

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE UNA MEDIDA APLICADA A MÉTODOS DE ENSAYO DE CONTROL DE CALIDAD EN MEZCLAS BITUMINOSAS

MARISOL BARRAL

CAMPEZO OBRAS Y SERVICIOS S.A.

CARMEN CALVO

JUNTA DE CASTILLA Y LEÓN

RAFAEL JIMÉNEZ y BELÉN CADAVID

CEDEX

LUCÍA MIRANDA

COMPOSAN INDUSTRIAL Y TECNOLOGÍA

JAVIER LOMA

ELSAN

JOSÉ LUIS PEÑA

ASEFMA

M. RUBIO

UNIVERSIDAD DE GRANADA

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE UNA MEDIDA APLICADA A MÉTODOS DE ENSAYO DE CONTROL DE CALIDAD EN MEZCLAS BITUMINOSAS

RESUMEN

Un laboratorio de control de calidad debe asegurar que los resultados de los ensayos que realiza se encuentran acotados dentro de un rango de valores conocido. Para ello se debe calcular la incertidumbre de cada medida realizada, de forma que se pueda establecer ese rango.

La norma ISO 17025 establece los requisitos que deben disponer los laboratorios de ensayos y calibración para poder acreditar que son competentes en la realización de ensayos y/o calibraciones, incluyendo el muestreo.

Dentro de esta norma hay una serie de requisitos técnicos que tienen que ver con el proceso de medida y con la expresión de los resultados. En el caso de las medidas realizadas, los laboratorios deben disponer de procedimientos para la estimación de su incertidumbre. Estos procedimientos deben tener en cuenta las fuentes de error que tengan importancia en la situación concreta que se analiza, y hacer una estimación razonable de cada una de ellas utilizando los métodos de análisis adecuados en cada caso. La estimación razonable debe basarse en el conocimiento de las características del método y del ámbito de la medida, teniendo en cuenta la experiencia y los datos de validación.

La estimación de la incertidumbre de una medida es una indicación cuantitativa de la calidad del re-

sultado, para que quienes lo utilicen puedan evaluar su idoneidad.

Teniendo en cuenta todos los aspectos que intervienen durante la realización de un ensayo y sabiendo que no existe un método universal para evaluar la incertidumbre, la etapa fundamental y más compleja para determinar el valor de la incertidumbre de un ensayo es la de identificar todas las posibles fuentes de error del proceso de medida y cuantificar cada una de ellas. Para ello, se necesita conocer todo el proceso de medición y tener en cuenta cierta información como: datos de los equipos de medida, calibraciones, repetibilidad y reproducibilidad de la medida, entre otros aspectos, sin mencionar el conocimiento e interpretación de los mismos. La combinación de todas estas contribuciones proporciona un valor que correspondería a la incertidumbre de medida. Este valor obtenido se asociaría a una medida realizada en un determinado laboratorio, con su equipamiento y personal, resultado que no tiene por que ser el mismo para otro laboratorio con sus propios medios.

En esta comunicación, fruto del trabajo de un grupo de técnicos de la Agrupación de Laboratorios de Entidades Asociadas a ASEFMA (ALEAS), se presenta un avance de la metodología o procedimiento utilizado para la estimación de la incertidumbre de medida para el ensayo de control del contenido de ligante soluble de mezclas bituminosas.

INTRODUCCIÓN

A la hora de expresar el resultado de una medición de una magnitud física o química, es recomendable u obligatorio dar alguna indicación cuantitativa de la calidad del resultado, expresado como incertidumbre, de forma que quienes utilizan dicho resultado puedan evaluar su idoneidad. Sin dicha indicación, las mediciones no pueden compararse entre sí, ni con otros valores de referencia dados en especificaciones o normas. Por ello, es necesario establecer un procedimiento fácilmente comprensible y aceptado universalmente para caracterizar la calidad del resultado de una medición, esto es, para evaluar y expresar su incertidumbre (1).

El Vocabulario Internacional de Metrología, VIM, (2) define la incertidumbre de medida como el parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos al mensurando.

