

**UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA
LA MOLINA
FACULTAD DE CIENCIAS FORESTALES**



**“ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE ASOCIADA A LA
DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD DE LA
MADERA, EN CITEMADERA, LIMA”**

**TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL PARA OPTAR EL
TÍTULO DE INGENIERO FORESTAL**

JOHN ALBERT BARTOLO CUBA

LIMA – PERÚ

2021

**UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA
LA MOLINA**

FACULTAD DE CIENCIAS FORESTALES

**“ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE ASOCIADA A LA
DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD DE LA MADERA, EN
CITEMADERA, LIMA”**

Presentado por:

JOHN ALBERT BARTOLO CUBA

Trabajo de Suficiencia Profesional para Optar el Título Profesional de:

INGENIERO FORESTAL

Sustentado y aprobado por el siguiente jurado:

.....
Ing. Florencio Teodoro Trujillo Cuellar, Mg.Sc

PRESIDENTE

.....
Ing. Neptalí Rodolfo Bustamante Guillén

MIEMBRO

.....
Ing. Aldo Joao Cardenas Oscanoa, Mg.Sc

MIEMBRO

.....
Ing. Martin Araujo Flores

ASESOR

ÌNDICE

LISTA DE FIGURAS	x
ÌNDICE DE ANEXOS.....	xi
RESUMEN.....	xii
ABSTRACT	xiii
PRESENTACIÓN.....	1
Funciones desempeñadas	1
Puesta en práctica de conocimientos en los cinco años de trabajo.....	1
INTRODUCCIÓN	3
Objetivo general	4
Objetivos específicos.....	4
CAPÍTULO I: Aspectos Generales	5
1.1 Descripción de la Institución empleadora.....	5
1.1.1 Ubicación.....	5
1.1.2 Actividad	5
1.1.3 Misión y visión	5
1.1.3.1 Misión.....	5
1.1.3.2 Visión	6
1.1.4 Organización	6
1.2. Descripción general de experiencia	7
1.2.1 Actividad desempeñada	7
1.2.2 Propósito del puesto	7
1.2.3 Nombre original del producto	7
1.2.4 Resultados obtenidos	7

CAPÍTULO II: Revisión Bibliográfica	8
2.1 Marco Teórico	8
2.1.1 Incertidumbre.	8
2.1.2 Mensurando.	8
2.1.3 Error e Incertidumbre.	8
2.1.4 Error Aleatorio.	9
2.1.5 Error Sistemático.	9
2.1.6 Humedad de la madera.	9
2.1.7 Método gravimétrico.	9
2.1.8 Importancia del contenido de humedad de la madera.	10
2.1.9 Características de la madera influenciadas por la humedad.	10
2.1.10 Expresión de humedad.	11
2.2 Metodología.	11
2.2.1 Identificación del mensurando.	11
2.2.2 Identificación de las fuentes de incertidumbre	11
2.2.3 Estimación de incertidumbres estándar de los componentes que influyen en la incertidumbre de medición del método de ensayo	12
2.2.3.1 Incertidumbre asociada al sesgo (B).	12
2.2.3.2 Incertidumbre asociada a la fórmula del contenido de humedad.	15
2.2.3.3 Estimación de la incertidumbre asociada a la repetibilidad del método	15
2.2.4 Estimación de la incertidumbre combinada.	17
2.2.5 Estimación de la incertidumbre expandida.	18
2.3 Contribución a la solución a los problemas presentados.	18
2.4 Competencias y habilidades adquiridas.	18
2.5 Equipos y materiales.	19

2.5.1	Equipos	19
2.5.2	Materiales	19
CAPÍTULO III: Desarrollo y resultados de la comparación.....		20
3.1	Resultados	20
3.1.1	Estimación de los componentes de incertidumbre para el año 2018..	20
3.1.1.1	Especificación del mensurando	20
3.1.1.2	Identificación de las fuentes de incertidumbre	20
3.1.1.3	Incertidumbre asociada al sesgo	21
3.1.1.3.1	Cálculo del porcentaje de humedad de referencia	22
3.1.1.3.2	Fórmula para la estimación de la incertidumbre asociada al sesgo 23	
3.1.1.4	Incertidumbre asociada a la repetibilidad	23
3.1.1.4.1	Fórmula para la estimación de la incertidumbre asociada a la repetibilidad.....	23
3.1.1.5	Incertidumbre asociada a la fórmula	25
3.1.2	Estimación de los componentes de incertidumbre para el año 2019.....	26
3.1.2.1	Especificación del mensurando.....	26
3.1.2.2	Identificación de las fuentes de incertidumbre.....	26
3.1.2.3	Incertidumbre asociada al sesgo	27
3.1.2.4	Incertidumbre asociada a la repetibilidad	29
3.1.2.4.1	Cálculo de la desviación estándar de repetibilidad	29
3.1.2.5	Incertidumbre asociada a la fórmula.....	31
3.1.3	Aplicación.....	31
3.2	Beneficio obtenido por el centro laboral	32
3.3	Aporte del sustentante a la estimación de la incertidumbre.....	32
CONCLUSIONES		34

RECOMENDACIONES	35
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	36
ANEXOS	37
Prueba de normalidad.....	37
Gráfica de probabilidad normal del analista de referencia para el rango 1 (AR-1) de humedad.	38
Gráfica de probabilidad normal del analista 1 para el rango 1 (A1-1) de humedad. ..	38
Gráfica de probabilidad normal del analista 1 para el rango 2 (A2-1) de humedad. .	39
Veracidad de los resultados.....	39
Resultados de Contenido de Humedad (%) – Rango 2 por probeta.....	42
Gráfica de probabilidad normal del analista de referencia para el rango 2 (AR-2) de humedad.	42
Gráfica de probabilidad normal del analista 1 para el rango 2 (A1-2) de humedad. .	43
Figura. Gráfica de probabilidad normal del analista 2 para el rango 2 (A2-2) de humedad.	44
Veracidad de los resultados.....	44
Precisión de los resultados.	46
Rango 3	47
Resultados de Contenido de Humedad (%) - Rango 3 por probeta.....	47
Gráfica de probabilidad normal del analista de referencia para el rango 3 (AR-3) de humedad.	48
Gráfica de probabilidad normal del analista 1 para el rango 3 (A1-3) de humedad. .	49
Gráfica de probabilidad normal del analista 2 para el rango 3 (A2-3) de humedad. .	49
Veracidad de los resultados.....	50
Precisión de los resultados.	51
Determinación de Estadísticos	54
Incertidumbre del factor sesgo (B).....	55

Incertidumbre asociada a la repetibilidad (Sr).....	55
Incertidumbre asociada a la fórmula.	55
Estimación de la incertidumbre combinada.	55
Estimación de la incertidumbre expandida.	56
Gráfica de probabilidad de los resultados correspondientes al rango bajo para los tres analistas del estudio.....	58
Veracidad de resultados.....	59
Precisión de los resultados.	60
Rango 2 (Rango medio).	62
Resultados de Contenido de Humedad (%) – rango 2	62
Gráfica de probabilidad de los resultados correspondientes al rango medio para los tres analistas del estudio.....	63
Veracidad de los resultados.....	63
Precisión de los resultados.	65
Rango 3 (rango alto).....	66
Resultados de Contenido de Humedad (%) – RANGO 3.	67
Gráfica de probabilidad de los resultados correspondientes al rango alto para los tres analistas del estudio.....	67
Veracidad de los resultados.....	68
Precisión de los resultados.	70
Resultados del porcentaje de Contenido de Humedad	72
Resultados de contenido de humedad	73
Datos para determinar la relación entre el porcentaje del contenido de humedad y la desviación estándar de repetibilidad	74

LISTA DE TABLAS

Tabla 1: Resultados de la aplicación de estimación de incertidumbre para un determinado contenido de humedad de la madera.	32
---	----

