresión lineal</p> <p>W_{mtra}: Type A summarized Mean: 100.200 mg Standard Uncertainty: 0.00015272029058 mg Degrees of Freedom: 9 Peso del estandar interno. El valor de la incertidumbre estandar debe calcularse por medio de la formula de la respectiva balanza: (U=0.15272 + 0.0029 * carga aplicada), mg, y dividirse sobre 1000 para dejar el valor en gramos. Esta ecuación es obtenida a partir de datos experimentales y se obtuvo a partir de fuentes de incertidumbre en</p>																		
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu		Page 5 of 14															

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos	
<p>la pesada como la repetibilidad, la resolución, trazabilidad, excentricidad, temperatura y la linealidad en la carga.</p> <p>R_p: Type A summarized Mean: 1 Standard Uncertainty: 0.00293938 Degrees of Freedom: 5</p> <p>Precisión a condiciones medias del método de ensayo obtenida de la carta de control. La desviación estandar fue de 0.0072, por lo tanto, la incertidumbre estandar se obtiene tomando la desviación estandar dividida sobre la raíz cuadrada del número de datos (6).</p> <p>Nota: Los grados de libertad no modifica los cálculos realizados. Se calculan tomando el número de datos y se resta la unidad (n-1).</p> <p>I_{Linealidad}: Type A summarized Mean: 1 Standard Uncertainty: 0.00414873 Degrees of Freedom: 4</p> <p>Incertidumbre en la Linealidad. Esta incertidumbre es calculada a partir del resultado del parámetro denominado U_{Lin} y se debe sumar al valor final del porcentaje del volumen aromático. El parámetro U_{Lin} representa la incertidumbre combinada de la relación másica W_i/W_s. Por lo tanto se debe multiplicar el valor W_s por U_{Lin} para obtener la incertidumbre del componente aromático únicamente, y no de la relación másica total.</p> <p>m_{est.inter}: Type A summarized Mean: 81.4 mg Standard Uncertainty: 0.00015272023606 mg Degrees of Freedom: 4</p> <p>Peso del estandar interno. El valor de la incertidumbre estandar debe calcularse por medio de la formula de la respectiva balanza: (U=0.15272 + 0.0029 * carga aplicada), mg, y dividirse sobre 1000 para dejar el valor en gramos.</p> <p>Esta ecuación es obtenida a partir de datos experimentales y se obtuvo a partir de fuentes de incertidumbre en la pesada como la repetibilidad, la resolución, trazabilidad, excentricidad, temperatura y la linealidad en la carga.</p> <p>V_{Alicuota}: Interim Result Volúmen de la alícuota de 100 µ L</p> <p>V_{est.inter}: Interim Result Volúmen del estandar interno</p> <p>V_N: Constant Value: 0.10 mL Volúmen nominal de la alícuota tomada (100 µ L)</p> <p>I_{Temperatura}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.00063</p>		
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu	Page 6 of 14

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos	
<p>La incertidumbre estandar de la temperatura se obtiene a partir del producto entre el coeficiente de expansión del agua ($2.1 \cdot 10^{-4}$), el volumen nominal utilizado y una posible variación de la temperatura de mas o menos 3 con una confiabilidad del 95%. Como es una confiabilidad del 95% se debería dividir por 1.96, valor que es obtenido a partir de la tabla de t-student, pero también se puede considerar como una distribución rectangular (tomado de ejemplos de EURACHEM) debido a que es un factor multiplicativo del volumen nominal.</p> <p>Nota: Como el valor ingresado es 1, se debe dividir éste factor por el volumen nominal para hacer la conversión.</p> <p>I_{Micropipeta}: Type B triangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.0002652</p> <p>Incertidumbre de la micropipeta de 100 µ L</p> <p>V_{N-1}: Constant Value: 10 mL</p> <p>I_{Temperatura-1}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.00063</p> <p>La incertidumbre estandar de la temperatura se obtiene a partir del producto entre el coeficiente de expansión del agua ($2.1 \cdot 10^{-4}$), el volumen nominal utilizado y una posible variación de la temperatura de mas o menos 3 con una confiabilidad del 95%. Como es una confiabilidad del 95% se debería dividir por 1.96, valor que es obtenido a partir de la tabla de t-student, pero también se puede considerar como una distribución rectangular (tomado de ejemplos de EURACHEM) debido a que es un factor multiplicativo del volumen nominal.</p> <p>Nota: Como el valor ingresado es 1, se debe dividir éste factor por el volumen nominal para hacer la conversión.</p> <p>I_{Recip.Volumétrico}: Type B triangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.05</p> <p>W_iWs: Interim Result</p> <p>Relación entre la masa del componente aromático y la masa del componente del estandar interno</p> <p>n: Constant Value: 5</p> <p>Número de datos para realizar la curva de calibración</p> <p>ΣXiYi: Interim Result</p> <p>Sumatoria del producto entre los valores de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno, con la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno para la construcción del modelo matemático</p> <p>ΣXi: Interim Result</p> <p>Sumatoria de los valores de la relación másica entre el componente aromático y el estandar internoe empleados para la construcción del modelo matemático</p>		
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu	Page 7 of 14

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos	
<p>ΣY_i: Interim Result Sumatoria de los valores de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno empleados para la construcción del modelo matemático</p> <p>$\Sigma X_i^{\text{Cuadrado}}$: Interim Result Sumatoria de los valores de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno elevados al cuadrado</p> <p>X_{Prom}: Interim Result Promedio de los valores de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno</p> <p>Y_{Prom}: Interim Result Promedio de los valores de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</p> <p>X_1: Constant Value: 0.0625 Valor experimental de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno</p> <p>Y_1: Constant Value: 0.094998399488 Valor experimental de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</p> <p>X_2: Constant Value: 0.125 Valor experimental de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno</p> <p>Y_2: Constant Value: 0.190043324143 Valor experimental de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</p> <p>X_3: Constant Value: 0.250 Valor experimental de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno</p> <p>Y_3: Constant Value: 0.357999842134 Valor experimental de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</p> <p>X_4: Constant Value: 0.4375 Valor experimental de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno</p>		
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu	Page 8 of 14

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos	
<p>Y₄: Constant Value: 0.619010335108</p> <p>Valor experimental de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</p> <p>X₅: Constant Value: 0.625</p> <p>Valor experimental de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno</p> <p>Y₅: Constant Value: 0.899775036847</p> <p>Valor experimental de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</p> <p>ΣY_{Cuadrado}: Interim Result</p> <p>Sumatoria de los valores de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno elevados al cuadrado</p> <p>S_{y/x}: Interim Result</p> <p>Parámetro que representa los errores aleatorios en los valores de la pendiente y ordenada en el origen</p> <p>m: Constant Value: 3</p> <p>Número de repeticiones de la medición de la muestra problema</p> <p>ΣZ: Interim Result</p> <p>Sumatoria de la diferencia de los valores experimentales de la relación másica entre el componente aromático y el estandar interno con el valor promedio, elevados al cuadrado</p> <p>ΣW: Interim Result</p> <p>Sumatoria de la diferencia de los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno con el valor promedio, elevados al cuadrado</p> <p>Y_{1-Teórica}: Interim Result</p> <p>Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</p> <p>Y_{2-Teórica}: Interim Result</p> <p>Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</p> <p>Y_{3-Teórica}: Interim Result</p> <p>Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</p>		
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu	Page 9 of 14

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos													
<p>Y_{4-Teórica}: Interim Result</p> <p>Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</p> <p>Y_{5-Teórica}: Interim Result</p> <p>Valor teórico obtenido reemplazando en la ecuación de la regresión lineal, los valores experimentales de la relación de las áreas del componente aromático y el estandar interno</p> <p>Interim Results:</p> <table border="1" data-bbox="421 696 890 842"> <thead> <tr> <th>Quantity</th> <th>Value</th> <th>Standard Uncertainty</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>W_s</td> <td>0.8140 mg</td> <td>0.0166 mg</td> </tr> <tr> <td>V_{Alicuota}</td> <td>0.1000000 mL</td> <td>38.0·10⁻⁶ mL</td> </tr> <tr> <td>V_{est.inter}</td> <td>10.000 mL</td> <td>0.204 mL</td> </tr> </tbody> </table>			Quantity	Value	Standard Uncertainty	W _s	0.8140 mg	0.0166 mg	V _{Alicuota}	0.1000000 mL	38.0·10 ⁻⁶ mL	V _{est.inter}	10.000 mL	0.204 mL
Quantity	Value	Standard Uncertainty												
W _s	0.8140 mg	0.0166 mg												
V _{Alicuota}	0.1000000 mL	38.0·10 ⁻⁶ mL												
V _{est.inter}	10.000 mL	0.204 mL												
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu	Page 10 of 14												

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos				
Uncertainty Budgets:					
D_{ioleína}: Porcentaje en masa de dioleína libre en la muestra					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
W _s	0.8140 mg	0.0166 mg			
A	1.4193103151766	0.0			
A _i	226.11413 pA/s				
A _s	2155.39478 pA/s				
B	6.5722929910073·10 ⁻³	0.0			
W _{mtra}	100.200000 mg	153·10 ⁻⁶ mg	normal	-86·10 ⁻⁹ %	0.0 %
R _p	1.00000	2.94·10 ⁻³	normal	170·10 ⁻⁶ %	2.0 %
I _{Linealidad}	1.00000	4.15·10 ⁻³	normal	230·10 ⁻⁶ %	3.9 %
m _{est.inter}	81.400000 mg	153·10 ⁻⁶ mg	normal	110·10 ⁻⁹ %	0.0 %
V _{Alicuota}	0.1000000 mL	38.0·10 ⁻⁶ mL			
V _{est.inter}	10.000 mL	0.204 mL			
V _N	0.1 mL				
I _{Temperatura}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	20·10 ⁻⁶ %	0.0 %
I _{Micropipeta}	1.000000	108·10 ⁻⁶	triangular	6.1·10 ⁻⁶ %	0.0 %
V _{N-1}	10.0 mL				
I _{Temperatura-1}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-20·10 ⁻⁶ %	0.0 %
I _{Recip.Volumétrico}	1.0000	0.0204	triangular	-1.1·10 ⁻³ %	94.1 %
n	5.0				
ΣXiYi	0.9523691956585	0.0			
ΣXi	1.5	0.0			
ΣYi	2.16182693772	0.0			
ΣXiCuadrado	0.6640625	0.0			
X ₁	0.0625				
Y ₁	0.094998399488				
X ₂	0.125				
Y ₂	0.190043324143				
X ₃	0.25				
Y ₃	0.357999842134				
X ₄	0.4375				
Y ₄	0.619010335108				
X ₅	0.625				
Y ₅	0.899775036847				
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu		Page 11 of 14		