La incertidumbre de una medición es el margen de duda que existe respecto al resultado de cualquier medición. Dicho de otra manera, dentro de ese margen de duda se encontraría el valor verdadero. Por eso, la incertidumbre suele estar asociada generalmente con la calidad de la medición.

Es importante diferenciar los términos error e incertidumbre, que muchas veces se utilizan indistintamente y no es correcto. La definición de error es la diferencia entre el valor medido y el valor convencionalmente verdadero del mensurando. Por ejemplo, en las calibraciones se pueden corregir errores conocidos aplicando correcciones, pero cualquier error no conocido contribuiría en el valor de la incertidumbre. Por ello, la incertidumbre nunca se puede corregir; se podría minimizar pero nunca se eliminaría.

En la práctica existen numerosas fuentes posibles de incertidumbre en una medición, entre ellas:

1. Definición incompleta del mensurando;
2. Muestra no representativa del mensurando, toma de muestra...

3. Conocimiento incompleto de los efectos de las condiciones ambientales sobre la medición, o medición imperfecta de dichas condiciones ambientales;
4. Lectura sesgada de instrumentos analógicos, por parte del técnico;
5. Valores inexactos de los patrones de medida o de los materiales de referencia;
6. Valores inexactos de constantes y otros parámetros tomados de fuentes externas y utilizados en el algoritmo de tratamiento de datos;
7. Aproximaciones e hipótesis establecidas en el método y en el procedimiento de medida;
8. Variaciones en las observaciones repetidas del mensurando, en condiciones aparentemente idénticas;
9. El propio instrumento de medida.

Disponer de un valor estimado de incertidumbre de medida nos permite:

- Evaluar la idoneidad del resultado de una medición en cuanto al cumplimiento de especificaciones o tolerancias (3).
- Evaluar la compatibilidad de los resultados obtenidos por diferentes laboratorios (4).
- Evaluar la adecuación al uso de un determinado método de ensayo (5).

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE UNA MEDIDA

La estimación de la incertidumbre de medida no es una tarea sencilla ya que no existe un método universal para su evaluación. Sin embargo, existen pautas generales a seguir para evaluar y expresar la incertidumbre del resultado de una medición, según se describe en la guías para la expresión de la incertidumbre que existen publicadas por distintos organismos (6-7).

Las etapas a seguir se pueden resumir como sigue:

1. Expresar matemáticamente la relación existente entre el medido y y las magnitudes de entrada X_i de las que depende y según $y = f(X_1, X_2 \dots X_N)$.
2. Determinar X_i , el valor estimado de la magnitud de entrada, bien a partir del análisis estadístico de una serie de observaciones, o bien por otros métodos.
3. Identificar todas las fuentes de incertidumbre que intervienen en la medición.
4. Cuantificar cada una de las fuentes de incertidumbre identificadas.
5. Evaluar la **incertidumbre combinada ($u(y)$)** aplicando la ley de propagación de incertidumbres, que no es más que sumar cuadráticamente cada una de las fuentes de incertidumbre asociadas a la medición.
6. Y finalmente dar la **incertidumbre expandida U** , cuyo objetivo es proporcionar un intervalo ($y+U, y-U$) en el que puede esperarse encontrar la mayor parte de la distribución de valores que podrían ser razonablemente atribuidos al medido y . **Ésta se calcula** multiplicando la incertidumbre combinada por el factor de cobertura, k del que habitualmente, para distribuciones normales, es aceptado un valor de 2 para un nivel de confianza del 95%.
7. Documentar el resultado de medición y , junto con su incertidumbre expandida U para el rango de valores analizado.

EJEMPLO DE LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE PARA EL ENSAYO DE CONTENIDO DE LIGANTE SOLUBLE

Siguiendo la secuencia anteriormente descrita, se va a aplicar a un caso concreto como es la determinación de la incertidumbre del ensayo de contenido de ligante soluble.