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Organigrama del Centro de Innovación Productiva y Transferencia Tecnológica de la madera (CITEmadera). El color azul representa las áreas dentro del alcance de la acreditación ISO/IEC 17025-2005.	6
Figura 2: Diagrama de árbol del método para la determinación del contenido de humedad de la madera (CH). Sesgo (b). Incertidumbre asociada a la fórmula (Uy). Desviación estándar de repetibilidad (Sr). Tomado de: PS-12 Procedimiento para la estimación de.....	21
Figura 3:Gráfica de la relación entre en contenido de humedad (%) del analista de referencia y el promedio del contenido de humedad de los analistas 1 y 2.	22
Figura 4:Gráfica de la relación entre la desviación estándar de repetibilidad y el porcentaje de contenido de humedad.....	24
Figura 5: Diagrama de árbol del método para la determinación del contenido de humedad de la madera (CH). Sesgo (b). Incertidumbre asociada a la fórmula (Uy). Desviación estándar de repetibilidad (Sr). Tomado de: PS-12 Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la medición.....	27
Figura 6: Gráfica de la relación del porcentaje del contenido de humedad del analista de referencia (AR) y el porcentaje del contenido de humedad promedio de ambos analistas (A1 y A2).....	28
Figura 7: Gráfica de la desviación estándar relativa y el porcentaje de contenido de humedad.	30

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO 1: Resultados del contenido de humedad de cada analista por probeta para el año 2018	37
ANEXO 2: Pruebas de normalidad de los resultados de contenido de humedad determinados por los analistas en el año 2018	37
ANEXO 3: Veracidad y precisión de los resultados de los analistas para el año 2018..	39
ANEXO 4: Veracidad y precisión de los resultados de los analistas para el año 2018..	53
ANEXO 5: Cálculo de la desviación estándar de repetibilidad para el año 2018	54
ANEXO 6: Cálculos de la aplicación para el año 2018	55
ANEXO 7: Resultados del contenido de humedad (%) por cada analista para el año 2019 Resultados de Contenido de Humedad (%) de cada analista.....	57
ANEXO 8: Prueba de normalidad del resultado del contenido de humedad reportados por los analistas para el año 2019.....	58
ANEXO 9: Veracidad y precisión de los resultados reportados por los analistas para el año 2019	59
ANEXO 10 Cálculo del porcentaje del contenido de humedad de referencia para el año 2019	72
ANEXO 11: Ejemplo aplicativo para el año 2019	76

RESUMEN

La presente monografía establece una metodología para la veracidad y precisión en la estimación de la incertidumbre del contenido de humedad de la madera. Esto es un requisito en la acreditación del método para la determinación del contenido de humedad aplicando la norma ASTM D4442:2016 dentro del marco de la ISO/IEC 17025-2005 y así asegurar la calidad de los resultados emitidos por el laboratorio. La incertidumbre estimada para un contenido de humedad de 12,03 % fue de 1,12 % en el año 2018, la cual se redujo a 0,44 para el año 2019 mediante la adecuación de la metodología empleada y mejor acondicionamiento de probetas. Las fuentes de incertidumbre asociadas a la medición fueron el sesgo, la fórmula y la repetibilidad. Se encontró que la fuente que aporta más incertidumbre fue la asociada a la repetibilidad del método, con un valor de 0,57 para el año 2018 y de 0,21 para el año 2019 al mismo contenido de humedad de 12,03 %

Palabras clave: Contenido de humedad de la madera, incertidumbre, veracidad, precisión, exactitud.

ABSTRACT

The present work establishes a methodology in order to trueness and precision in the estimating the uncertainty of moisture content of wood. This is a requirement in the accreditation of the method for the determination of moisture content applying the ASTM D4442-2016 standard within the framework of ISO / IEC 17025- 2005, hence, ensuring the quality of the results issued by the laboratory. The estimated uncertainty for a moisture content of 12.03% was 1.12 % in the year 2018, which was reduced to 0.44 for the year 2019 through the adaptation of the methodology used and better conditioning of specimens. The sources of uncertainty associated with the measurement were bias, formula, and repeatability. It was found that the source that contributes more uncertainty was the one associated with the repeatability of the method, with a value of 0.57 for the year 2018 and 0.21 for the year 2019, at the same moisture content of 12.03%

Keywords: Moisture content of wood, uncertainty, truthfulness, precision, accuracy.

PRESENTACIÓN

Funciones desempeñadas

Como Analista del Laboratorio de Anatomía de la Madera y Propiedades Físicas y Mecánicas del Centro de Innovación Productiva y Transferencia Tecnológica de la Madera (CITEmadera), se desempeñan las siguientes funciones:

- Ejecutar ensayos anatómicos, macroscópicos, microscópicos, físicos y mecánicos de la madera, de acuerdo a la normativa vigente y empleando procedimientos normalizados.

- Realizar la estimación de la incertidumbre de los ensayos.

- Asistir en la validación de los métodos de ensayo que se deban implementar para la madera de acuerdo a los objetivos del laboratorio.

- Registrar los datos de los ensayos de anatomía en los formatos físicos y digitales correspondientes.

- Asistir en la ejecución de investigaciones propuestas por el laboratorio mediante la realización de ensayos, búsqueda bibliográfica, coordinaciones con las instituciones de colaboración de cada proyecto.

- Asistir en la preparación de procedimientos e instructivos de trabajo para la actualización, de acuerdo a los sistemas de gestión de calidad del laboratorio.

Puesta en práctica de conocimientos en los cinco años de trabajo

Para llevar a cabo las funciones establecidas para el cargo de Analista de Laboratorio se recurrió a conocimientos anatómicos y tecnológicos como la identificación de la madera nivel macroscópico como microscópico, comportamiento higroscópico de la madera, curvas de sorción, principios del movimiento del agua de la madera

y determinación de las propiedades físicas y mecánicas de maderas peruanas; además de estar familiarizado con los equipos e instrumental del laboratorio, uso de normativas, manejo del idioma inglés, con capacidad para la elaboración y dictado de capacitaciones, aptitudes para el trabajo en equipo, responsabilidad y puntualidad.

INTRODUCCIÓN

Al realizar un ensayo en el laboratorio, se obtiene un resultado de la magnitud medida la cual es un valor aproximado al valor verdadero de la magnitud de estudio que se puede obtener con los equipos y procedimientos de ensayo empleados. No obstante, dicha magnitud tiene un valor real el cual es desconocido debido a que por más precisión se logre conseguir en el ensayo siempre estarán presentes factores que aporten incertidumbre y con ello dificultar conseguir el valor real coherente con la magnitud de estudio.

En todo proceso de medición es necesario emplear instrumentos los cuales debemos interpretar cuidadosamente sus resultados pues por su naturaleza aportan errores aleatorios que no pueden ser eliminados completamente, por ello, la ciencia metrológica incorpora el concepto de incertidumbre como un intervalo donde el valor verdadero de la medición se encuentra a un nivel de confianza o probabilidad determinado.

El laboratorio de materiales e insumos del Centro de Innovación Productiva y Transferencia Tecnológica de la Madera (CITEMadera) realiza ensayos para la determinación del contenido de humedad de la madera por gravimetría por medio de balanzas y estufas que proporcionan la masa y secan las probetas de madera conforme a la normativa pertinente, y para obtener un buen grado de confianza de los resultados obtenidos, el laboratorio dispone de la acreditación de un organismo que respalda el cumplimiento de requisitos exigidos. En la actualidad, uno de esos requisitos es la capacidad de estimar y brindar la incertidumbre asociada a los resultados de ensayo.

El objetivo de esta monografía es establecer una metodología para la veracidad y la precisión en la estimación de la incertidumbre del contenido de humedad de la madera, así como identificar las fuentes de incertidumbre asociado al método dado en la norma ASTM D4442:2016 (método B).

La implementación y ejecución de esta metodología fue designada al analista de anatomía de la madera, propiedades físicas y mecánicas por su conocimiento de la madera y su comportamiento ante la humedad.

Objetivo general

- Establecer una metodología para la veracidad y precisión en la estimación de la incertidumbre del contenido de humedad de la madera, según la norma ASTM D4442:2016 - Método B.

Objetivos específicos

- Identificar las fuentes asociadas a la incertidumbre de medición en el ensayo de contenido de humedad de la madera.
- Estimar la incertidumbre asociada al contenido de humedad de la madera, según norma ASTM D4442:2016 – Método B.
- Identificar la fuente que aporta mayor incertidumbre al método.