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos																																																																																																																																
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Quantity</th> <th>Value</th> <th>Standard Uncertainty</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>D_{ioleína}</td> <td>0.05628 %</td> <td>1.18 · 10⁻³ %</td> </tr> </tbody> </table>			Quantity	Value	Standard Uncertainty	D _{ioleína}	0.05628 %	1.18 · 10 ⁻³ %																																																																																																																									
Quantity	Value	Standard Uncertainty																																																																																																																															
D _{ioleína}	0.05628 %	1.18 · 10 ⁻³ %																																																																																																																															
<p>R_{Cuadrado}: Factor de Correlación de la ecuación lineal</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Quantity</th> <th>Value</th> <th>Standard Uncertainty</th> <th>Distribution</th> <th>Uncertainty Contribution</th> <th>Index</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>A</td><td>1.4193103151766</td><td>0.0</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>B</td><td>6.5722929910073 · 10⁻³</td><td>0.0</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>n</td><td>5.0</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>ΣXiYi</td><td>0.9523691956585</td><td>0.0</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>ΣXi</td><td>1.5</td><td>0.0</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>ΣYi</td><td>2.16182693772</td><td>0.0</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>ΣXi²</td><td>0.6640625</td><td>0.0</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Y_{Prom}</td><td>0.432365387544</td><td>0.0</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>X₁</td><td>0.0625</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Y₁</td><td>0.094998399488</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>X₂</td><td>0.125</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Y₂</td><td>0.190043324143</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>X₃</td><td>0.25</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Y₃</td><td>0.357999842134</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>X₄</td><td>0.4375</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Y₄</td><td>0.619010335108</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>X₅</td><td>0.625</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Y₅</td><td>0.899775036847</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>ΣYi²</td><td>1.3660739598281</td><td>0.0</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>R_{Cuadrado}</td><td>0.99963285630888</td><td>0.0</td><td></td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table> <p>Factor de Correlación de la ecuación lineal</p>				Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index	A	1.4193103151766	0.0				B	6.5722929910073 · 10 ⁻³	0.0				n	5.0					ΣXiYi	0.9523691956585	0.0				ΣXi	1.5	0.0				ΣYi	2.16182693772	0.0				ΣXi ²	0.6640625	0.0				Y _{Prom}	0.432365387544	0.0				X ₁	0.0625					Y ₁	0.094998399488					X ₂	0.125					Y ₂	0.190043324143					X ₃	0.25					Y ₃	0.357999842134					X ₄	0.4375					Y ₄	0.619010335108					X ₅	0.625					Y ₅	0.899775036847					ΣYi ²	1.3660739598281	0.0				R _{Cuadrado}	0.99963285630888	0.0			
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index																																																																																																																												
A	1.4193103151766	0.0																																																																																																																															
B	6.5722929910073 · 10 ⁻³	0.0																																																																																																																															
n	5.0																																																																																																																																
ΣXiYi	0.9523691956585	0.0																																																																																																																															
ΣXi	1.5	0.0																																																																																																																															
ΣYi	2.16182693772	0.0																																																																																																																															
ΣXi ²	0.6640625	0.0																																																																																																																															
Y _{Prom}	0.432365387544	0.0																																																																																																																															
X ₁	0.0625																																																																																																																																
Y ₁	0.094998399488																																																																																																																																
X ₂	0.125																																																																																																																																
Y ₂	0.190043324143																																																																																																																																
X ₃	0.25																																																																																																																																
Y ₃	0.357999842134																																																																																																																																
X ₄	0.4375																																																																																																																																
Y ₄	0.619010335108																																																																																																																																
X ₅	0.625																																																																																																																																
Y ₅	0.899775036847																																																																																																																																
ΣYi ²	1.3660739598281	0.0																																																																																																																															
R _{Cuadrado}	0.99963285630888	0.0																																																																																																																															
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu		Page 12 of 14																																																																																																																														

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos				
U_{Lin}: Incertidumbre combinada debido a la pendiente y el intercepto en el origen y debido a la señal del instrumento para la muestra de ensayo.					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
A	1.4193103151766	0.0			
A _i	226.11413 pA/s				
A _s	2155.39478 pA/s				
B	6.5722929910073·10 ⁻³	0.0			
W _i _{W_s}	0.069282832852677	0.0			
n	5.0				
ΣXiYi	0.9523691956585	0.0			
ΣXi	1.5	0.0			
ΣYi	2.16182693772	0.0			
ΣXi ²	0.6640625	0.0			
X _{Prom}	0.3	0.0			
X ₁	0.0625				
Y ₁	0.094998399488				
X ₂	0.125				
Y ₂	0.190043324143				
X ₃	0.25				
Y ₃	0.357999842134				
X ₄	0.4375				
Y ₄	0.619010335108				
X ₅	0.625				
Y ₅	0.899775036847				
S _{y/x}	7.2658228020341·10 ⁻³	0.0			
m	3.0				
ΣZ	0.2140625	0.0			
ΣW	158.37654297168·10 ⁻⁶	0.0			
Y _{1-Teórica}	0.095279187689547	0.0			
Y _{2-Teórica}	0.18398608238809	0.0			
Y _{3-Teórica}	0.36139987178517	0.0			
Y _{4-Teórica}	0.62752055588079	0.0			
Y _{5-Teórica}	0.89364123997641	0.0			
U _{Lin}	4.1487379728664·10 ⁻³	0.0			
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 6584-Dioleína.smu		Page 13 of 14		

ASTM D 6584	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de Dioleína en B-100 metil ésteres de ácidos grasos			
Incertidumbre combinada debido a la pendiente y el intercepto en el origen y debido a la señal del instrumento para la muestra de ensayo.				
Results:				
Quantity	Value	Expanded Uncertainty	Coverage factor	Coverage
D _{ioleína}	0.0563 %	2.4 · 10 ⁻³ %	2.00	95% (normal)
Date: 12/07/2010 Ver.: Número 1		File: ASTM D 6584-Dioleína.smu		Page 14 of 14

ANEXO 5 PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA LA DETERMINACIÓN DE ELEMENTOS EN AGUA POR ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN ATÓMICA POR PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE.

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estándar para la determinación de elementos en agua por espectroscopia de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente	
<p>Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estándar para la determinación de elementos en agua por espectroscopia de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente</p> <p>Author: Diego Armando Torres Jaimes</p> <p>1. Objetivo</p> <p>Estimar la incertidumbre del método de ensayo estándar para la determinación de elementos en agua por espectroscopia de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente.</p> <p>2. Alcance del método de ensayo</p> <p>El método de ensayo estándar ASTM D 1976 cubre la determinación de elementos disueltos o totales recuperables en agua potable, aguas de superficie, aguas domésticas y aguas residuales industriales.</p> <p>3. Mensurando</p> <p>Concentración de Aluminio, arsénico, antimonio, berilio, boro, cadmio, cromo, cobalto, cobre, hierro, plomo, magnesio, manganeso, molibdeno, níquel, selenio, plata, talio, vanadio y zinc en aguas potables, de superficie, domésticas y aguas residuales industriales expresadas en ppm.</p> <div style="text-align: center; margin: 20px 0;"> <p>El diagrama muestra un eje horizontal etiquetado como C_{Fe}. Una línea diagonal ascendente representa la relación de calibración. Se indican varias fuentes de incertidumbre con flechas que apuntan a la línea de calibración o al eje C_{Fe}: R_p (intercepto), $I_{Linealidad}$ (pendiente), $S_{y/x}$ (dispersión de los datos), U_{Lin} (incertidumbre de la línea), W_i/W_s (incertidumbre de los pesos), $Inten_{mtra}$ (incertidumbre de la muestra), Y_i y X_i (valores de prueba y muestra), A y B (intercepto y pendiente de la muestra), y $C_{Elemento}$ (concentración del elemento).</p> </div> <p>Model Equation:</p> <p>{Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estándar para la determinación de elementos en agua por espectroscopia de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente}</p> <p>{Determinación de la concentración de hierro en agua}</p> $C_{Fe} = C_{Elemento} * R_p + I_{Linealidad}$		
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu	Page 1 of 16