Paso 1: Expresar matemáticamente el cálculo del medido

De acuerdo con el procedimiento de ensayo descrito en la norma UNE-EN 12697-1 punto 5.5.2 determinación del ligante por diferencia. El contenido de ligante soluble, S , se calcula por medio de la siguiente ecuación 1:

$$S = \frac{100x [M - (M_1 + M_w)]}{M - M_w} \quad \text{ec. 1}$$

Siendo las variables:

- S contenido en ligante soluble (en %)
- M muestra de mezcla sin secar (g)
- M_1 muestra de materia mineral recuperada
- M_w masa de agua en la muestra de mezcla sin secar

Si suponemos que la muestra está seca o en cualquier caso se ha determinado la masa de la muestra seca (M_{seca}), la ecuación 1 quedaría de la siguiente forma:

$$S = \frac{100x [M_{seca} - M_1]}{M_{seca}} \quad \text{ec. 2}$$

Paso 2: Identificar las fuentes de incertidumbre

Para identificar las fuentes de incertidumbre es necesario conocer en detalle la metodología que se sigue para la determinación del medido. Así, las fuentes de incertidumbre identificadas en el procedimiento de ensayo para el contenido de ligante por disolución son las siguientes:

- Contribuciones debidas a las balanzas en las pesadas de M_{seca} y M_1 .
- Contribuciones debidas a la repetibilidad y reproducibilidad del método de ensayo.
- Contribuciones debidas a la incertidumbre de la balanza.
- Contribuciones debidas a la repetición de medidas.

Paso 3. Cuantificar cada una de las fuentes de incertidumbre identificadas en el paso anterior

3.1. Contribución debida a la balanza

En primer lugar se supone que se utiliza la misma balanza para todo el ensayo. Esta balanza se encuentra calibrada, presentando en el informe de calibración los datos de incertidumbre asociada.

Para el cálculo de la contribución a la incertidumbre debida a las pesadas M_1 , M_{seca} , lo que se hace es aplicar el principio de propagación de incertidumbre, es decir, a partir de la ecuación 2 se procede a realizar las derivadas parciales con respecto a M_1 y M_{seca} para posteriormente calcular numéricamente cada uno de los coeficientes de sensibilidad.

Así nos quedaría:

$$u_S^2 = \left(\frac{\partial S}{\partial M_{seca}} u_{M_{seca}} \right)^2 + \left(\frac{\partial S}{\partial M_1} u_{M_1} \right)^2 \quad \text{ec. 3}$$

Como la balanza es la misma, tanto para la pesada de M_{seca} como para la pesada M_1 , entonces $u_{M_{seca}} = u_{M_1}$ y la ecuación 3 nos quedaría de la siguiente forma:

$$u_S^2 = u_b^2 \left[\left(\frac{\partial S}{\partial M_{seca}} \right)^2 + \left(\frac{\partial S}{\partial M_1} \right)^2 \right] \quad \text{ec. 4}$$

Donde los coeficientes de sensibilidad obtenidos de las derivadas parciales serían los siguientes:

$$\frac{\partial S}{\partial M_{seca}} = \frac{100 M_1}{M_{seca}^2}$$
$$\frac{\partial S}{\partial M_1} = - \frac{100}{M_{seca}}$$

u_b = incertidumbre expandida de la balanza (viene dada en el informe de calibración).

3.2. Contribución debida a la repetición del ensayo

La contribución debida a la repetición de ensayos con la misma muestra y en igualdad de condi-

ciones de operario y equipos (condiciones de repetibilidad). Se determina aplicando la siguiente ecuación:

$$u_r^2 = \left(\frac{S_r}{\sqrt{n}} \right)^2 \quad \text{ec. 5}$$

Donde:

S_r es la desviación estándar en condiciones de repetibilidad

n es el número de replicas.

La desviación estándar de repetibilidad se puede haber determinado en el propio laboratorio, o también se puede considerar la que viene establecida en la norma de ensayo en el apartado de precisión, o la obtenida de un ejercicio de comparación inter-laboratorios.