CAPÍTULO I: Aspectos Generales

1.1 Descripción de la Institución empleadora

El Centro de Innovación Productiva y Transferencia Tecnológica de la Madera (CITEmadera) es una institución pública, creada en octubre del año 2000 por Resolución Suprema 150- 2000-ITINCI. Desde el 2013 forma parte de la red CITE del Instituto Tecnológico de la Producción (ITP). Promueve el desarrollo de las empresas de transformación de la madera con el propósito de contribuir al incremento de su competitividad y productividad en el mercado, con el respaldo del conocimiento y la innovación tecnológica a nivel nacional.

1.1.1 Ubicación

El Centro de Innovación Productiva y Transferencia Tecnológica de la Madera (CITEmadera) se ubica en Jirón Solidaridad Parcela II, Mz. F, Lt.11-A, Parque Industrial – Villa El Salvador, Lima, Perú.

1.1.2 Actividad

El CITEmadera promueve la innovación e impulsa la competitividad, mejora la calidad en las diferentes etapas de transformación e industrialización de la madera.

Desarrolla programas de investigación aplicada en la cadena productiva y sirve como soporte tecnológico de la producción en el sector de madera y muebles.

1.1.3 Misión y visión

1.1.3.1 Misión

Impulsar el desarrollo sustentable del país y su inserción internacional, a través de los servicios de ensayos brindados en base a normativas aplicables para el sector madera y muebles.

1.1.3.2 Visión

Convertir al Laboratorio del CITEmadera en un centro de excelencia en el sector madera y muebles, que sea percibido como un referente nacional por la sociedad peruana y reconocido internacionalmente por la calidad de los servicios que brinda, así como también ayudar al sector a cumplir los estándares de calidad requeridos por el mercado nacional e internacional.

1.1.4 Organización

En la figura 1, se presenta el organigrama general de la institución.

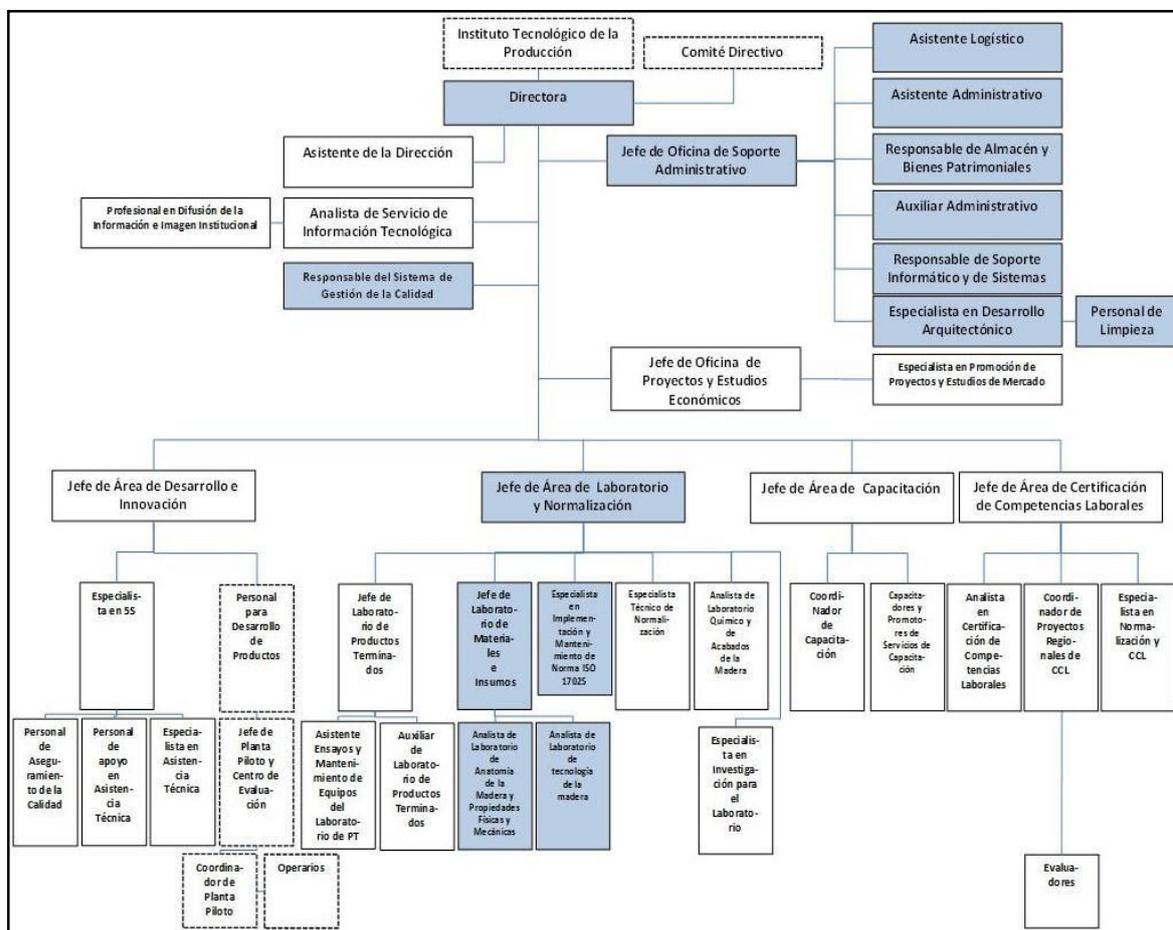


Figura 1: Organigrama del Centro de Innovación Productiva y Transferencia Tecnológica de la madera (CITEmadera). El color azul representa las áreas dentro del alcance de la acreditación ISO/IEC 17025-2005.

Fuente: Manual M-04 versión 7 - 2019. Manual del sistema de gestión de calidad del laboratorio de ensayos - Organigrama general del Centro de Innovación Productiva y Transferencia Tecnológica Madera - CITEMadera.

1.2.Descripción general de experiencia

1.2.1 Actividad desempeñada

Selección de la madera, elaboración de las probetas, codificación, dirección de los ensayos comparativos entre analistas, cálculo estadístico y estimación de la incertidumbre del contenido de la humedad según norma ASTM D4442-2016 (Método B) según lo estipulado en la norma ISO/IEC 17025-2005.

1.2.2 Propósito del puesto

Estimar la incertidumbre de los diversos métodos de ensayo brindados como servicios del laboratorio de materiales e insumos del CITEMadera.

1.2.3 Nombre original del producto

Acreditación del método para la determinación del contenido de humedad de la madera bajo la norma ASTM D4442-2016 (Método B) dentro del marco de la ISO/IEC 17025-2005.

1.2.4 Resultados obtenidos

Metodología para la estimación de la incertidumbre del contenido de humedad de la madera y propuesta para su reducción en el siguiente año.

CAPÍTULO II: Revisión Bibliográfica

2.1 Marco Teórico

2.1.1 Incertidumbre.

Según el Vocabulario internacional de metrología (2012) “la incertidumbre de medición es un parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza” (p. 25).

2.1.2 Mensurando.

Wolfgang y Lazos (2004) mencionan que el mensurando es “el atributo sujeto a medición de un fenómeno, cuerpo o sustancia que puede ser distinguido cualitativamente y determinado cuantitativamente. La definición del mensurando es vital para obtener buenos resultados de la medición” (p. 4).

El Vocabulario Internacional de Metrología (2012) define al mensurando como “la cantidad que se desea medir” (p.17).

2.1.3 Error e Incertidumbre.

Williams *et al.* (2012) define Error como la diferencia entre un resultado individual y el valor verdadero del mensurando. En la práctica, el error de una medida observada es la diferencia entre el valor observado y el valor de referencia. El error, como tal – ya sea teórico u observado – es un solo valor. En principio, el valor de un error conocido puede aplicarse como la corrección al resultado.

Además, menciona que la Incertidumbre toma la forma de un rango o un intervalo, y si se estima para un procedimiento y tipo de muestra definida, puede aplicarse a todas las determinaciones realizadas del mismo modo. En general, el valor de la incertidumbre no se puede utilizar para corregir un resultado de medida.

El error está definido por dos componentes: Error aleatorio y Error Sistemático.

2.1.4 Error Aleatorio.

Aparece de las variaciones impredecibles de las magnitudes de influencia. Estos efectos aleatorios producen variaciones en observaciones repetidas del mensurando. El error aleatorio de un resultado analítico no puede ser compensado, pero puede reducirse aumentando el número de observaciones (Williams et al., 2012).