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente	
<p>{Determinación de la incertidumbre en la preparación de los patrones de calibración}</p> <p>{Patrón de Calibración 1}</p> $X_1 = \text{Agua}_{\text{Desionizada}}$ <p>{Patrón de Calibración 2}</p> $X_2 = (C_{\text{Patron 2}} * V_{\text{Alicuota 2}}) / V_{\text{sin final 2}}$ $V_{\text{Alicuota 2}} = V_{N 2} * I_{\text{Temperatura 2}} * I_{\text{Micropipeta 2}}$ $V_{\text{sin final 2}} = V_{N 2-f} * I_{\text{Temperatura 2-f}} * I_{\text{Recip.Volumétrico 2}}$ <p>{Patrón de Calibración 3}</p> $X_3 = (C_{\text{Patron 3}} * V_{\text{Alicuota 3}}) / V_{\text{sin final 3}}$ $V_{\text{Alicuota 3}} = V_{N 3} * I_{\text{Temperatura 3}} * I_{\text{Micropipeta 3}}$ $V_{\text{sin final 3}} = V_{N 3-f} * I_{\text{Temperatura 3-f}} * I_{\text{Recip.Volumétrico 3}}$ <p>{Determinación de la incertidumbre en la linealidad}</p> <p>{Regresión Lineal $Y=A*X+B$}</p> $C_{\text{Elemento}} = (\text{Inten}_{\text{mtra}} - B) / A;$ $A = (n * \sum X_i Y_i - \sum X_i * \sum Y_i) / (n * \sum X_i^2 - \text{sqr}(\sum X_i));$ $B = (\sum Y_i - A * \sum X_i) / n;$ $X_{\text{Prom}} = (\sum X_i) / n;$ $Y_{\text{Prom}} = (\sum Y_i) / n;$ $\sum X_i Y_i = (X_1 * Y_1 + X_2 * Y_2 + X_3 * Y_3);$ $\sum X_i = (X_1 + X_2 + X_3);$ $\sum Y_i = (Y_1 + Y_2 + Y_3);$ $\sum X_i^2 = (X_1^2 + X_2^2 + X_3^2);$ $\sum Y_i^2 = (Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2);$ <p>{Determinación de el factor de correlación R^2}</p> $R_{\text{Cuadrado}} = (B * \sum Y_i + A * \sum X_i Y_i - n * \text{sqr}(Y_{\text{Prom}})) / (\sum Y_i^2 - n * \text{sqr}(Y_{\text{Prom}}));$ <p>{Determinación de la incertidumbre en la linealidad}</p>		
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu	Page 2 of 16

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopia de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente	
$U_{Lin}=(S_{y/x}/A)*\sqrt{((1/m)+(1/n))+((\text{sqr}(\text{Inten}_{\text{mtra}}-Y_{\text{Prom}}))/(\text{sqr}(A)*\Sigma Z))};$ $S_{y/x}=\sqrt{(\Sigma W/(n-2))};$ $\Sigma W=\text{sqr}(Y_1-Y_{1-\text{Teorica}})+\text{sqr}(Y_2-Y_{2-\text{Teorica}})+\text{sqr}(Y_3-Y_{3-\text{Teorica}});$ $\Sigma Z=\text{sqr}(X_1-X_{\text{Prom}})+\text{sqr}(X_2-X_{\text{Prom}})+\text{sqr}(X_3-X_{\text{Prom}});$ $Y_{1-\text{Teorica}}=A*X_1+B;$ $Y_{2-\text{Teorica}}=A*X_2+B;$ $Y_{3-\text{Teorica}}=A*X_3+B;$		
List of Quantities:		
Quantity	Unit	Definition
C _{Fe}	ppm	Concentración de hierro en agua
C _{Elemento}	ppm	Concentración del elemento a analizar en agua
R _p		Precisión a condiciones medias del método de ensayo
I _{Linealidad}		Incertidumbre en la linealidad
X ₁	ppm	Valor experimental del patrón de calibración de concentración cero (Agua desionizada) para la curva de calibración
Agua _{Desionizada}		Agua desionizada empleada como blanco para la calibración
X ₂	ppm	Valor experimental del patrón de concentración de 2 ppm para la curva de calibración
C _{Patron 2}	ppm	Concentración del patrón primario del cual se realiza la dilucion para el patrón
V _{Alicuota 2}	mL	Volúmen de la alícuota tomada del patrón primario para la preparación del patrón secundario
V _{sln final 2}	mL	Volúmen final de la dilución preparada
V _{N 2}	mL	Volúmen nominal de la alícuota tomada del patrón primario para la preparación del patrón secundario
I _{Temperatura 2}		Incertidumbre en la temperatura
I _{Micropipeta 2}		Incertidumbre en la micropipeta empleada para tomar las alícuota
V _{N 2-f}	mL	Volúmen nominal de la dilución preparada
I _{Temperatura 2-f}		Incertidumbre en la temperatura
I _{Recip.Volumétrico 2}		Incertidumbre en el balón aforado de fondo plano emleado para la preparación de los patrones
X ₃	ppm	Valor experimental del patrón de concentración de 5 ppm para la curva de calibración
C _{Patron 3}	ppm	Concentración del patrón primario del cual se realiza la dilucion para el patrón secundario
V _{Alicuota 3}	mL	Volúmen de la alícuota tomada del patrón primario para la preparación del patrón
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu	Page 3 of 16

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ASTM D 1976		Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente
Quantity	Unit	Definition
$V_{\text{sin final } 3}$	mL	Volúmen final de la dilución preparada
$V_{N\ 3}$	mL	Volúmen nominal de la alícuota tomada del patrón primario para la preparación del patrón secundario
$I_{\text{Temperatura } 3}$		Incertidumbre en la temperatura
$I_{\text{Micropipeta } 3}$		Incertidumbre en la pipeta empleada para la medición de la alícuota
$V_{N\ 3-f}$	mL	Volúmen nominal de la dilución preparada
$I_{\text{Temperatura } 3-f}$		Incertidumbre en la temperatura
$I_{\text{Recip. Volumétrico } 3}$		Incertidumbre en el balón aforado de fondo plano emleado para la preparación de los patrones
I_{entra}		Intensidad de hierro de la muestra a analizar
B		Intercepto de la ecuación lineal $Y=A*X+B$
A		Pendiente de la ecuación lineal $Y=A*X+B$
n		Número de datos para realizar la curva de calibración
$\sum XiYi$		Sumatoria del producto entre la intensidad y la concentración del elemento a analizar
$\sum Xi$		Sumatoria de los valores de la concentración del elemento a analizar
$\sum Yi$		Sumatoria de los valores de intensidad del elemento a analizar
$\sum Xi_{\text{Cuadrado}}$		Sumatoria de los valores de la concentración del elemento a analizar elevados al cuadrado
X_{Prom}		Promedio de los valores de la concentración del elemento a analizar
Y_{Prom}		Promedio de los valores de intensidad del elemento a analizar
Y_1		Valor experimental de la intensidad para el patron de calibración 1
Y_2		Valor experimental de la intensidad para el patron de calibración 2
Y_3		Valor experimental de la intensidad para el patron de calibración 3
$\sum Yi_{\text{Cuadrado}}$		Sumatoria de los valores de intensidad del elemento a analizar elevados al cuadrado
R_{Cuadrado}		Factor de Correlación de la ecuación lineal
U_{Lin}		Incertidumbre combinada debido a la pendiente y el intercepto en el origen y debido a la señal del instrumento para la muestra de ensayo.
$S_{y/x}$		Parámetro que representa los errores aleatorios en los valores de la pendiente y ordenada en el origen
m		Número de repeticiones de la medición de la muestra problema
$\sum Z$		Sumatoria de la diferencia entre los valores experimentales de concentración y el valor promedio, elevados al cuadrado
$\sum W$		Sumatoria de la diferencia entre los valores experimentales de intensidad y los valores teóricos, elevados al cuadrado
$Y_{1\text{-Teorica}}$		Valor teórico de la intensidad para el patron de calibración 1
$Y_{2\text{-Teorica}}$		Valor teórico de la intensidad para el patron de calibración 2
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu	Page 4 of 16

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente		
Quantity	Unit	Definition	
Y _{3-Teorica}		Valor teórico de la intensidad para el patron de calibración 3	
C_{Elemento} : Interim Result			
Concentración del elemento a analizar en agua			
R_p : Type A summarized Mean: 1 Standard Uncertainty: 0.0141421356 Degrees of Freedom: 7			
Precisión a condiciones medias del método de ensayo obtenido de la carta de control. La desviación estandar fue de 0.04, por lo tanto, la incertidumbre estandar se obtiene tomando la desviación estandar dividida sobre la raíz cuadrada del número de datos (8).			
Nota: Los grados de libertad no modifica los cálculos realizados. Se calculan tomando el número de datos y se resta la unidad (n-1).			
I_{Linealidad} : Type A summarized Mean: 0 Standard Uncertainty: 0.119 Degrees of Freedom: 2			
Incertidumbre en la Linealidad. Esta incertidumbre es calculada a partir del resultado del parámetro denominado U _{Lin} y se debe sumar al valor final de la concentración del elemento a analizar.			
X₁ : Interim Result			
Valor experimental del patrón de calibración de concentración cero (Agua desionizada) para la curva de calibración			
Agua_{Desionizada} : Constant Value: 0			
Agua desionizada emplada como blanco para la calibración			
X₂ : Interim Result			
Valor experimental del patrón de concentración de 2 ppm para la curva de calibración			
C_{Patron 2} : Constant Value: 100 ppm			
Concentración del patrón primario del cual se realiza la dilucion para el patrón			
V_{Alicuota 2} : Interim Result			
Volúmen de la alícuota tomada del patrón primario para la preparación del patrón secundario			
V_{sin final 2} : Interim Result			
Volúmen final de la dilución preparada			
Date: 12/06/2010	File: Hierro.smu	Page 5 of 16	
Ver.: Número 1			