3.3. Contribución debida a la reproducibilidad y repetibilidad del método de ensayo

Para tener en cuenta otras contribuciones debidas por ejemplo a la toma de muestra, manipulación de la muestra, heterogeneidad, repetibilidad, etc... se van a considerar los datos de precisión del método de ensayo. De esta forma la contribución viene dada por la siguiente expresión:

$$u_L^2 = S_R^2 - S_r^2 \quad \text{ec. 6}$$

Donde

S_R es la desviación estándar de reproducibilidad, que viene dada en la norma de ensayo, en su apartado de precisión, o bien se asigna la obtenida en un ejercicio de comparación inter-laboratorios.

Paso 4: Cálculo de la incertidumbre combinada

La incertidumbre combinada de la medida se expresaría como la suma cuadrática de cada una de las contribuciones identificadas anteriormente y sería:

$$u_c^2 = u_s^2 + u_L^2 + u_r^2 \quad \text{ec. 7}$$

Paso 5: Cálculo de la incertidumbre expandida

La incertidumbre expandida se obtiene simplemente multiplicando la incertidumbre combinada por el factor de cobertura k .

$$I = \pm k u_c \quad \text{ec. 8}$$

RESULTADOS DEL VALOR DE INCERTIDUMBRE

A continuación se presentan los resultados obtenidos de cada contribución a la incertidumbre teniendo en cuenta varias casuísticas:

1. En el siguiente gráfico de barras se ha analizado la contribución de los coeficientes de sensibilidad dentro de la incertidumbre debida exclusivamente a la pesada de M_1 y M_{seca} , representados en la ec. 4 para un valor de incertidumbre combinada de la balanza de 0,5 g.

Se puede observar que a medida que se incrementa la masa inicial de la muestra la contribución al valor final de la incertidumbre disminuye.

En el eje de abscisas, se representa el contenido de ligante y en el eje de ordenadas los valores de coeficiente de sensibilidad de las pesadas en donde se ha tenido en cuenta la masa inicial y la masa recuperada.

El contenido de ligante, como se observa, no influye en la contribución final de la incertidumbre pero sí la

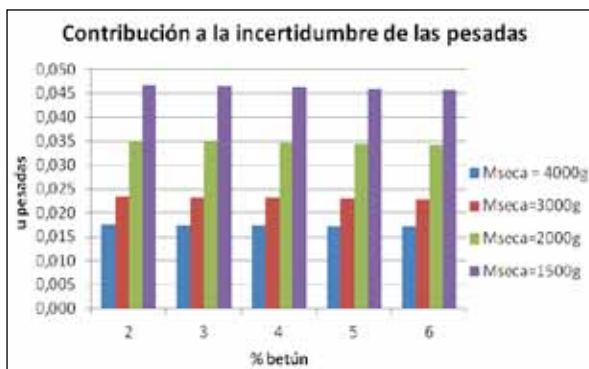


Gráfico 1. Contribución de la masa de las muestras sin tener en cuenta la balanza.

cantidad de muestra tomada. Así, en el gráfico 1 se puede apreciar que para igual masa inicial de muestra (p.e. si se observan las barras azules que corresponden a una masa inicial de 4 kg) la contribución debida a la pesada final o lo que es lo mismo, el rango de contenido de betún de la mezcla, no afecta apenas al valor final de la incertidumbre (todas las barras azules presentan más o menos la misma altura).