2.1.5 Error Sistemático.

Se define como la componente del error que, en el transcurso de una cantidad de análisis del mismo mensurando, permanece constante o varía de forma predecible. No depende del número de medidas realizadas y no se puede reducir al aumentar el número de análisis bajo condiciones de medida constantes (Williams et al., 2012).

2.1.6 Humedad de la madera.

Walker (1993) define a la madera como un material poroso que contiene aire y agua, así como sustancia de madera. Como resultado el peso de una pieza de madera no es constante. La madera pierde o gana humedad dependiendo de las condiciones ambientales a las cuales está expuesto. Además, el volumen de una pieza de madera no es constante. La madera se contrae y se hincha a medida que pierde y gana humedad. Por lo tanto, es esencial saber cuánta agua contiene una pieza de madera antes de intentar determinar cualquier otra propiedad física.

2.1.7 Método gravimétrico.

Evalúa el contenido de humedad de la madera. La muestra húmeda se pesa y luego se seca en estufa hasta que el peso de referencia w_0 es alcanzado. Para la determinación común del contenido de humedad, donde no se requiere alta precisión, el peso seco w_0 se obtiene secando la muestra en un horno mantenido una temperatura de 103 ± 2 °C hasta alcanzar un peso constante. Este procedimiento reduce el contenido de humedad de la muestra a un valor bajo en equilibrio con una presión de vapor relativa suficientemente cercana a cero hasta que se asume que la muestra ha alcanzado su peso seco w_0 (Skaar, 1988).

Walker (1993) explica que los técnicos forestales y los tecnólogos de la madera definen el contenido de humedad de la madera en términos del peso inicial de la pieza de madera y el

peso final constante de la madera después del secado al horno a 103 ± 2 °C. Se supone que la diferencia entre los dos valores se debe a la pérdida de agua por evaporación durante el secado.

El mismo autor señala que el contenido de humedad se expresa como un porcentaje del peso seco al horno en lugar de un porcentaje del peso original. Existen varias razones para adoptar lo que a primera vista parece ser una definición curiosa:

- El peso seco al horno proporciona un punto de referencia estable.
- En consecuencia, la composición química de la materia seca en la madera es expresado como un porcentaje de este peso seco al horno.
- La industria se preocupa principalmente por la cantidad de madera en un tronco. La humedad dentro de este no tiene valor.

2.1.8 Importancia del contenido de humedad de la madera.

El contenido de humedad es importante en el secado, la impregnación, acabado y doblado de madera (Kollmann *et al.*, 1968).

2.1.9 Características de la madera influenciadas por la humedad.

Las propiedades físicas y mecánicas, la resistencia al deterioro biológico y la estabilidad dimensional de cualquier producto con base en madera se ve afectada por la cantidad de agua presente. Debido a que la mayoría de propiedades físicas y mecánicas de la madera y productos con base en madera se ven afectadas por el agua, es importante comprender la naturaleza de la misma en la madera y cómo se asocia con la microestructura y propiedades (Shmulsky *et al.*, 2019).

El contenido de humedad, dentro de un cierto rango, influye en las propiedades de resistencia, rigidez, dureza, resistencia a la abrasión, maquinado, valor calorífico, temperatura térmica ductilidad, propiedades de los gases producidos en gasógenos, rendimiento y calidad de lapulpa y resistencia de la madera contra la descomposición. La madera, como muchos otros materiales orgánicos, se contrae a medida que pierde humedad por debajo del punto de saturación de fibra y se hincha a medida que absorbe la humedad (Kollmann *et al.*, 1968).

2.1.10 Expresión de humedad.

Shmulsky et al. (2019) expresa la humedad de la madera como la cantidad de agua en la misma expresada como porcentaje del peso de madera libre de humedad o seca a estufa (SE). Así:

$$\text{porcentaje } CH = \left(\frac{\text{peso del agua}}{\text{peso } SE} \right) \times 100$$

Debido a que el denominador es el peso seco, no el peso total, el contenido de humedad calculado de esta manera puede ser superior al 100 %. En la industria de la pulpa y el papel, y en algunas partes de Europa, se utilizan otras prácticas para calcular el contenido de humedad.

2.2 Metodología

Se realizó la estimación de la incertidumbre del contenido de humedad de la madera bajo la norma ASTM D4442:2016 – Método B en el Laboratorio de Materiales e Insumos del CITEmadera siguiendo la metodología propuesta por la directriz para la estimación de la incertidumbre de la medición DA-acr-09D del Instituto Nacional de la Calidad (INACAL).

2.2.1 Identificación del mensurando

Para la identificación del mensurando se consideran:

- Método
- Alcance
- Rango de trabajo
- Expresión cuantitativa

2.2.2 Identificación de las fuentes de incertidumbre

Para la identificación de las fuentes de incertidumbre se elaboró un diagrama de árbol que evidencie gráficamente aquellos parámetros que influyen en el método por lo tanto en la incertidumbre del método.

2.2.3 Estimación de incertidumbres estándar de los componentes que influyen en la incertidumbre de medición del método de ensayo

En base a lo obtenido en el diagrama de árbol, se establecieron los siguientes componentes asociados a la estimación de incertidumbre:

2.2.3.1 Incertidumbre asociada al sesgo (B)

Para la estimación de la incertidumbre asociada al sesgo se determinará el contenido de humedad de referencia, comparando los resultados del analista 1 (A1) y el analista (A2) con respecto al analista con mayor experiencia en el método al cual se le llamará analista de referencia (AR).

El porcentaje de contenido de humedad de referencia es utilizado para calcular el sesgo con respecto al resultado obtenido por el analista en un punto dentro del rango de trabajo. Este sesgo es utilizado como un factor en la estimación de la incertidumbre de medición.

Para el 2018 a cada analista se le entregó 30 muestras de madera Tornillo (*Cedrelinga cateniformis*) para la determinación de su contenido de humedad en tres rangos de concentración:

- 10 probetas de madera a un contenido de humedad bajo (entre 8 % y 10 % de contenido de humedad).
- 10 probetas de madera a un contenido de humedad medio (entre 11 % y 13 % de contenido de humedad).
- 10 probetas de madera a un contenido de humedad alto (entre 22 % y 24 % de contenido de humedad).

El número de probetas para el ensayo se estableció según la publicación “La adecuación al uso de los métodos analíticos” de EURACHEM la cual establece que para ensayos de veracidad y precisión, en número mínimo de probetas es de 10.

Para el año 2019 se entregaron 15 probetas (cinco más que el año anterior para tener un mayor tamaño de muestra) de madera para la determinación de su contenido de humedad en

tres rangos distintos de contenido de humedad (bajo, medio y alto):

- 15 probetas de madera a un contenido de humedad bajo (entre 5 % y 6 % de contenido de humedad).
- 15 probetas de madera a un contenido de humedad medio (entre 13 % y 14 % de contenido de humedad).
- 15 probetas de madera a un contenido de humedad alto (entre 36 % y 37 % de contenido de humedad).

Se realizó la comparación gráficamente entre los resultados del porcentaje del contenido de humedad del analista de referencia (AR) y el promedio de los resultados del analista 1 (A1) y el analista 2 (A2), obteniéndose una ecuación para calcular el porcentaje de contenido de humedad de referencia.

Para evaluar la confiabilidad de los resultados se determinó la exactitud (Precisión y Veracidad) entre los resultados de los analistas 1 y 2 con los resultados del analista de referencia.

Para ello, se comparará los valores del Contenido de Humedad (%) obtenidos por los analistas usando los siguientes estadísticos:

Veracidad:

La veracidad se verificará con las siguientes pruebas estadísticas:

- T-Student de dos muestras: Siempre y cuando los resultados posean distribución normal.
- Prueba de Mann Whitney: siempre y cuando los resultados posean distribución nonormal.

Se trabajará con un nivel de confianza del 95% para los estudios de veracidad. Por lo tanto, el nivel de significancia será de 0,05.

Las conclusiones serán las siguientes:

- Si el p-value de la prueba es superior o igual a 0,05; se concluirá que el método es veraz.
Si el p-value de la prueba es menor a 0,05; se concluirá que el método no es veraz.