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente	
<p>V_{N2}: Constant Value: 1 mL Volúmen nominal de la alícuota tomada del patrón primario para la preparación del patrón secundario</p> <p>I_{Temperatura 2}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.00063 La incertidumbre estandar de la temperatura se obtiene a partir del producto entre el coeficiente de expansión del agua ($2.1 \cdot 10^{-4}$), el volúmen nominal utilizado y una posible variación de la temperatura de mas o menos 3 con una confiabilidad del 95%. Como es una confiabilidad del 95% se debería dividir por 1.96, valor que es obtenido a partir de la tabla de t-student, pero también se puede considerar como una distribución rectangular (tomado de ejemplos de EURACHEM) debido a que es un factor multiplicativo del volúmen nominal. Nota: Como el valor ingresado es 1, se debe dividir éste factor por el volúmen nominal para hacer la conversión.</p> <p>I_{Micropipeta 2}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.023195 Incertidumbre en la micropipeta empleada para tomar las alícuota. Ésta incertidumbre es obtenida de una serie de mediciones de validación realizadas por el Tecnico el área de espectroscopía.</p> <p>V_{N2-f}: Constant Value: 50 mL Volúmen nominal de la dilución preparada</p> <p>I_{Temperatura 2-f}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.00063 La incertidumbre estandar de la temperatura se obtiene a partir del producto entre el coeficiente de expansión del agua ($2.1 \cdot 10^{-4}$), el volúmen nominal utilizado y una posible variación de la temperatura de mas o menos 3 con una confiabilidad del 95%. Como es una confiabilidad del 95% se debería dividir por 1.96, valor que es obtenido a partir de la tabla de t-student, pero también se puede considerar como una distribución rectangular (tomado de ejemplos de EURACHEM) debido a que es un factor multiplicativo del volúmen nominal. Nota: Como el valor ingresado es 1, se debe dividir éste factor por el volúmen nominal para hacer la conversión.</p> <p>I_{Recip.Volumétrico 2}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.001 Incertidumbre en el balón aforado de fondo plano empleado para la preparación de los patrones. El intervalo de tolerancia es reportada por el fabricante. El volúmen del recipiente es de 50mL, por lo tanto se ebe dividir la incertidumbre sobre el volúmen del balón.</p> <p>X₃: Interim Result Valor experimental del patrón de concentración de 5 ppm para la curva de calibración</p>		
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu	Page 6 of 16

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopia de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente	
<p>C_{Patron 3}: Constant Value: 100 ppm Concentración del patrón primario del cual se realiza la dilucion para el patrón secundario</p> <p>V_{Alicuota 3}: Interim Result Volúmen de la alícuota tomada del patrón primario para la preparación del patrón</p> <p>V_{sln final 3}: Interim Result Volúmen final de la dilución preparada</p> <p>V_{N 3}: Constant Value: 2.5 mL Volúmen nominal de la alícuota tomada del patrón primario para la preparación del patrón secundario</p> <p>I_{Temperatura 3}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.00063 La incertidumbre estandar de la temperatura se obtiene a partir del producto entre el coeficiente de expansión del agua ($2.1 \cdot 10^{-4}$), el volúmen nominal utilizado y una posible variación de la temperatura de mas o menos 3 con una confiabilidad del 95%. Como es una confiabilidad del 95% se debería dividir por 1.96, valor que es obtenido a partir de la tabla de t-student, pero también se puede considerar como una distribución rectangular (tomado de ejemplos de EURACHEM) debido a que es un factor multiplicativo del volúmen nominal. Nota: Como el valor ingresado es 1, se debe dividir éste factor por el volúmen nominal para hacer la conversión.</p> <p>I_{Micropipeta 3}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.023195 Incertidumbre en la micropipeta empleada para tomar las alícuota. Ésta incertidumbre es obtenida de una serie de mediciones de validación realizadas por el Tecnico el área de espectroscopia.</p> <p>V_{N 3-1}: Constant Value: 50 mL Volúmen nominal de la dilución preparada</p> <p>I_{Temperatura 3-1}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.00063 La incertidumbre estandar de la temperatura se obtiene a partir del producto entre el coeficiente de expansión del agua ($2.1 \cdot 10^{-4}$), el volúmen nominal utilizado y una posible variación de la temperatura de mas o menos 3 con una confiabilidad del 95%. Como es una confiabilidad del 95% se debería dividir por 1.96, valor que es obtenido a partir de la tabla de t-student, pero también se puede considerar como una distribución rectangular (tomado de ejemplos de EURACHEM) debido a que es un factor multiplicativo del volúmen nominal. Nota: Como el valor ingresado es 1, se debe dividir éste factor por el volúmen nominal para hacer la conversión.</p>		
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu	Page 7 of 16

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopia de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente	
<p>I_{Recip.Volumétrico 3}: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.001</p> <p>Incertidumbre en el balón aforado de fondo plano emleado para la preparación de los patrones. El intervalo de tolerancia es reportada por el fabricante. El volúmen del recipiente es de 50mL, por lo tanto se ebe dividir la incertidumbre sobre el volúmn del balón.</p> <p>Inten_{mtra}: Constant Value: 59506.2</p> <p>Intensidad de hierro de la muestra a analizar</p> <p>B: Interim Result Intercepto de la ecuación lineal $Y=A*X+B$, obtenida de la regresión lineal</p> <p>A: Interim Result Pendiente de la ecuación lineal $Y=A*X+B$, obtenida de la regresión lineal</p> <p>n: Constant Value: 3</p> <p>Número de datos para realizar la curva de calibración</p> <p>$\Sigma XiYi$: Interim Result Sumatoria del producto entre la intensidad y la concentración del elemento a analizar</p> <p>ΣXi: Interim Result Sumatoria de los valores de la concentración del elemento a analizar</p> <p>ΣYi: Interim Result Promedio de los valores de intensidad del elemento a analizar</p> <p>ΣXi^2: Interim Result Sumatoria de los valores de la concentración del elemento a analizar elevados al cuadrado</p> <p>X_{Prom}: Interim Result Promedio de los valores de la concentración del elemento a analizar</p> <p>Y_{Prom}: Interim Result Promedio de los valores de intensidad del elemento a analizar</p> <p>Y_1: Constant Value: 32.8</p> <p>Valor experimental de la intensidad para el patron de calibración 1</p>		
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu	Page 8 of 16

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente	
<p>Y₂: Constant Value: 27008.0 Valor experimental de la intensidad para el patron de calibración 2</p> <p>Y₃: Constant Value: 63921.9 Valor experimental de la intensidad para el patron de calibración 3</p> <p>ΣY_i²_{Cuadrado}: Interim Result Sumatoria de los valores de intensidad del elemento a analizar elevados al cuadrado</p> <p>S_{y/x}: Interim Result Parámetro que representa los errores aleatorios en los valores de la pendiente y ordenada en el origen</p> <p>m: Constant Value: 1 Número de repeticiones de la medición de la muestra problema</p> <p>ΣZ: Interim Result Sumatoria de la diferencia entre los valores experimentales de concentración y el valor promedio, elevados al cuadrado</p> <p>ΣW: Interim Result Sumatoria de la diferencia entre los valores experimentales de intensidad y los valores teóricos, elevados al cuadrado</p> <p>Y_{1-Teorica}: Interim Result Valor teórico de la intensidad para el patron de calibración 1</p> <p>Y_{2-Teorica}: Interim Result Valor teórico de la intensidad para el patron de calibración 2</p> <p>Y_{3-Teorica}: Interim Result Valor teórico de la intensidad para el patron de calibración 3</p>		
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu	Page 9 of 16

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente	
Interim Results:		
Quantity	Value	Standard Uncertainty
C _{Elemento}	4.6241 ppm	0.0555 ppm
X ₂	2.0000 ppm	0.0268 ppm
V _{Alicuota 2}	1.0000 mL	0.0134 mL
V _{sin final 2}	50.0000 mL	0.0341 mL
X ₃	5.0000 ppm	0.0671 ppm
V _{Alicuota 3}	2.5000 mL	0.0335 mL
V _{sin final 3}	50.0000 mL	0.0341 mL
B	593	197
A	12740	182
ΣXiYi	373.63·10 ³	4350
ΣXi	7.0000	0.0722
ΣXi ²	29.0000	0.679
X _{Prom}	2.3333	0.0241
S _{y/x}	1151	392
ΣZ	12.667	0.358
ΣW	1.326·10 ⁶	901·10 ³
Y _{1-Teorica}	593	197
Y _{2-Teorica}	26074	317
Y _{3-Teorica}	64295	120
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu	Page 10 of 16