2. En el siguiente gráfico se presenta la contribución debida al número de réplicas realizadas en el ensayo.

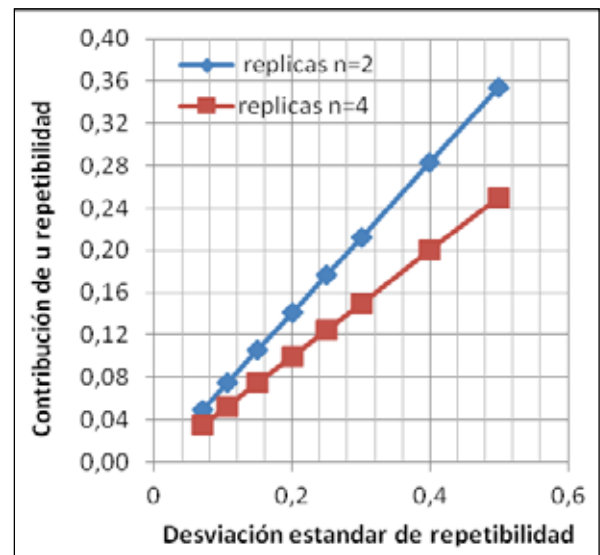


Gráfico 2. Contribución del número de réplicas ensayadas.

En el gráfico 2, se observa que para valores de desviación estándar de repetibilidad bajos (<0,1) la realización de 2 ó 4 ensayos no hace variar apenas el valor final de la incertidumbre porque la contribución de la repetibilidad, estimada según la ec.5, es muy pequeña. Sin embargo, para valores de desviación estándar mayores de 0,3 el hacer 2 ensayos ó 4 supone un incremento en el valor final de u_r cercano a 0,1.

3. A continuación en el siguiente gráfico de barras se analizan las tres contribuciones tenidas en cuenta para la estimación final del valor de la incertidumbre y para dos casuísticas:

Las barras azules se corresponden con datos de precisión del método de ensayo (repetibilidad y reproducibilidad) indicados en la propia norma. Las barras rojas se corresponden con los datos de precisión

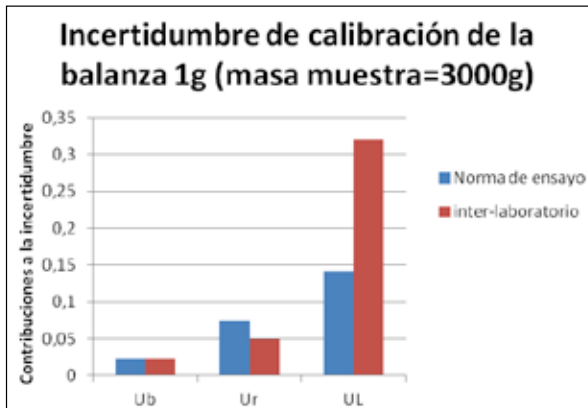


Gráfico 3. Influencia de cada contribución en el valor final de la incertidumbre para el caso de una balanza con una incertidumbre de 1g y masa de muestra de 3kg.

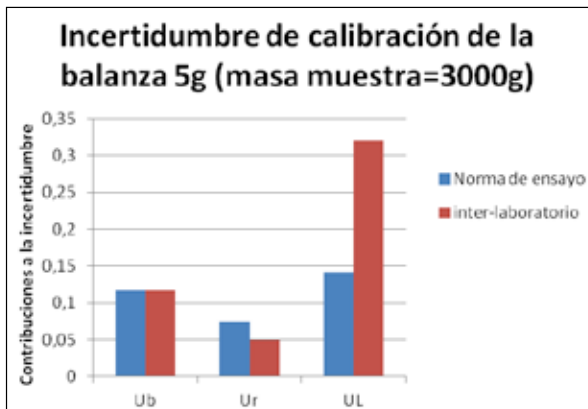


Gráfico 4. Influencia de cada contribución en el valor final de la incertidumbre para el caso de una balanza con una incertidumbre de 5g y masa de muestra de 3kg

obtenidos en un ejercicio de comparación inter-laboratorios realizado recientemente en noviembre de 2012 y con la participación de 23 laboratorios (8).

Como se observa en los gráficos 3 y 4, la contribución que más influencia tiene en el valor final de la incertidumbre es debida a la precisión del método de ensayo. No obstante, una variación de 4 g en el valor de la incertidumbre de la balanza provoca un aumento significativo en la contribución de esta fuente a la incertidumbre total de la medida, como se puede apreciar en el Gráfico 4.