Precisión:

La precisión se verificará con las siguientes pruebas estadísticas:

- Prueba F: Siempre y cuando los resultados posean distribución normal.
- Prueba de Levene: Siempre y cuando los resultados posean distribución no normal.

Se trabajará con un nivel de confianza del 95 % para los estudios de precisión. Por lo tanto, el nivel de significancia será de 0,05.

Las conclusiones serán las siguientes:

- Si el p-value de la prueba es superior o igual a 0,05; se concluirá que el método es preciso.
- Si el p-value de la prueba es menor a 0,05; se concluirá que el método no es preciso.

Exactitud:

Si los resultados son veraces y precisos serán exactos, concluyendo que estadísticamente los resultados son iguales al 95 % de confianza.

Para el análisis de los resultados se utilizó el software estadístico Minitab 18.

Una vez encontrada la relación entre el contenido de humedad determinado en el ensayo y el de referencia se aplicará la siguiente expresión:

$$B = \bar{x} - \mu$$

Donde:

\bar{x}	:	Valor reportado por el laboratorio
μ	:	Valor reportado por el laboratorio de referencia
B	:	Bias o Sesgo

2.2.3.2 Incertidumbre asociada a la fórmula del contenido de humedad

La incertidumbre de la fórmula implica los instrumentos utilizados para la obtención del resultado que pueden comprender instrumentos volumétricos, gravimétricos, rectas de calibración entre otros, por lo tanto, se entiende que el resultado obtenido es una función de variables de entradas:

$$y = f_{(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n)}$$

La expresión empleada para la estimación de la incertidumbre asociada a la fórmula es la establecida en el documento “Cuantificación de la incertidumbre en medidas analíticas” de EURACHEM. Por lo tanto la incertidumbre asociada al resultado de la fórmula se expresa:

$$u_y^2 = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial y}{\partial x_i} \right)^2 u_{x_i}^2$$

Donde:

$\frac{\partial y}{\partial x_i}$:	Derivada parcial de la variable i-ésima respecto al contenido de humedad de interés en la ecuación matemática que los relaciona (fórmula).
u_{x_i}	:	Incertidumbre estándar del factor i-ésimo

2.2.3.3 Estimación de la incertidumbre asociada a la repetibilidad del método

Para el 2018 la incertidumbre asociada a la repetibilidad del método se emplearon los resultados obtenidos en la comparación de los tres analistas, se calcula el valor medio y se determina la desviación estándar de repetibilidad para cada resultado de los analistas en los tres rangos trabajados.

Se realizó la comparación gráficamente entre los valores medios (Mediana) de los resultados del porcentaje de contenido de humedad en cada rango con la mayor desviación estándar de repetibilidad calculada en cada nivel de humedad, obteniéndose una ecuación para calcular la desviación estándar de repetibilidad.

Para el 2019 se realizó la comparación gráficamente entre los valores medios (Media) de los resultados del contenido de humedad con la desviación estándar de relativa (RSD) para cada rango de contenido de humedad, obteniéndose una ecuación para calcular la desviación estándar de repetibilidad a un determinado contenido de humedad.

Por lo tanto, la desviación estándar de cada analista se obtendrá de la siguiente forma:

$$S = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}$$

Donde:

- x_i : Valor de la i-ésima repetición.
- \bar{x} : Promedio de los datos.
- n : Número de datos.

La desviación estándar de repetibilidad de cada rango de humedad se obtiene de acuerdo a la norma ISO 5725-2 (punto 7.4.5.1) aplicando la siguiente fórmula:

$$S_r = \sqrt{\frac{(n_1 - 1) \times S_R^2 + (n_2 - 1) \times S_1^2 + (n_3 - 1) \times S_2^2}{(n_R - 1) + (n_1 - 1) + (n_2 - 1)}}$$

Donde:

- S_r : Desviación estándar de repetibilidad.
- S_R^2 : Varianza del analista de referencia
- S_1^2 : Varianza del analista 1.
- S_2^2 : Varianza del analista 2.
- n_R : Número de datos del analista de referencia.

- n_1 : Número de datos del analista 1.
 n_2 : Número de datos del analista 2.

Para determinar la desviación estándar de repetibilidad (S_r) asociado a cada rango de contenido de humedad, se debe de realizar un estudio de regresión a fin de establecer una fórmula que la relacione.

Debido a que se trata de diferentes rangos de contenido de humedad, es preferible usar la desviación estándar relativa (RSD) en este estudio. La fórmula de desviación estándar relativa es la siguiente:

$$RSD = \frac{S_r}{\bar{X}} \times 100$$

Donde:

- RSD : Desviación estándar relativa
 S_r : Desviación estándar de repetibilidad entre analistas
 \bar{X} : Promedio por cada nivel de contenido de humedad de la madera.

2.2.4 Estimación de la incertidumbre combinada

Con los valores obtenidos se estimó la incertidumbre combinada de la siguiente manera:

$$U_C = B^2 + S_r^2 + \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial y}{\partial x_i} \right)^2 u_{x_i}^2$$

Donde:

- U_C : Incertidumbre combinada
 B^2 : Incertidumbre asociada al sesgo
 S_r^2 : Incertidumbre asociada a la repetibilidad del método
 $\frac{\partial y}{\partial x_i}$: Derivada parcial de la variable i-ésima respecto al analito de interés en la ecuación matemática que los relaciona (fórmula).

u_{x_i} : Incertidumbre estándar del factor i-ésimo

2.2.5 Estimación de la incertidumbre expandida

Se determina y reporta la incertidumbre expandida de la siguiente manera:

$$U = U_C \times k$$

Donde:

U : Incertidumbre expandida del método

U_C : Incertidumbre combinada

k : Factor de cobertura

2.3 Contribución a la solución a los problemas presentados.

El trabajo como analista de laboratorio contribuyó a la implementación de la documentación relacionado al sistema de gestión de la calidad tales como: instrucciones técnicas de métodos de ensayo, procedimientos para la verificación de equipos, programas de calibración y establecimiento de criterios de aseguramiento de la calidad con la finalidad de emitir resultados confiables.

Uno de los indicadores de la calidad de resultados es la incertidumbre asociada a una medición, en este caso el contenido de humedad de la madera establecido en la norma ASTM D4442-2016. Se estableció una metodología respetando las indicaciones de la directriz de INACAL que sean acordes al comportamiento de humedad dentro de la madera, así como la metodología para la comparación entre laboratorios y entre analistas que aseguren la calidad de los resultados.

El analista de laboratorio al estimar la incertidumbre del contenido de la madera, considera los factores importantes que influyen en el resultado de ensayo y con ello asegurando resultados confiables.

2.4 Competencias y habilidades adquiridas.

Las competencias y habilidades adquiridas durante la formación profesional que ayudaron a

la estimación de la incertidumbre para el contenido de humedad de la madera son las siguientes:

- Conocimientos de métodos estadísticos.
- Formulación, diseño, desarrollo y aplicación de técnicas, metodologías o proyectos de investigación.
- Conocimiento sobre el comportamiento de la humedad en la madera.
- Capacidad para exponer sus ideas y capacitar a personal en el método de ensayo.
- Gestionar actividades y recursos.
- Conocimiento de la anatomía de la madera, así como en el comportamiento de distintas especies comerciales a la pérdida o ganancia de humedad.
- Capacidad para gestionar información.
- Capacidad de trabajo en equipo, comprometido, proactivo, empático, sinérgico

2.5 Equipos y materiales

2.5.1 Equipos

- Balanza analítica, marca Ohaus, modelo Adventurer Pro AV2102, precisión 0,01 g.
- Estufa, marca Binder, modelo FD 115, capacidad 115 litros.

2.5.2 Materiales

- Pinzas
- Guantes de nitrilo.
- Desecador con sílica gel.
- Lija grano 320.
- Cuchilla

CAPÍTULO III: Desarrollo y resultados de la comparación

3.1 Resultados

3.1.1 Estimación de los componentes de incertidumbre para el año 2018.

El proceso para la estimación de la incertidumbre para este año involucra las siguientes etapas establecidas según la directriz para la estimación de la incertidumbre de la medición DA- acr-09D del Instituto Nacional de la Calidad (INACAL).