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente																																																																																																																																																																																																								
<p>Uncertainty Budgets:</p> <p>C_{Fe}²⁺: Concentración de hierro en agua</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Quantity</th> <th>Value</th> <th>Standard Uncertainty</th> <th>Distribution</th> <th>Uncertainty Contribution</th> <th>Index</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>C_{Elemento}</td> <td>4.6241 ppm</td> <td>0.0555 ppm</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>R_p</td> <td>1.0000</td> <td>0.0141</td> <td>normal</td> <td>0.065 ppm</td> <td>19.9 %</td> </tr> <tr> <td>I_{Linealidad}</td> <td>0.0</td> <td>0.119</td> <td>normal</td> <td>0.12 ppm</td> <td>65.8 %</td> </tr> <tr> <td>X₁</td> <td>0.0 ppm</td> <td>0.0 ppm</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Agua_{Desionizada}</td> <td>0.0</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>X₂</td> <td>2.0000 ppm</td> <td>0.0268 ppm</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>C_{Patron 2}</td> <td>100.0 ppm</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>V_{Alicuota 2}</td> <td>1.0000 mL</td> <td>0.0134 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>V_{sin final 2}</td> <td>50.0000 mL</td> <td>0.0341 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>V_{N 2}</td> <td>1.0 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>I_{Temperatura 2}</td> <td>1.000000</td> <td>364·10⁻⁶</td> <td>rectangular</td> <td>190·10⁻⁶ ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>I_{Micropipeta 2}</td> <td>1.0000</td> <td>0.0134</td> <td>rectangular</td> <td>7.0·10⁻³ ppm</td> <td>0.2 %</td> </tr> <tr> <td>V_{N 2-f}</td> <td>50.0 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>I_{Temperatura 2-f}</td> <td>1.000000</td> <td>364·10⁻⁶</td> <td>rectangular</td> <td>-190·10⁻⁶ ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>I_{Recip.Volumétrico 2}</td> <td>1.000000</td> <td>577·10⁻⁶</td> <td>rectangular</td> <td>-300·10⁻⁶ ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>X₃</td> <td>5.0000 ppm</td> <td>0.0671 ppm</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>C_{Patron 3}</td> <td>100.0 ppm</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>V_{Alicuota 3}</td> <td>2.5000 mL</td> <td>0.0335 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>V_{sin final 3}</td> <td>50.0000 mL</td> <td>0.0341 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>V_{N 3}</td> <td>2.5 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>I_{Temperatura 3}</td> <td>1.000000</td> <td>364·10⁻⁶</td> <td>rectangular</td> <td>1.5·10⁻³ ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>I_{Micropipeta 3}</td> <td>1.0000</td> <td>0.0134</td> <td>rectangular</td> <td>0.055 ppm</td> <td>14.0 %</td> </tr> <tr> <td>V_{N 3-f}</td> <td>50.0 mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>I_{Temperatura 3-f}</td> <td>1.000000</td> <td>364·10⁻⁶</td> <td>rectangular</td> <td>-1.5·10⁻³ ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>I_{Recip.Volumétrico 3}</td> <td>1.000000</td> <td>577·10⁻⁶</td> <td>rectangular</td> <td>-2.4·10⁻³ ppm</td> <td>0.0 %</td> </tr> <tr> <td>Inten_{mtra}</td> <td>59506.2</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>B</td> <td>593</td> <td>197</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>12740</td> <td>182</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>n</td> <td>3.0</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>ΣXiYi</td> <td>373.63·10³</td> <td>4350</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>ΣXi</td> <td>7.0000</td> <td>0.0722</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>ΣYi</td> <td>90962.7</td> <td>0.0</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>				Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index	C _{Elemento}	4.6241 ppm	0.0555 ppm				R _p	1.0000	0.0141	normal	0.065 ppm	19.9 %	I _{Linealidad}	0.0	0.119	normal	0.12 ppm	65.8 %	X ₁	0.0 ppm	0.0 ppm				Agua _{Desionizada}	0.0					X ₂	2.0000 ppm	0.0268 ppm				C _{Patron 2}	100.0 ppm					V _{Alicuota 2}	1.0000 mL	0.0134 mL				V _{sin final 2}	50.0000 mL	0.0341 mL				V _{N 2}	1.0 mL					I _{Temperatura 2}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	190·10 ⁻⁶ ppm	0.0 %	I _{Micropipeta 2}	1.0000	0.0134	rectangular	7.0·10 ⁻³ ppm	0.2 %	V _{N 2-f}	50.0 mL					I _{Temperatura 2-f}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-190·10 ⁻⁶ ppm	0.0 %	I _{Recip.Volumétrico 2}	1.000000	577·10 ⁻⁶	rectangular	-300·10 ⁻⁶ ppm	0.0 %	X ₃	5.0000 ppm	0.0671 ppm				C _{Patron 3}	100.0 ppm					V _{Alicuota 3}	2.5000 mL	0.0335 mL				V _{sin final 3}	50.0000 mL	0.0341 mL				V _{N 3}	2.5 mL					I _{Temperatura 3}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	1.5·10 ⁻³ ppm	0.0 %	I _{Micropipeta 3}	1.0000	0.0134	rectangular	0.055 ppm	14.0 %	V _{N 3-f}	50.0 mL					I _{Temperatura 3-f}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-1.5·10 ⁻³ ppm	0.0 %	I _{Recip.Volumétrico 3}	1.000000	577·10 ⁻⁶	rectangular	-2.4·10 ⁻³ ppm	0.0 %	Inten _{mtra}	59506.2					B	593	197				A	12740	182				n	3.0					ΣXiYi	373.63·10 ³	4350				ΣXi	7.0000	0.0722				ΣYi	90962.7	0.0			
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index																																																																																																																																																																																																				
C _{Elemento}	4.6241 ppm	0.0555 ppm																																																																																																																																																																																																							
R _p	1.0000	0.0141	normal	0.065 ppm	19.9 %																																																																																																																																																																																																				
I _{Linealidad}	0.0	0.119	normal	0.12 ppm	65.8 %																																																																																																																																																																																																				
X ₁	0.0 ppm	0.0 ppm																																																																																																																																																																																																							
Agua _{Desionizada}	0.0																																																																																																																																																																																																								
X ₂	2.0000 ppm	0.0268 ppm																																																																																																																																																																																																							
C _{Patron 2}	100.0 ppm																																																																																																																																																																																																								
V _{Alicuota 2}	1.0000 mL	0.0134 mL																																																																																																																																																																																																							
V _{sin final 2}	50.0000 mL	0.0341 mL																																																																																																																																																																																																							
V _{N 2}	1.0 mL																																																																																																																																																																																																								
I _{Temperatura 2}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	190·10 ⁻⁶ ppm	0.0 %																																																																																																																																																																																																				
I _{Micropipeta 2}	1.0000	0.0134	rectangular	7.0·10 ⁻³ ppm	0.2 %																																																																																																																																																																																																				
V _{N 2-f}	50.0 mL																																																																																																																																																																																																								
I _{Temperatura 2-f}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-190·10 ⁻⁶ ppm	0.0 %																																																																																																																																																																																																				
I _{Recip.Volumétrico 2}	1.000000	577·10 ⁻⁶	rectangular	-300·10 ⁻⁶ ppm	0.0 %																																																																																																																																																																																																				
X ₃	5.0000 ppm	0.0671 ppm																																																																																																																																																																																																							
C _{Patron 3}	100.0 ppm																																																																																																																																																																																																								
V _{Alicuota 3}	2.5000 mL	0.0335 mL																																																																																																																																																																																																							
V _{sin final 3}	50.0000 mL	0.0341 mL																																																																																																																																																																																																							
V _{N 3}	2.5 mL																																																																																																																																																																																																								
I _{Temperatura 3}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	1.5·10 ⁻³ ppm	0.0 %																																																																																																																																																																																																				
I _{Micropipeta 3}	1.0000	0.0134	rectangular	0.055 ppm	14.0 %																																																																																																																																																																																																				
V _{N 3-f}	50.0 mL																																																																																																																																																																																																								
I _{Temperatura 3-f}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-1.5·10 ⁻³ ppm	0.0 %																																																																																																																																																																																																				
I _{Recip.Volumétrico 3}	1.000000	577·10 ⁻⁶	rectangular	-2.4·10 ⁻³ ppm	0.0 %																																																																																																																																																																																																				
Inten _{mtra}	59506.2																																																																																																																																																																																																								
B	593	197																																																																																																																																																																																																							
A	12740	182																																																																																																																																																																																																							
n	3.0																																																																																																																																																																																																								
ΣXiYi	373.63·10 ³	4350																																																																																																																																																																																																							
ΣXi	7.0000	0.0722																																																																																																																																																																																																							
ΣYi	90962.7	0.0																																																																																																																																																																																																							
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu		Page 11 of 16																																																																																																																																																																																																						

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente				
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
ΣX_i^2 Cuadrado	29.000	0.679			
Y_1	32.8				
Y_2	27008.0				
Y_3	63921.9				
C_{Fe}	4.624 ppm	0.147 ppm			
Concentración de hierro en agua					
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1		File: Hierro.smu			Page 12 of 16

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopia de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente				
R^{Cuadrado}: Factor de Correlación de la ecuación lineal					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
X ₁	0.0 ppm	0.0 ppm			
Agua _{Desionizada}	0.0				
X ₂	2.0000 ppm	0.0268 ppm			
C _{Patron 2}	100.0 ppm				
V _{Alicuota 2}	1.0000 mL	0.0134 mL			
V _{sin final 2}	50.0000 mL	0.0341 mL			
V _{N2}	1.0 mL				
I _{Temperatura 2}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	8.4·10 ⁻⁶	0.0 %
I _{Micropipeta 2}	1.0000	0.0134	rectangular	310·10 ⁻⁶	50.0 %
V _{N 2-f}	50.0 mL				
I _{Temperatura 2-f}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-8.4·10 ⁻⁶	0.0 %
I _{Recip.Volumétrico 2}	1.000000	577·10 ⁻⁶	rectangular	-13·10 ⁻⁶	0.0 %
X ₃	5.0000 ppm	0.0671 ppm			
C _{Patron 3}	100.0 ppm				
V _{Alicuota 3}	2.5000 mL	0.0335 mL			
V _{sin final 3}	50.0000 mL	0.0341 mL			
V _{N3}	2.5 mL				
I _{Temperatura 3}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-8.4·10 ⁻⁶	0.0 %
I _{Micropipeta 3}	1.0000	0.0134	rectangular	-310·10 ⁻⁶	49.7 %
V _{N 3-f}	50.0 mL				
I _{Temperatura 3-f}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	8.4·10 ⁻⁶	0.0 %
I _{Recip.Volumétrico 3}	1.000000	577·10 ⁻⁶	rectangular	13·10 ⁻⁶	0.0 %
B	593	197			
A	12740	182			
n	3.0				
ΣXiYi	373.63·10 ³	4350			
ΣXi	7.0000	0.0722			
ΣYi	90962.7	0.0			
ΣXi ^{Cuadrado}	29.000	0.679			
Y _{Prom}	30320.9	0.0			
Y ₁	32.8				
Y ₂	27008.0				
Y ₃	63921.9				
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu		Page 13 of 16		

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente				
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
ΣY_i^2 Cuadrado	4.81544243945 · 10 ⁹	0.0			
R^2 Cuadrado	0.999356	438 · 10 ⁻⁶			
Factor de Correlación de la ecuación lineal					
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1		File: Hierro.smu			Page 14 of 16