4. Valores de incertidumbre expandida.

A continuación, en las tablas siguientes se presentan dos casos, uno el más favorable y otro el más desfavorable, donde se muestran los valores finales de incertidumbre.

Tabla 1. Valores de incertidumbre del ensayo analizando varias casuísticas.

CASO MAS DESFAVORABLE		
	Norma ensayo	Inter-laboratorio
Ubalanza (l=5g, m=3000g)	0,11675	0,11675
Urepetibilidad (n=2) Sr	0,0749	0,049
U laboratorio (Sr, SR)	0,1414	0,32
I expandida de medida	0,40	0,69

CASO MAS FAVORABLE		
	Norma ensayo	Inter-laboratorio
Ubalanza (l=1g, m=3000g)	0,0233	0,0233
Urepetibilidad (n=4) Sr	0,0531	0,035
U laboratorio (Sr y SR)	0,1414	0,32
I expandida de medida	0,31	0,65

El caso más favorable se ha determinado considerando la situación más idónea, es decir, en el caso donde la incertidumbre de la balanza es de 1g, y se realiza el ensayo con un número de réplicas de 4.

El caso más desfavorable por el contrario, se corresponde con la situación en donde se utiliza una balanza con un valor superior de incertidumbre y con un número de réplicas inferior a 4.

A partir de estas hipótesis, se observan valores de incertidumbre desde 0,3 hasta de 0,7. Los valores de incertidumbre más bajos se obtienen cuando se toman los datos de precisión que se indican en la norma de ensayo y en la situación más favorable, alcanzándose así valores de incertidumbre similares a la tolerancia requerida en las especificaciones técnicas del PG-3. Así mismo, se observa que el ejercicio de intercomparación da lugar a valores de precisión (en cuanto a la reproducibilidad, ver gráfico 4) significativamente peores que los valores establecidos en la norma de ensayo (8), esto explica los valores más elevados de incertidumbre obtenidos.

No obstante a la vista de estos resultados preliminares, sería conveniente confirmar estos valores de incertidumbre del ensayo con más datos reales a partir de una recopilación de resultados de diferentes laboratorios, así como de datos de precisión que se obtengan mediante la realización de ejercicios de interlaboratorios con laboratorios expertos.

La presentación del resultado de una medida más su incertidumbre debe ser de la forma:

Resultado ± Incertidumbre

Junto con la incertidumbre expandida se debe indicar el nivel de confianza y el valor del factor de cobertura empleado.

Los valores de las medidas y las incertidumbres se deben expresar siempre con la misma precisión. Las cifras significativas son aquellas que ofrecen información sobre el valor real de la medida y el redondeo se efectúa de la siguiente manera: si la primera cifra después de la última significativa es mayor que 5, se aumenta en 1 la última cifra significativa. Si es menor que 5 la última cifra no varía, conserva su valor. En caso de que sea igual a 5 si las demás son todas 0, entonces la última cifra significativa no varía su valor. Si hay valores después del 5 distintos de 0 aumenta en 1.

Ejemplo: 2,500000 → 2 sin embargo 2,5110100 → 3

En el caso de la incertidumbre:

La incertidumbre tiene una sola cifra significativa, excepto si la primera cifra distinta de cero es 1 y la siguiente es menor o igual que 5.

Ejemplo: 0,014 → 0,014

Sin embargo, si es superior a 5 se redondea a una sola cifra significativa.

Ejemplo: 0,018 → 0,02

Así, en el caso concreto de un resultado de contenido de ligante se presentaría el resultado del ensayo de la siguiente forma:

Betún = 5,0 % ± 0,3%

Este resultado significa que el contenido verdadero del porcentaje de betún estaría comprendido entre 4,7 y 5,3 con un nivel de confianza del 95%; es decir, de cada 100 mediciones 95 quedarían comprendidas entre los valores 4,7 y 5,3.

INTERPRETACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

Ya se ha señalado anteriormente por qué es necesario estimar la incertidumbre de un ensayo; ahora vamos a mostrar su importancia a través de ejemplos.