3.1.1.1 Especificación del mensurando

- Método: ASTM D4442-2016 (Método B)
- Alcance: Madera
- Rango de trabajo: 8 % - 23 % (Establecido en los ensayos de comparación entreanalistas)
- Expresión cuantitativa:

$$\%CH = \left(\frac{M_{\text{inicial}} - M_{\text{final}}}{M_{\text{final}}} \right) \times 100$$

Donde:

%CH : Porcentaje de contenido de humedad

M_{inicial} : Masa inicial

M_{final} : Masa final (Anhidra)

3.1.1.2 Identificación de las fuentes de incertidumbre

Por medio de un diagrama de árbol se establecieron las fuentes de incertidumbre asociadas al método de contenido de humedad. En la figura 2 se aprecia el resultado de este análisis.

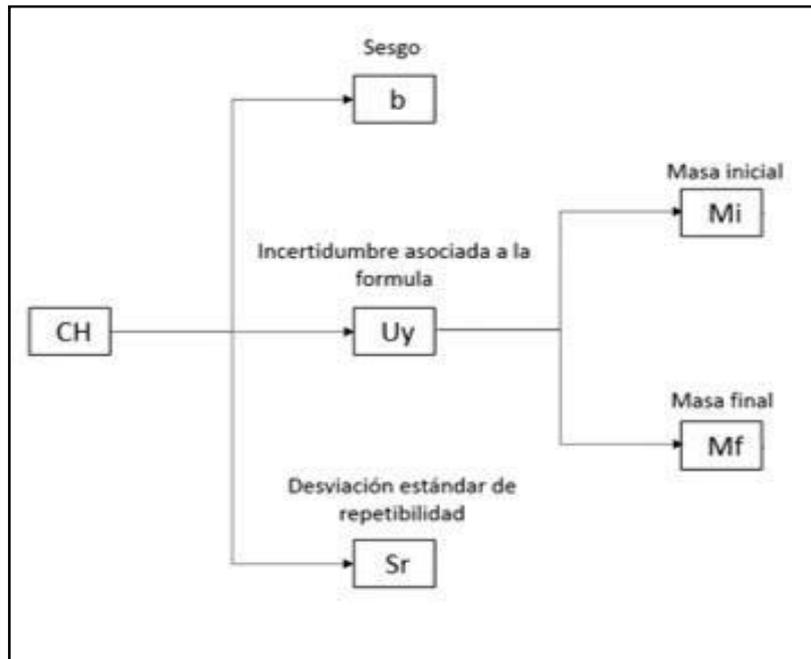


Figura 2: Diagrama de árbol del método para la determinación del contenido de humedad de la madera (CH). Sesgo (b). Incertidumbre asociada a la fórmula (Uy). Desviación estándar de repetibilidad (Sr). Tomado de: PS-12 Procedimiento para la estimación de

Se identificaron tres componentes que influyen en la incertidumbre de medición del método:

- **Incertidumbre asociada al sesgo.** Es la diferencia entre el valor determinado en el ensayo y un valor considerado de referencia.
- **Incertidumbre asociada a la fórmula.** Toma en cuenta la incertidumbre en la medición de la masa inicial y la masa final.
- **Incertidumbre asociada a la repetibilidad.** Es la desviación estándar de los resultados de humedad en los ensayos comparativos entre analistas.

3.1.1.3 Incertidumbre asociada al sesgo

De los resultados en los ensayos comparativos entre analistas se generó la información para determinar el contenido de humedad de la madera de referencia.

3.1.1.3.1 Cálculo del porcentaje de humedad de referencia

De la gráfica 1 se tiene la ecuación para calcular el porcentaje del contenido de humedad de referencia a partir de un valor obtenido como resultado de la realización de un ensayo para determinar el porcentaje de Contenido de Humedad.

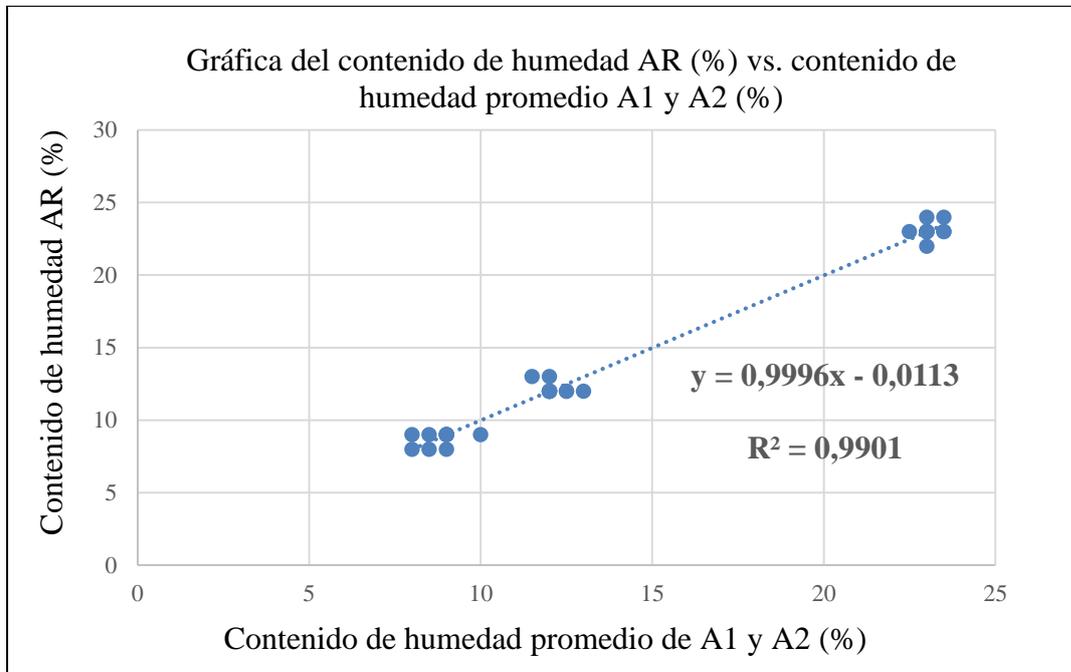


Figura 3: Gráfica de la relación entre el contenido de humedad (%) del analista de referencia y el promedio del contenido de humedad de los analistas 1 y 2.

De la figura 3 se obtiene la ecuación que relaciona el contenido de humedad obtenido con el contenido de humedad de referencia es la siguiente:

$$\% \text{ CH referencia} = 0,9996 (\% \text{ CH obtenido}) - 0,0113$$

Donde:

% CH referencia : Porcentaje del contenido de humedad de referencia

% CH obtenido : Porcentaje del contenido de humedad obtenido en el ensayo

3.1.1.3.2 Fórmula para la estimación de la incertidumbre asociada al sesgo

A partir de la ecuación para la determinar el contenido de humedad de referencia se establece la siguiente expresión para la determinación de la incertidumbre asociada al sesgo:

$$B = |\% \text{ CH referencia} - \% \text{ CH obtenido}|$$

Donde:

% CH referencia	:	Porcentaje del contenido de humedad de Referencia.
% CH obtenido	:	Porcentaje del contenido de humedad obtenido en el ensayo.
B	:	Bias o Sesgo

3.1.1.4 Incertidumbre asociada a la repetibilidad

De los ensayos comparativos entre analistas se obtuvo la información para determinar la desviación estándar de repetibilidad.

3.1.1.4.1 Fórmula para la estimación de la incertidumbre asociada a la repetibilidad

De la figura 11 se tiene la ecuación para el cálculo de la Desviación Estándar de Repetibilidad (DER) que se utilizará como factor en la estimación de la incertidumbre asociada a la repetibilidad.