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente				
U_{Lin}: Incertidumbre combinada debido a la pendiente y el intercepto en el origen y debido a la señal del instrumento para la muestra de ensayo.					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
X ₁	0.0 ppm	0.0 ppm			
Agua Desionizada	0.0				
X ₂	2.0000 ppm	0.0268 ppm			
C _{Patron 2}	100.0 ppm				
V _{Alicuota 2}	1.0000 mL	0.0134 mL			
V _{sin final 2}	50.0000 mL	0.0341 mL			
V _{N 2}	1.0 mL				
I _{Temperatura 2}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-780·10 ⁻⁶	0.0 %
I _{Micropipeta 2}	1.0000	0.0134	rectangular	-0.029	47.1 %
V _{N 2-f}	50.0 mL				
I _{Temperatura 2-f}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	780·10 ⁻⁶	0.0 %
I _{Recip.Volumétrico 2}	1.000000	577·10 ⁻⁶	rectangular	1.2·10 ⁻³	0.0 %
X ₃	5.0000 ppm	0.0671 ppm			
C _{Patron 3}	100.0 ppm				
V _{Alicuota 3}	2.5000 mL	0.0335 mL			
V _{sin final 3}	50.0000 mL	0.0341 mL			
V _{N 3}	2.5 mL				
I _{Temperatura 3}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	830·10 ⁻⁶	0.0 %
I _{Micropipeta 3}	1.0000	0.0134	rectangular	0.030	52.5 %
V _{N 3-f}	50.0 mL				
I _{Temperatura 3-f}	1.000000	364·10 ⁻⁶	rectangular	-830·10 ⁻⁶	0.0 %
I _{Recip.Volumétrico 3}	1.000000	577·10 ⁻⁶	rectangular	-1.3·10 ⁻³	0.0 %
Inten _{mtra}	59506.2				
B	593	197			
A	12740	182			
n	3.0				
ΣXiYi	373.63·10 ³	4350			
ΣXi	7.0000	0.0722			
ΣYi	90962.7	0.0			
ΣXiCuadrado	29.000	0.679			
X _{Prom}	2.3333	0.0241			
Y _{Prom}	30320.9	0.0			
Y ₁	32.8				
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu				Page 15 of 16

ASTM D 1976	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la determinación de elementos en agua por espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente				
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
Y ₂	27008.0				
Y ₃	63921.9				
S _{y/x}	1151	392			
m	1.0				
ΣZ	12.667	0.358			
ΣW	1.326·10 ⁶	901·10 ³			
Y _{1-Teorica}	593	197			
Y _{2-Teorica}	26074	317			
Y _{3-Teorica}	64295	120			
U _{Lin}	0.1195	0.0420			

Incertidumbre combinada debido a la pendiente y el intercepto en el origen y debido a la señal del instrumento para la muestra de ensayo.

Results:

Quantity	Value	Expanded Uncertainty	Coverage factor	Coverage
C _{Fe}	4.62 ppm	0.29 ppm	2.00	95% (normal)

Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: Hierro.smu	Page 16 of 16
------------------------------------	------------------	---------------

ANEXO 6 PROCEDIMIENTO PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA LA DESTILACIÓN DE PRODUCTOS DEL PETRÓLEO A PRESIÓN ATMOSFÉRICA.

ASTM D 086	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica	
<p>Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica</p> <p>Author: Diego Armando Torres Jaimes</p> <p>1. Objetivo</p> <p>Estimar la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica.</p> <p>2. Alcance del método de ensayo</p> <p>El método de ensayo estándar ASTM D 086 cubre la destilación atmosférica de productos del petróleo mediante una unidad de destilación de laboratorio con el fin de determinar cuantitativamente los rangos de ebullición de productos tales como destilados liviano y medio, combustibles para máquinas de ignición por chispa con o sin oxigenados, gasolina de aviación, turbo combustibles de aviación, diesel, mezclas biodiesel hasta el 20 %, diesel marino, disolventes alifáticos, naftas, querosenos y combustóleos grados 1 y 2.</p> <p>3. Mensurando</p> <p>Temperaturas de destilación de productos del petróleo a presión atmosférica mediante una destilación simple. Las temperaturas de ebullición observadas en un termómetro de inmersión parcial se corrigen a presión atmosférica estándar para obtener las verdaderas temperaturas de ebullición.</p> <div style="text-align: center; margin: 10px 0;"> </div> <p>Model Equation:</p> <p>{Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica}</p> <p>{Determinación de la incertidumbre en el ΔT_i de la ecuación de Sidney-Young para la corrección de cada</p>		
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu	Page 1 of 13

Generated with GUM Workbench Pro Version 2.4.1.376

ASTM D 086	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica	
<p>lectura de temperatura}</p> <p>{Determinación de la incertidumbre en la temperatura del punto inicial de ebullición}</p> $\Delta T_i = 0.00012 * (t_i + 460) * (760 - P_{\text{Barom}});$ $T_i = t_i + \Delta T_i + R_p;$ <p>{Determinación de la incertidumbre en la temperatura del punto final de ebullición}</p> $\Delta T_f = 0.00012 * (t_f + 460) * (760 - P_{\text{Barom}});$ $T_f = t_f + \Delta T_f + R_p;$ <p>{Determinación de la incertidumbre en la temperatura de ebullición para el 1% de volúmen recuperado}</p> $\Delta T_1 = 0.00012 * (t_1 + 460) * (760 - P_{\text{Barom}}) * I_{V_i};$ $T_1 = t_1 + \Delta T_1 + R_p;$ <p>{Determinación de la incertidumbre en la temperatura de ebullición para el 5% de volúmen recuperado}</p> $\Delta T_5 = 0.00012 * (t_5 + 460) * (760 - P_{\text{Barom}}) * I_{V_i};$ $T_5 = t_5 + \Delta T_5 + R_p;$ <p>{Determinación de la incertidumbre en la temperatura de ebullición para el 10% de volúmen recuperado}</p> $\Delta T_{10} = 0.00012 * (t_{10} + 460) * (760 - P_{\text{Barom}}) * I_{V_i};$ $T_{10} = t_{10} + \Delta T_{10} + R_p;$ <p>{Determinación de la incertidumbre en la temperatura de ebullición para el 30% de volúmen recuperado}</p> $\Delta T_{30} = 0.00012 * (t_{30} + 460) * (760 - P_{\text{Barom}}) * I_{V_i};$ $T_{30} = t_{30} + \Delta T_{30} + R_p;$ <p>{Determinación de la incertidumbre en la temperatura de ebullición para el 50% de volúmen recuperado}</p> $\Delta T_{50} = 0.00012 * (t_{50} + 460) * (760 - P_{\text{Barom}}) * I_{V_i};$ $T_{50} = t_{50} + \Delta T_{50} + R_p;$ <p>{Determinación de la incertidumbre en la temperatura de ebullición para el 70% de volúmen recuperado}</p> $\Delta T_{70} = 0.00012 * (t_{70} + 460) * (760 - P_{\text{Barom}}) * I_{V_i};$ $T_{70} = t_{70} + \Delta T_{70} + R_p;$ <p>{Determinación de la incertidumbre en la temperatura de ebullición para el 90% de volúmen recuperado}</p>		
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu	Page 2 of 13

ASTM D 086	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica	
$\Delta T_{90} = 0.00012 \cdot (t_{90} + 460) \cdot (760 - P_{Barom}) \cdot I_V;$ $T_{90} = t_{90} + \Delta T_{90} + R_p;$ <p>{Determinación de la incertidumbre en la temperatura de ebullición para el 95% de volumen recuperado}</p> $\Delta T_{95} = 0.00012 \cdot (t_{95} + 460) \cdot (760 - P_{Barom}) \cdot I_V;$ $T_{95} = t_{95} + \Delta T_{95} + R_p;$		
List of Quantities:		
Quantity	Unit	Definition
ΔT_i	°F	Corrección de la temperatura de ebullición inicial de la muestra con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo
t_i	°F	Temperatura inicial de ebullición observada
P_{Barom}	mm de Hg	Presión barométrica del lugar donde se realiza la destilación
T_i	°F	Temperatura inicial de ebullición corregida
R_p		Precisión a condiciones medias del método de ensayo
ΔT_f	°F	Corrección de la temperatura de ebullición final de la muestra con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo
t_f	°F	Temperatura final de ebullición observada
T_f	°F	Temperatura final de ebullición corregida
ΔT_1	°F	Corrección de la temperatura de ebullición para el 1% de volumen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo
t_1	°F	Temperatura de ebullición observada del 1% de volumen destilado
I_V		Incertidumbre en el volumen de la muestra analizada
T_1	°F	Temperatura de ebullición corregida del 1% de volumen destilado
ΔT_5	°F	Corrección de la temperatura de ebullición para el 5% de volumen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo
t_5	°F	Temperatura de ebullición observada del 5% de volumen destilado
T_5	°F	Temperatura de ebullición corregida del 5% de volumen destilado
ΔT_{10}	°F	Corrección de la temperatura de ebullición para el 10% de volumen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo
t_{10}	°F	Temperatura de ebullición observada del 10% de volumen destilado
T_{10}	°F	Temperatura de ebullición corregida del 10% de volumen destilado
ΔT_{30}	°F	Corrección de la temperatura de ebullición para el 30% de volumen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo
t_{30}	°F	Temperatura de ebullición observada del 30% de volumen destilado
T_{30}	°F	Temperatura de ebullición corregida del 30% de volumen destilado
ΔT_{50}	°F	Corrección de la temperatura de ebullición para el 50% de volumen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu	Page 3 of 13

