

## SOLUCIÓN DEL TALLER 01

| TEMPERATURAS                       | PRUEBA 1<br>300°C | PRUEBA 2<br>450°C | PRUEBA 3<br>600°C |
|------------------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| Exactitud del Horno <sup>(1)</sup> | 2,0 °C            | 2,0 °C            | 2,0 °C            |
| Tolerancia del proceso             | ± 6,0 °C          | ± 6,0 °C          | ± 10,0 °C         |

| Prueba 1 a 300 °C       |                       | Prueba 2 a 450 °C       |                       | Prueba 3 a 600 °C       |            |
|-------------------------|-----------------------|-------------------------|-----------------------|-------------------------|------------|
| Temp. Programada 300 °C |                       | Temp. Programada 450 °C |                       | Temp. Programada 600 °C |            |
| Temp. Indicador 300 °C  |                       | Temp. Indicador 450 °C  |                       | Temp. Indicador 600 °C  |            |
| Posición                | Indicación del Patrón | Posición                | Indicación del Patrón | Posición                | Indicación |
| 1                       | 298                   | 1                       | 451                   | 1                       | 600        |
| 2                       | 300                   | 2                       | 449                   | 2                       | 598        |
| 3                       | 299                   | 3                       | 453                   | 3                       | 598        |
| 4                       | 300                   | 4                       | 450                   | 4                       | 599        |
| 5                       | 297                   | 5                       | 448                   | 5                       | 599        |
| 6                       | 301                   | 6                       | 449                   | 6                       | 599        |
| 7                       | 300                   | 7                       | 453                   | 7                       | 600        |
| 8                       | 303                   | 8                       | 455                   | 8                       | 600        |
| 9                       | 301                   | 9                       | 450                   | 9                       | 600        |
| 10                      | 297                   | 10                      | 451                   | 10                      | 600        |
| 11                      | 302                   | 11                      | 449                   | 11                      | 599        |
| 12                      | 299                   | 12                      | 452                   | 12                      | 600        |
| $\bar{x} \rightarrow$   | 299.8                 |                         | 450.8                 |                         | 599.8      |
| <b>s</b>                | 1.86                  |                         | 2.08                  |                         | 6.0        |
| $u_A$                   | 0.54                  |                         | 0.60                  |                         | 1.5        |
| $u_B$                   | 1.15                  |                         | 1.15                  |                         | 1.5        |
| $u_c$                   | 1.27                  |                         | 1.30                  |                         | 2.0        |
| <b>U</b>                | 2.5                   |                         | 2.6                   |                         | 4.0        |

<sup>(1)</sup>= Dato tomado de las especificaciones del fabricante

### CONCLUSIÓN:

Las incertidumbres halladas "U", están dentro de la Tolerancia del proceso de ensayo.

### EXPRESIÓN DE LA INCERTIDUMBRE:

$$(y \pm U) \text{ (unidades)}$$

$$\begin{array}{lcl} 300 & \pm & 2.5 \text{ °C} \\ 450 & \pm & 2.6 \text{ °C} \\ 600 & \pm & 4.5 \text{ °C} \end{array}$$

(\*)Incertidumbre expresada como incertidumbre expandida calculada empleando un factor de cobertura K=2, para un nivel de confianza de 95,45%

|       |
|-------|
| EBA 3 |
| 1°C   |
| °C    |
| .0 °C |

|            |
|------------|
| °C         |
| C          |
|            |
| del Patrón |
| 13         |
| 38         |
| 36         |
| 30         |
| 36         |
| 37         |
| 30         |
| 38         |
| 31         |
| 34         |
| 39         |
| 32         |
| 7.8        |
| 77         |
| 95         |
| 15         |
| 27         |
| .5         |

ira

## SOLUCIÓN DEL TALLER 02

### PASO 1

#### IDENTIFICACIÓN DE FUENTES DE INCERTIDUMBRE

- Incertidumbre del material
- Incertidumbre de repetibilidad
- Incertidumbre de condiciones ambientales (T° C)

### PASO 2

#### CUANTIFICACIÓN DE FUENTES DE INCERTIDUMBRE

a) Incertidumbre del material = 0.15 mL

$$u(x_i) = \frac{0.15}{\sqrt{3}} = \boxed{0.087} \text{ mL}$$

b) Incertidumbre de repetibilidad:

$$u(x_i) = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{0.012 \text{ mL}}{\sqrt{10}} = \boxed{0.004} \text{ mL}$$

$$n=10$$

c) Incertidumbre de condiciones ambientales (T° C)