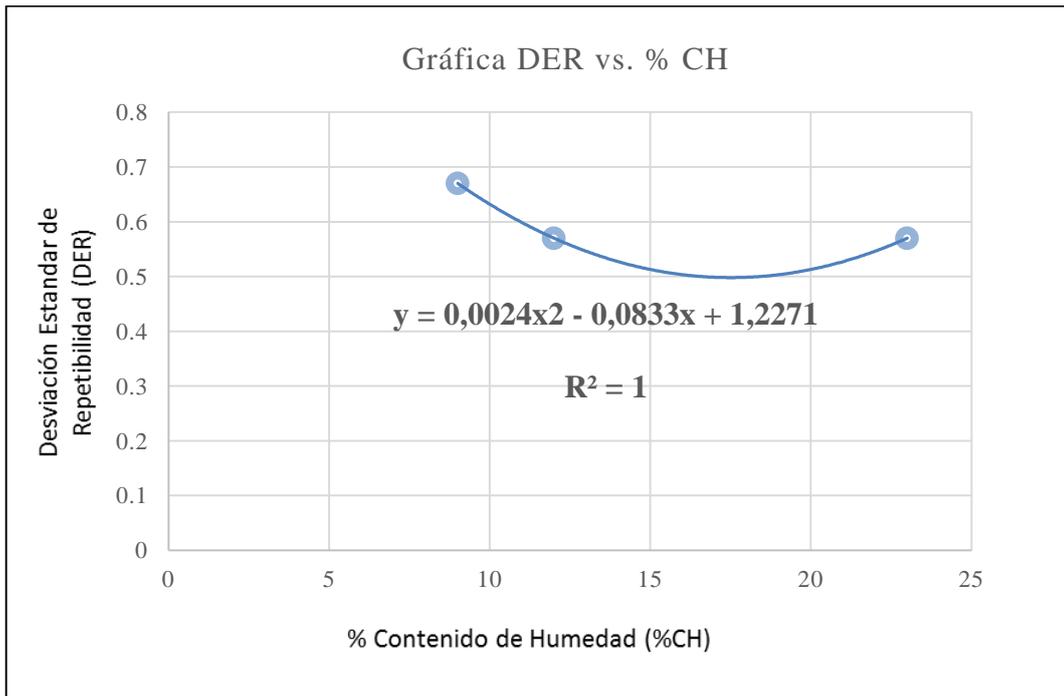


Figura 4: Gráfica de la relación entre la desviación estándar de repetibilidad y el porcentaje de contenido de humedad.

En la figura 4 se aprecia el comportamiento de la dispersión de los resultados determinados por los analistas en la cual a bajos niveles de humedad es mayor y menor a medida que se acerca 17 a 18 porcentaje de contenido de humedad. De esta figura se extrae la ecuación que relaciona el contenido de humedad obtenido y la desviación estándar de repetibilidad es la siguiente:

$$DER = 0,0024 (\%CH)^2 - 0,0833 (\%CH) + 1,2271$$

Donde:

DER : Desviación estándar de repetibilidad a un determinado contenido de humedad de la madera (%)

CH : Contenido de humedad de la madera (%)

3.1.1.5 Incertidumbre asociada a la fórmula

Partiendo del principio teórico del método se establecen dos parámetros que influyen en la incertidumbre asociada a la fórmula, la masa inicial (M_{inicial}) y la masa final (M_{final}).

Aplicando la fórmula de la incertidumbre asociada al principio teórico del método planteado por EURACHEM en el documento “Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas” como se indica a continuación:

$$u_y^2 = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial y}{\partial x_i} \right)^2 u_{x_i}^2$$

Se obtiene:

$$U_y^2 = \left(\frac{\partial \%CH}{\partial M_i} \right)^2 U_{M_i}^2 + \left(\frac{\partial \%CH}{\partial M_f} \right)^2 U_{M_f}^2$$

Finalmente, la incertidumbre asociada a la fórmula es la siguiente:

$$U_y^2 = \left(\frac{100}{M_f} \right)^2 U_{M_i}^2 + \left(\frac{-100 \times M_i}{M_f^2} \right)^2 U_{M_f}^2$$

Donde:

- U_y : Incertidumbre asociada a la fórmula.
- M_f : Masa final.
- M_i : Masa inicial.
- U_{M_i} : Incertidumbre asociada a la masa inicial.
- U_{M_f} : Incertidumbre asociada a la masa final.

Estos componentes de incertidumbre serían los valores de referencia para las próximas estimaciones. El valor de incertidumbre dependerá del contenido de humedad determinado en el ensayo.

3.1.2 Estimación de los componentes de incertidumbre para el año 2019.

El proceso para la estimación de la incertidumbre para este año involucra las siguientes etapas establecidas según la directriz para la estimación de la incertidumbre de la medición DA- acr-09D del Instituto Nacional de la Calidad (INACAL).

3.1.2.1 Especificación del mensurando

Método: ASTM D4442-2016

Alcance: Madera

Rango de trabajo: 6 % - 37 % (Establecido en los ensayos de comparación entre analistas).

Expresión cuantitativa:

$$\%CH = \left(\frac{M_{\text{inicial}} - M_{\text{final}}}{M_{\text{final}}} \right) \times 100$$

Donde:

%CH : Porcentaje del contenido de humedad

M_{inicial} : Masa inicial

M_{final} : Masa final

3.1.2.2 Identificación de las fuentes de incertidumbre

Por medio de un diagrama de árbol se establecieron las fuentes de incertidumbre asociadas al método de contenido de humedad. El resultado de este análisis se puede apreciar en la figura 5.

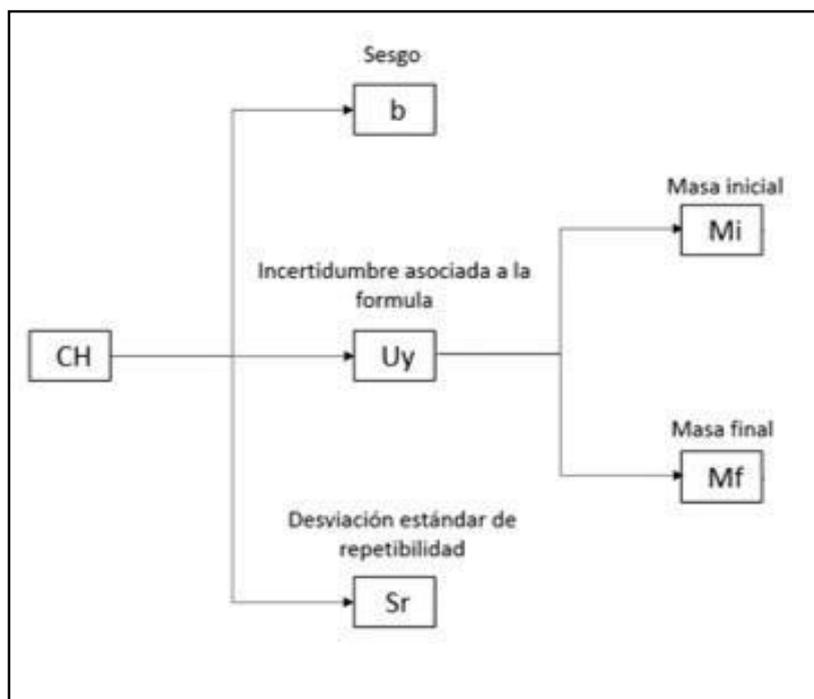


Figura 5: Diagrama de árbol del método para la determinación del contenido de humedad de la madera (CH). Sesgo (b). Incertidumbre asociada a la fórmula (Uy). Desviación estándar de repetibilidad (Sr). Tomado de: PS-12 Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la medición

Se identificaron tres componentes que influyen en la incertidumbre de medición del método:

- **Incertidumbre asociada al sesgo.** Es la diferencia entre el valor determinado en el ensayo y un valor considerado de referencia.
- **Incertidumbre asociada a la fórmula.** Toma en cuenta la incertidumbre en la medición de la masa inicial y la masa final.
- **Incertidumbre asociada a la repetibilidad.** Es la desviación estándar de los resultados de humedad en los ensayos comparativos entre analistas.

3.1.2.3 Incertidumbre asociada al sesgo

De los resultados en los ensayos comparativos entre analistas se generó la información para determinar el contenido de humedad de la madera de referencia.