Ejemplo 1. Incertidumbre-tolerancia

La incertidumbre juega un papel muy importante a la hora de afirmar si un producto cumple o no unas especificaciones o unas tolerancias. Para ello debe comprobarse si el resultado analítico está dentro o no de una "tolerancia" o intervalo de valores definido en las especificaciones. La figura 1 muestra cuatro situaciones que pueden ocurrir cuando se quiere comprobar si el resultado (valor+ incertidumbre asociada) está dentro o no de la tolerancia y por lo tanto el producto sería aceptado o rechazado.

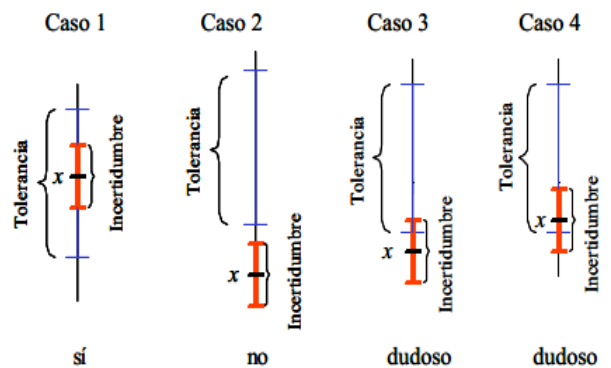


Figura 1. Relación de la incertidumbre con la tolerancia.

En el caso 1 el producto sería válido ya que tanto el valor del resultado del ensayo como su incertidumbre asociada están dentro del intervalo de tolerancia. En el caso 2 el producto es claramente no válido, porque el valor del resultado del ensayo más su incertidumbre asociada se encuentra fuera del intervalo de tolerancia. Pero, ¿qué se puede afirmar del tercer caso? La estimación del valor del resultado del ensayo está fuera de la tolerancia pero hay una parte de la incertidumbre que está dentro del intervalo de tolerancia. Por tanto, el resultado es dudoso. En el caso 4 el resultado también sería dudoso ya que, aunque la estimación del valor está dentro del intervalo de la tolerancia, hay parte de la incertidumbre que queda fuera del intervalo. Normalmente, en estos dos últimos casos se rechazaría el producto. Esto hace que sea muy importante que la incertidumbre sea bastante inferior a la tolerancia para evitar situaciones "dudosas". Es decir, esto equivaldría a definir como intervalo de decisión para los valores medidos el correspondiente a: T-2U (tolerancia efectiva), limitando el valor del cociente de ambos intervalos (tolerancia e incertidumbre).

Por ejemplo, en medidas dimensionales, suele ser frecuente considerar admisible: $3 \leq T/2U \leq 10$, lo cual significa que valores mayores que diez exigirían medios de medida muy costosos, y la reducción del límite inferior por debajo de tres supondría un rechazo importante de productos válidos.

Por lo tanto, en el caso de que la incertidumbre fuera muy elevada, ésta debería acotarse actuando de la siguiente forma:

- Definiendo y acotando las etapas del método analítico.
- Comprobando los equipos de medida.
- Analizando todas las variables que puedan afectar a la medida por ejemplo condiciones de temperatura, condiciones de humedad, etc...
- Estableciendo las tolerancias o especificaciones acordes con las precisiones de los métodos de ensayo.

Ejemplo 2. Comparativa con los resultados de dos laboratorios

Supongamos el siguiente ejemplo:

Laboratorio 1: resultado del contenido de ligante $4,8 \pm 0,3$

Laboratorio 2: resultado del contenido de ligante $4,5 \pm 0,5$

¿Son comparables ambos resultados?

Para poder comparar resultados entre dos laboratorios diferentes es necesario conocer la incertidumbre de la medida de cada laboratorio y calcular el índice de compatibilidad, que viene dado por la siguiente expresión:

$$IC = \frac{|x - y|}{\sqrt{u_x^2 + u_y^2}}$$

Donde:

X e y serían los valores medidos

u_x incertidumbre expandida asociada al valor de x

u_y incertidumbre expandida asociada al valor de y

Cuando este índice de compatibilidad presenta un valor igual o inferior a 1 los dos resultados serían comparables.