Variación de temperatura = 3°C para un nivel de confianza del 95%

Coefficiente de dilatación H<sub>2</sub>O = 2.1 x 10<sup>-4</sup> °C<sup>-1</sup> (α)

$$\pm \Delta_T \times 2.1 \times 10^{-4} \times \text{Vol.}$$

$$\pm 3^\circ\text{C} \times 2.1 \times 10^{-4} \times 250 \text{ mL}$$

$$U = 0.1575 \text{ mL} \quad u = \boxed{0.079} \text{ mL}$$

### PASO 3

#### COMBINACIÓN DE INCERTIDUMBRES

$$u(y) = \sqrt{u(a)^2 + u(b)^2 + u(c)^2}$$

$$u(y) = \sqrt{u(0.087)^2 + u(0.004)^2 + u(0.079)^2}$$

$$u(y) = 0.12 \text{ mL}$$

### PASO 4

#### INCERTIDUMBRE EXPANDIDA

$$U = 0.23 \text{ mL}$$

## SOLUCIÓN DEL TALLER 04

Cálculo de la incertidumbre del método para la determinación de manganeso de un producto farmacéutico mediante espectroscopía de absorción atómica por llama.

### A) Material de referencia:

- Resultados del análisis del material de referencia certificado (estándar), valores en ppb:

Datos:

|      |      |      |
|------|------|------|
| 17.1 | 16.9 | 19.5 |
| 18.4 | 17.7 | 16.4 |
| 20.2 | 16.8 | 19.4 |
| 19.3 | 18.9 | 17.6 |
| 18.1 | 17.6 | 16.2 |

$$\begin{aligned} \bar{x} &= 18.01 \text{ ppb} \\ s &= 1.24 \text{ ppb} \\ u(x_i) &= 0.32 \text{ ppb} \\ U &= 0.683 \text{ ppb} \end{aligned}$$

$t_{n-1} = 2.14$

- Valor declarado en el Certificado del material de referencia 17.3 ppb

- Incertidumbre estándar (n=21)  $\rightarrow$  1.1 ppb  
 $U = 2.20$  ppb

B) Se realizó una serie de **repeticiones de la muestra**, bajo las mismas condiciones experimentales obteniendo las siguientes lecturas en unidades de absorbancia en el espectrofotómetro de absorción atómica.

Datos:

|       |       |       |       |       |
|-------|-------|-------|-------|-------|
| 0.275 | 0.280 | 0.291 | 0.284 | 0.285 |
|-------|-------|-------|-------|-------|

C) Previamente, el espectrofotómetro se **calibró con patrones de manganeso** y se obtuvo la siguiente recta de calibración:

$$y = 0.018x - 0.003$$

Datos:

|        |       |       |       |       |       |
|--------|-------|-------|-------|-------|-------|
| abs.   | 0.275 | 0.280 | 0.291 | 0.284 | 0.285 |
| cc ppb | 15.11 | 15.39 | 16.00 | 15.61 | 15.67 |

$$\begin{aligned} \text{Media cc ppb} &= 15.56 \text{ ppb} \\ s &= 0.33 \text{ ppb} \\ u(x_i) &= 0.15 \text{ ppb} \\ U &= 0.41 \text{ ppb} \end{aligned}$$

$t_{n-1} = 2.78$

### CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE PARA LA MUESTRA

$$U(y) = \sqrt{u(a)^2 + u(b)^2 + u(c)^2}$$

$$U(y) = \sqrt{u(0.683)^2 + u(2.2)^2 + u(0.41)^2}$$

√ +

**RESULTADO:**

|  |   |      |                   |
|--|---|------|-------------------|
| $U$  | = | 2.34 | ppb de Mn (II)    |
| 16   | ± | 2    | ppb de Mn (II)(*) |
| (*) Incertidumbre expresada como incertidumbre expandida para un nivel de 95% de confianza |   |      |                   |

**COMPROBACION DE LA TRAZABILIDAD DEL MÈTODO**

|  |             |   |       |     |          |      |     |           |
|--|-------------|---|-------|-----|----------|------|-----|-----------|
| Certificado del material de referencia | $\bar{x}_1$ | = | 17.30 | ppb | $s_{2=}$ | 1.1  | ppb | $n_2=21$  |
| Análisis del material de referencia    | $\bar{x}_1$ | = | 18.01 | ppb | $s_{1=}$ | 1.24 | ppb | $n_1= 15$ |

**HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS TEST F**

$$F_{EXP} = \frac{S_1^2}{S_2^2} = \frac{1,24^2}{1,1^2} = 1.27$$

$$F_{14,20} (\alpha=0.05) \longrightarrow 2.22$$

$$F_{exp} < F_{crit} \longrightarrow \text{HOMOGENEIDAD}$$

**IGUALDAD ESTADISTICA DE VALORES TEST t**

$$S^2 = \frac{S_1^2(n_1 - 1) + S_2^2(n_2 - 1)}{n_1 + n_2 - 2} = \frac{45.7264}{34} = 1.34$$

$$t_{exp} = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\sqrt{S^2(1/n_1 + 1/n_2)}} = \frac{0.71}{0.39} = 1.80$$

$$t_{crit} (34 \text{ g.l.}; \alpha=0.05, 2 \text{ colas}) = 2.03$$

$$t_{exp} < t_{crit} \longrightarrow \text{HAY TRAZABILIDAD}$$