Quantity	Unit	Definition
t_{50}	°F	Temperatura de ebullición observada del 50% de volumen destilado
T_{50}	°F	Temperatura de ebullición corregida del 50% de volumen destilado
ΔT_{70}	°F	Corrección de la temperatura de ebullición para el 70% de volumen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo
t_{70}	°F	Temperatura de ebullición observada del 70% de volumen destilado
T_{70}	°F	Temperatura de ebullición corregida del 70% de volumen destilado
ΔT_{90}	°F	Corrección de la temperatura de ebullición para el 90% de volumen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo
t_{90}	°F	Temperatura de ebullición observada del 90% de volumen destilado
T_{90}	°F	Temperatura de ebullición corregida del 90% de volumen destilado
ΔT_{95}	°F	Corrección de la temperatura de ebullición para el 95% de volumen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo
t_{95}	°F	Temperatura de ebullición observada del 95% de volumen destilado
T_{95}	°F	Temperatura de ebullición corregida del 95% de volumen destilado

ΔT_i : Interim Result

Corrección de la temperatura de ebullición inicial de la muestra con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo. La muestra corresponde a un Jet A1 del tanque K 0945.

t_i : Type A
Method of observation: Direct
Number of observations: 5

No.	Observation
1	297.1 °F
2	298.2 °F
3	293.4 °F
4	296.8 °F
5	294.8 °F

Arithmetic Mean: 296.060 °F
Standard Deviation: 1.9 °F
Standard Uncertainty: 0.862 °F

Temperatura inicial de ebullición observada

P_{Barom} : Type A summarized
Mean: 755.5 mm de Hg
Standard Uncertainty: 0.10433 mm de Hg
Degrees of Freedom: 7

Presión barométrica del lugar donde se realiza la destilación. El valor promedio de la presión barométrica en el sitio de trabajo es de 755.5 con una incertidumbre estandar de 0.10433. Este valor es reportado por metrología y corresponde al destilador AE 37131.

Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu	Page 4 of 13
------------------------------------	----------------------	--------------

ASTM D 086	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica													
<p>Nota: Los grados de libertad no modifica los cálculos realizados. Se calculan tomando el número de datos y se resta la unidad (n-1).</p> <p>R_p: Type A summarized Mean: 0 Standard Uncertainty: 0.002939 Degrees of Freedom: 5</p> <p>Precisión a condiciones medias del método de ensayo obtenida de la carta de control. La desviación estandar fue de 0.0072, por lo tanto, la incertidumbre estandar se obtiene tomando la desviación estandar dividida sobre la raíz cuadrada del número de datos (6).</p> <p>Nota: Los grados de libertad no modifica los cálculos realizados. Se calculan tomando el número de datos y se resta la unidad (n-1).</p> <p>ΔT_i: Interim Result</p> <p>Corrección de la temperatura de ebullición ifinal de la muestra con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo</p> <p>t_i: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 5</p> <table border="1" data-bbox="628 947 884 1131"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>495.9 °F</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>499.6 °F</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>498.0 °F</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>498.2 °F</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>495.3 °F</td> </tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 497.400 °F Standard Deviation: 1.8 °F Standard Uncertainty: 0.791 °F</p> <p>Temperatura final de ebullición observada</p> <p>ΔT_i: Interim Result</p> <p>Corrección de la temperatura de ebullición para el 1% de volúmen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo</p>			No.	Observation	1	495.9 °F	2	499.6 °F	3	498.0 °F	4	498.2 °F	5	495.3 °F
No.	Observation													
1	495.9 °F													
2	499.6 °F													
3	498.0 °F													
4	498.2 °F													
5	495.3 °F													
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu	Page 5 of 13												

ASTM D 086	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica																									
<p>t₁: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 5</p> <table border="1" data-bbox="628 539 884 723"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>309.6 °F</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>309.0 °F</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>307.8 °F</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>307.9 °F</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>307.9 °F</td> </tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 308.440 °F Standard Deviation: 0.81 °F Standard Uncertainty: 0.364 °F</p> <p>Temperatura de ebullición observada del 1% de volúmen destilado</p> <p>t_v: Type B rectangular distribution Value: 1 Halfwidth of Limits: 0.000406</p> <p>Incertidumbre en el volumen de la muestra analizada. La incertidumbre del recipiente volumétrico (Probeta) de 100 mL es 0.0406 reportada por metrología. Como el valor nominal es 1 se debe dividir la incertidumbre sobre el volúmen total del recipiente.</p> <p>ΔT₅: Interim Result Corrección de la temperatura de ebullición para el 5% de volúmen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo</p> <p>t₅: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 5</p> <table border="1" data-bbox="628 1184 884 1368"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>319.1 °F</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>319.6 °F</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>318.6 °F</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>319.3 °F</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>321.8 °F</td> </tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 319.680 °F Standard Deviation: 1.2 °F Standard Uncertainty: 0.554 °F</p> <p>Temperatura de ebullición observada del 5% de volúmen destilado</p> <p>ΔT₁₀: Interim Result Corrección de la temperatura de ebullición para el 10% de volúmen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo</p>			No.	Observation	1	309.6 °F	2	309.0 °F	3	307.8 °F	4	307.9 °F	5	307.9 °F	No.	Observation	1	319.1 °F	2	319.6 °F	3	318.6 °F	4	319.3 °F	5	321.8 °F
No.	Observation																									
1	309.6 °F																									
2	309.0 °F																									
3	307.8 °F																									
4	307.9 °F																									
5	307.9 °F																									
No.	Observation																									
1	319.1 °F																									
2	319.6 °F																									
3	318.6 °F																									
4	319.3 °F																									
5	321.8 °F																									
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu	Page 6 of 13																								

ASTM D 086	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica																									
<p>t₁₀: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 5</p> <table border="1" data-bbox="628 539 884 723"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>329.0 °F</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>329.2 °F</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>329.4 °F</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>329.2 °F</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>331.7 °F</td> </tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 329.700 °F Standard Deviation: 1.1 °F Standard Uncertainty: 0.504 °F</p> <p>Temperatura de ebullición observada del 10% de volumen destilado</p> <p>ΔT₃₀: Interim Result Corrección de la temperatura de ebullición para el 30% de volumen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo</p> <p>t₃₀: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 5</p> <table border="1" data-bbox="628 1021 884 1205"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>358.2 °F</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>358.2 °F</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>358.9 °F</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>359.1 °F</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>359.4 °F</td> </tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 358.760 °F Standard Deviation: 0.54 °F Standard Uncertainty: 0.242 °F</p> <p>Temperatura de ebullición observada del 30% de volumen destilado</p> <p>ΔT₅₀: Interim Result Corrección de la temperatura de ebullición para el 50% de volumen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo</p>			No.	Observation	1	329.0 °F	2	329.2 °F	3	329.4 °F	4	329.2 °F	5	331.7 °F	No.	Observation	1	358.2 °F	2	358.2 °F	3	358.9 °F	4	359.1 °F	5	359.4 °F
No.	Observation																									
1	329.0 °F																									
2	329.2 °F																									
3	329.4 °F																									
4	329.2 °F																									
5	331.7 °F																									
No.	Observation																									
1	358.2 °F																									
2	358.2 °F																									
3	358.9 °F																									
4	359.1 °F																									
5	359.4 °F																									
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu	Page 7 of 13																								

ASTM D 086	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica																									
<p>t₅₀: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 5</p> <table border="1" data-bbox="628 539 884 723"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>387.1 °F</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>387.7 °F</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>388.2 °F</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>388.6 °F</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>387.9 °F</td> </tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 387.900 °F Standard Deviation: 0.56 °F Standard Uncertainty: 0.251 °F</p> <p>Temperatura de ebullición observada del 50% de volúmen destilado</p> <p>ΔT₇₀: Interim Result Corrección de la temperatura de ebullición para el 70% de volúmen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo</p> <p>t₇₀: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 5</p> <table border="1" data-bbox="628 1021 884 1205"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>418.1 °F</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>419.4 °F</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>419.9 °F</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>420.1 °F</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>419.5 °F</td> </tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 419.400 °F Standard Deviation: 0.78 °F Standard Uncertainty: 0.349 °F</p> <p>Temperatura de ebullición observada del 70% de volúmen destilado</p> <p>ΔT₉₀: Interim Result Corrección de la temperatura de ebullición para el 90% de volúmen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo</p>			No.	Observation	1	387.1 °F	2	387.7 °F	3	388.2 °F	4	388.6 °F	5	387.9 °F	No.	Observation	1	418.1 °F	2	419.4 °F	3	419.9 °F	4	420.1 °F	5	419.5 °F
No.	Observation																									
1	387.1 °F																									
2	387.7 °F																									
3	388.2 °F																									
4	388.6 °F																									
5	387.9 °F																									
No.	Observation																									
1	418.1 °F																									
2	419.4 °F																									
3	419.9 °F																									
4	420.1 °F																									
5	419.5 °F																									
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu	Page 8 of 13																								

ASTM D 086	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica																									
<p>t₉₀: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 5</p> <table border="1" data-bbox="628 539 884 723"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>457.9 °F</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>458.1 °F</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>458.6 °F</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>458.6 °F</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>458.2 °F</td> </tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 458.280 °F Standard Deviation: 0.31 °F Standard Uncertainty: 0.139 °F</p> <p>Temperatura de ebullición observada del 90% de volúmen destilado</p> <p>ΔT₉₅: Interim Result Corrección de la temperatura de ebullición para el 95% de volúmen recuperado con respecto a la presión barométrica en el lugar e instante en que se realiza el ensayo</p> <p>t₉₅: Type A Method of observation: Direct Number of observations: 5</p> <table border="1" data-bbox="628 1021 884 1205"> <thead> <tr> <th>No.</th> <th>Observation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>474.1 °F</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>474.3 °F</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>474.3 °F</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>474.8 °F</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>474.3 °F</td> </tr> </tbody> </table> <p>Arithmetic Mean: 474.360 °F Standard Deviation: 0.26 °F Standard Uncertainty: 0.117 °F</p> <p>Temperatura de ebullición observada del 95 % de volúmen destilado</p>			No.	Observation	1	457.9 °F	2	458.1 °F	3	458.6 °F	4	458.6 °F	5	458.2 °F	No.	Observation	1	474.1 °F	2	474.3 °F	3	474.3 °F	4	474.8 °F	5	474.3 °F
No.	Observation																									
1	457.9 °F																									
2	458.1 °F																									
3	458.6 °F																									
4	458.6 °F																									
5	458.2 °F																									
No.	Observation																									
1	474.1 °F																									
2	474.3 °F																									
3	474.3 °F																									
4	474.8 °F																									
5	474.3 °F																									
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu	Page 9 of 13																								