Si aplicamos esta ecuación para el ejemplo propuesto el valor del índice de compatibilidad que se obtiene es de $IC=0,51$. Como el resultado es inferior a la unidad, ambos resultados serían comparables.

CONCLUSIONES

Como ya se ha dicho al inicio de esta comunicación, en la estimación de la incertidumbre de cualquier medida no existe un método universal para su evaluación pero sí que existen unas pautas generales que se describen en las guías de distintos organismos para la expresión de la incertidumbre, lo cual no implica que el método aquí seguido sea el único ni el mejor.

A partir de este estudio se pueden extraer las siguientes conclusiones más relevantes:

- Para dar la conformidad a un producto y comparar los resultados de dos laboratorios distintos es necesario conocer el valor de la incertidumbre asociado a cada medición en cada laboratorio. Este valor depende de una serie de factores que hemos visto a lo largo de esta comunicación.
- La incertidumbre de una medida es una indicación cuantitativa de la calidad de un resultado y es diferente para cada laboratorio aun tratándose del mismo ensayo.
- La contribución que más influye en el valor final de la incertidumbre para el ensayo de contenido de ligante soluble, es la reproducibilidad del método de ensayo, debido a las pesadas, sin olvidar tampoco la contribución que aporta la incertidumbre de la propia balanza. Por ello es importante, además de seguir el protocolo de ensayo, disponer de equipos adecuadamente calibrados y en perfectas condiciones de uso que cumplan con los requisitos necesarios según las exigencias del método.
- En cuanto a la repetibilidad, se observa que cuanto mayor es el número de repeticiones realizadas

menor es su contribución en el cálculo global de la incertidumbre.

- En relación a la cantidad de muestra a tomar para realizar el ensayo, aunque su aportación es muy pequeña, cuanto más cantidad de muestra se analice menor es la contribución a la incertidumbre global.
- Los valores estimados de incertidumbre, en este trabajo, para el ensayo de contenido de ligante soluble, se encuentran en el rango comprendido entre 0,3 y 0,7. Estos valores han sido obtenidos a partir de una serie de hipótesis, teniendo en cuenta distintas casuísticas y aplicando una metodología de estimación de incertidumbre. A partir de esta primera aproximación es importante realizar un análisis en profundidad de todas las contribuciones que se han indicado a lo largo de esta comunicación, con el fin de asegurar los valores obtenidos.

Desde el grupo de trabajo denominado INCERTIDUMBRE de la Agrupación de Laboratorios de Entidades Asociadas a Asefma, ALEAS, se continúa trabajando en esta línea para corroborar estos valores preliminares de incertidumbre obtenidos. Para ello se van a realizar ejercicios comparativos inter-laboratorios con el fin de determinar la reproducibilidad de los métodos de ensayo utilizados en el control de las mezclas bituminosas y comparar estos valores con los establecidos en las normas de ensayo. A su vez, se determinarán, por medio de una batería sig-

nificativa de laboratorios con cierto prestigio en el sector, las incertidumbres de medida y se acotará su margen de variación.

REFERENCIAS

1. Guía Para la expresión de la incertidumbre de medida JCGM 100:2008.
2. Vocabulario Internacional de Metrología. Conceptos fundamentales y generales y términos asociados (VIM). JCGM 200:2012.
3. Directrices para informar sobre el cumplimiento con especificaciones G-ENAC-15 Rev. 1:2009.
4. ISO 12528. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
5. The fitness for Purpose of Analytical Methods. Eurachem. 1998.
6. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Eurachem/CITAC Guide CG 4 3rd. Ed. 2012.
7. Measurement uncertainty revisited: alternative approaches to uncertainty evaluation. Eurolab. Technical Report nº 1/2007.
8. Ejercicio de intercomparación de ensayos de control de mezclas bituminosas. Asfalto y pavimentación. Nº 11, 15-27, (2013).