ASTM D 086	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica				
Interim Results:					
Quantity	Value	Standard Uncertainty			
ΔT_i	0.40827 °F	$9.48 \cdot 10^{-3}$ °F			
ΔT_f	0.5170 °F	0.0120 °F			
ΔT_1	0.41496 °F	$9.62 \cdot 10^{-3}$ °F			
ΔT_5	0.42103 °F	$9.77 \cdot 10^{-3}$ °F			
ΔT_{10}	0.42644 °F	$9.89 \cdot 10^{-3}$ °F			
ΔT_{30}	0.4421 °F	0.0103 °F			
ΔT_{50}	0.4579 °F	0.0106 °F			
ΔT_{70}	0.4749 °F	0.0110 °F			
ΔT_{90}	0.4959 °F	0.0115 °F			
ΔT_{95}	0.5046 °F	0.0117 °F			
Uncertainty Budgets:					
T_i: Temperatura inicial de ebullición corregida					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
ΔT_i	0.40827 °F	$9.48 \cdot 10^{-3}$ °F			
t_i	296.060 °F	0.862 °F	normal	0.86 °F	100.0 %
P_{Barom}	755.500 mm de Hg	0.104 mm de Hg	normal	$-9.5 \cdot 10^{-3}$ °F	0.0 %
R_p	0.0	$2.94 \cdot 10^{-3}$	normal	$2.9 \cdot 10^{-3}$ °F	0.0 %
T_i	296.468 °F	0.863 °F			
Temperatura inicial de ebullición corregida					
T_f: Temperatura final de ebullición corregida					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
P_{Barom}	755.500 mm de Hg	0.104 mm de Hg	normal	-0.012 °F	0.0 %
R_p	0.0	$2.94 \cdot 10^{-3}$	normal	$2.9 \cdot 10^{-3}$ °F	0.0 %
ΔT_f	0.5170 °F	0.0120 °F			
t_f	497.400 °F	0.791 °F	normal	0.79 °F	100.0 %
T_f	497.917 °F	0.791 °F			
Temperatura final de ebullición corregida					
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu				Page 10 of 13

ASTM D 086	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica				
T₁: Temperatura de ebullición corregida del 1 % de volúmen destilado					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
P _{Barom}	755.500 mm de Hg	0.104 mm de Hg	normal	-9.6·10 ⁻³ °F	0.0 %
R _p	0.0	2.94·10 ⁻³	normal	2.9·10 ⁻³ °F	0.0 %
ΔT ₁	0.41496 °F	9.62·10 ⁻³ °F			
t ₁	308.440 °F	0.364 °F	normal	0.36 °F	99.9 %
I _v	1.000000	234·10 ⁻⁶	rectangular	97·10 ⁻⁶ °F	0.0 %
T ₁	308.855 °F	0.364 °F			
Temperatura de ebullición corregida del 1 % de volúmen destilado					
T₅: Temperatura de ebullición corregida del 5 % de volúmen destilado					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
P _{Barom}	755.500 mm de Hg	0.104 mm de Hg	normal	-9.8·10 ⁻³ °F	0.0 %
R _p	0.0	2.94·10 ⁻³	normal	2.9·10 ⁻³ °F	0.0 %
I _v	1.000000	234·10 ⁻⁶	rectangular	99·10 ⁻⁶ °F	0.0 %
ΔT ₅	0.42103 °F	9.77·10 ⁻³ °F			
t ₅	319.680 °F	0.554 °F	normal	0.55 °F	100.0 %
T ₅	320.101 °F	0.555 °F			
Temperatura de ebullición corregida del 5 % de volúmen destilado					
T₁₀: Temperatura de ebullición corregida del 10 % de volúmen destilado					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
P _{Barom}	755.500 mm de Hg	0.104 mm de Hg	normal	-9.9·10 ⁻³ °F	0.0 %
R _p	0.0	2.94·10 ⁻³	normal	2.9·10 ⁻³ °F	0.0 %
I _v	1.000000	234·10 ⁻⁶	rectangular	100·10 ⁻⁶ °F	0.0 %
ΔT ₁₀	0.42644 °F	9.89·10 ⁻³ °F			
t ₁₀	329.700 °F	0.504 °F	normal	0.50 °F	100.0 %
T ₁₀	330.126 °F	0.504 °F			
Temperatura de ebullición corregida del 10 % de volúmen destilado					
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu				Page 11 of 13

ASTM D 086	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica				
T₃₀: Temperatura de ebullición corregida del 30 % de volúmen destilado					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
P _{Barom}	755.500 mm de Hg	0.104 mm de Hg	normal	-0.010 F	0.2 %
R _p	0.0	2.94·10 ⁻³	normal	2.9·10 ⁻³ F	0.0 %
I _v	1.000000	234·10 ⁻⁶	rectangular	100·10 ⁻⁶ F	0.0 %
ΔT ₃₀	0.4421 F	0.0103 F			
t ₃₀	358.760 F	0.242 F	normal	0.24 F	99.8 %
T ₃₀	359.202 F	0.242 F			
Temperatura de ebullición corregida del 30 % de volúmen destilado					
T₅₀: Temperatura de ebullición corregida del 50% de volúmen destilado					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
P _{Barom}	755.500 mm de Hg	0.104 mm de Hg	normal	-0.011 F	0.2 %
R _p	0.0	2.94·10 ⁻³	normal	2.9·10 ⁻³ F	0.0 %
I _v	1.000000	234·10 ⁻⁶	rectangular	110·10 ⁻⁶ F	0.0 %
ΔT ₅₀	0.4579 F	0.0106 F			
t ₅₀	387.900 F	0.251 F	normal	0.25 F	99.8 %
T ₅₀	388.358 F	0.251 F			
Temperatura de ebullición corregida del 50% de volúmen destilado					
T₇₀: Temperatura de ebullición corregida del 70 % de volúmen destilado					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
P _{Barom}	755.500 mm de Hg	0.104 mm de Hg	normal	-0.011 F	0.0 %
R _p	0.0	2.94·10 ⁻³	normal	2.9·10 ⁻³ F	0.0 %
I _v	1.000000	234·10 ⁻⁶	rectangular	110·10 ⁻⁶ F	0.0 %
ΔT ₇₀	0.4749 F	0.0110 F			
t ₇₀	419.400 F	0.349 F	normal	0.35 F	99.9 %
T ₇₀	419.875 F	0.350 F			
Temperatura de ebullición corregida del 70 % de volúmen destilado					
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu				Page 12 of 13

ASTM D 086	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre en el método de ensayo estandar para la destilación de productos del petróleo a presión atmosférica				
T₉₀: Temperatura de ebullición corregida del 90 % de volúmen destilado					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
P _{Barom}	755.500 mm de Hg	0.104 mm de Hg	normal	-0.011 F	0.7 %
R _p	0.0	2.94·10 ⁻³	normal	2.9·10 ⁻³ F	0.0 %
I _v	1.000000	234·10 ⁻⁶	rectangular	120·10 ⁻⁶ F	0.0 %
ΔT ₉₀	0.4959 F	0.0115 F			
t ₉₀	458.280 F	0.139 F	normal	0.14 F	99.3 %
T ₉₀	458.776 F	0.140 F			
Temperatura de ebullición corregida del 90 % de volúmen destilado					
T₉₅: Temperatura de ebullición corregida del 95 % de volúmen destilado					
Quantity	Value	Standard Uncertainty	Distribution	Uncertainty Contribution	Index
P _{Barom}	755.500 mm de Hg	0.104 mm de Hg	normal	-0.012 F	1.0 %
R _p	0.0	2.94·10 ⁻³	normal	2.9·10 ⁻³ F	0.0 %
I _v	1.000000	234·10 ⁻⁶	rectangular	120·10 ⁻⁶ F	0.0 %
ΔT ₉₅	0.5046 F	0.0117 F			
t ₉₅	474.360 F	0.117 F	normal	0.12 F	98.9 %
T ₉₅	474.865 F	0.117 F			
Temperatura de ebullición corregida del 95 % de volúmen destilado					
Results:					
Quantity	Value	Expanded Uncertainty	Coverage factor	Coverage	
T _i	296.5 F	1.7 F	2.00	95% (normal)	
T _f	497.9 F	1.6 F	2.00	95% (normal)	
T ₁	308.85 F	0.73 F	2.00	95% (normal)	
T ₅	320.1 F	1.1 F	2.00	95% (normal)	
T ₁₀	330.1 F	1.0 F	2.00	95% (normal)	
T ₃₀	359.20 F	0.48 F	2.00	95% (normal)	
T ₅₀	388.36 F	0.50 F	2.00	95% (normal)	
T ₇₀	419.87 F	0.70 F	2.00	95% (normal)	
T ₉₀	458.78 F	0.28 F	2.00	95% (normal)	
T ₉₅	474.86 F	0.23 F	2.00	95% (normal)	
Date: 12/06/2010 Ver.: Número 1	File: ASTM D 086.smu			Page 13 of 13	