3.1.2.3.1 Cálculo del porcentaje de humedad de referencia

De la gráfica 1 se tiene la ecuación para calcular el porcentaje del contenido de humedad de referencia a partir de un valor obtenido como resultado de la realización de un ensayo para determinar el porcentaje de Contenido de Humedad. La ecuación es la siguiente:

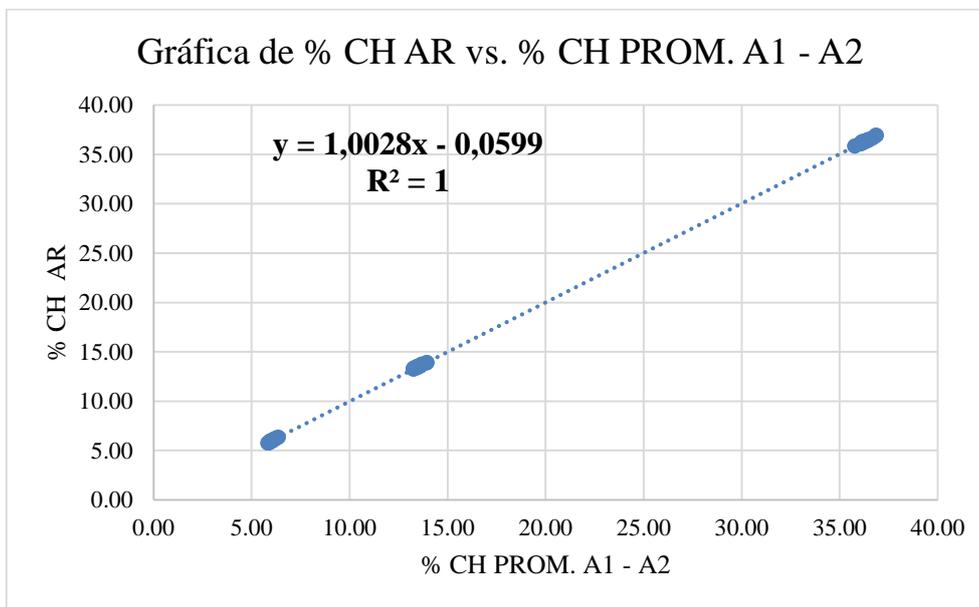


Figura 6: Gráfica de la relación del porcentaje del contenido de humedad del analista de referencia (AR) y el porcentaje del contenido de humedad promedio de ambos analistas (A1 y A2).

La ecuación que relaciona el contenido de humedad obtenido con el contenido de humedad de referencia es la siguiente:

$$\% \text{ CH referencia} = 1,0028 (\% \text{ CH obtenido}) - 0,0599$$

Donde:

% CH referencia : Porcentaje de obtenido de humedad de referencia

% CH obtenido : Porcentaje de contenido de humedad obtenido en el ensayo

3.1.2.3.2 *Fórmula para la estimación de la incertidumbre asociada al sesgo*

A partir de la ecuación para la determinar el contenido de humedad de referencia se establece la siguiente expresión para la determinación de la incertidumbre asociada al sesgo:

$$B = |\% \text{ CH referencia} - \% \text{ CH obtenido}|$$

Donde:

% CH referencia	:	Porcentaje del contenido de humedad de Referencia.
% CH obtenido	:	Porcentaje del contenido de humedad obtenido en el ensayo.
B	:	Bias o Sesgo

3.1.2.4 *Incertidumbre asociada a la repetibilidad*

De los ensayos comparativos entre analistas se obtuvo la información para determinar la desviación estándar de repetibilidad.

3.1.2.4.1 Cálculo de la desviación estándar de repetibilidad

De la figura 11 se tiene la ecuación para el cálculo de la Desviación Estándar de Repetibilidad que se utilizará como factor en la estimación de la incertidumbre asociada a la repetibilidad.

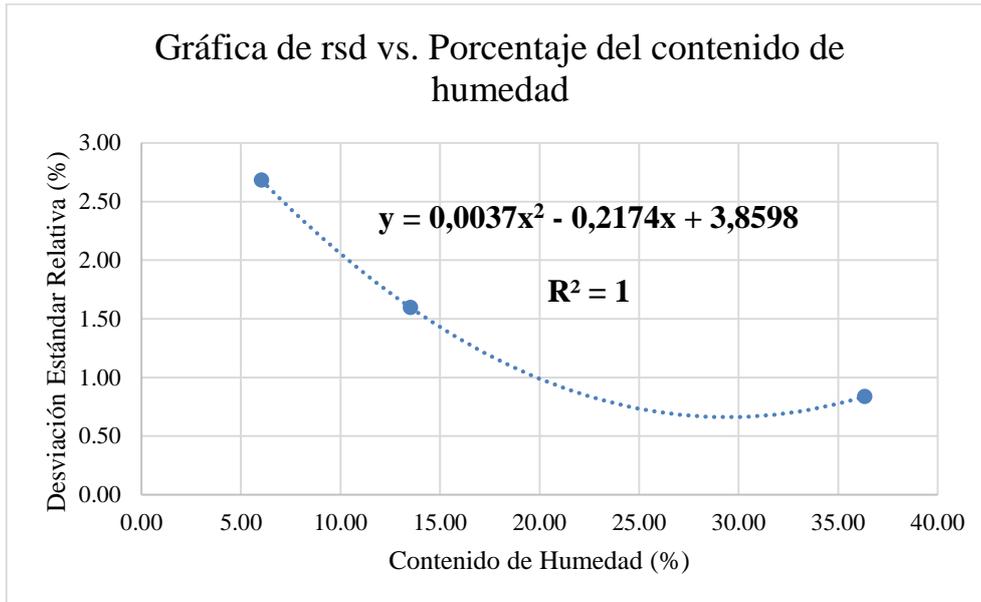


Figura 7: Gráfica de la desviación estándar relativa y el porcentaje de contenido de humedad.

En la figura 7 se puede apreciar que a un menor contenido de humedad la dispersión de los datos a niveles de humedad bajo y reduciendo este valor a medida se acerca al punto de saturación de las fibras. En este año se amplió el rango de trabajo para el ensayo además de mejorar el acondicionamiento de las probetas a ser ensayadas por los analistas. De la figura 7 se obtiene la ecuación que relaciona el contenido de humedad obtenido y la desviación estándar de repetibilidad. La ecuación es la siguiente:

$$Sr_{CH} = \frac{CH}{100} \times (0,0037 \times CH^2 - 0,2174 \times CH + 3,8598)$$

Donde:

Sr_{CH} : Desviación estándar de repetibilidad a un determinado contenido de humedad de la madera (%)

CH : Contenido de humedad de la madera (%)

RSD : Desviación Estándar Relativa (%)

3.1.2.5 Incertidumbre asociada a la fórmula

Partiendo del principio teórico del método se establecen dos parámetros que influyen en la incertidumbre asociada a la fórmula, la masa inicial (M_{inicial}) y la masa final (M_{final}).

Aplicando la fórmula de la incertidumbre asociada al principio teórico del método planteado por EURACHEM en el documento “Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas” como se indica a continuación:

$$\%CH = \left(\frac{M_{\text{inicial}} - M_{\text{final}}}{M_{\text{final}}} \right) \times 100$$

Aplicando la fórmula de la incertidumbre asociada al principio teórico del método:

$$u_y^2 = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial y}{\partial x_i} \right)^2 u_{x_i}^2$$

Se obtiene:

$$U_y^2 = \left(\frac{\partial \%CH}{\partial M_i} \right)^2 U_{M_i}^2 + \left(\frac{\partial \%CH}{\partial M_f} \right)^2 U_{M_f}^2$$

Finalmente:

$$U_y^2 = \left(\frac{100}{M_f} \right)^2 U_{M_i}^2 + \left(\frac{-100 \times M_i}{M_f^2} \right)^2 U_{M_f}^2$$

3.1.3 Aplicación

La incertidumbre es un intervalo que depende del valor del contenido de humedad, por lo que va a variar en todo el rango de trabajo. Para poder apreciar el cambio de incertidumbre de un año a otro se plantea un valor de humedad de 12,03 % para una probeta de madera de masa inicial de 18,06 g y masa final de 16,12 g. El resultado de este cálculo se puede apreciar en la tabla siguiente:

Tabla 1: Resultados de la aplicación de estimación de incertidumbre para un determinado contenido de humedad de la madera.

Incertidumbre	Para el año 2018	Para el año 2019
Asociada al sesgo	0,02	0,03
Asociada a la repetibilidad del método	0,57	0,21
Asociado a la fórmula	0,06	0,06
Combinada	0,56	0,22
Expandida	1,12	0,44

Se determinó que el parámetro que aporta más incertidumbre fue el asociado a la repetibilidad del método con un valor de 0,21 menor al estimado el año anterior con un valor de 0,57. Esto ocurrió debido a que el acondicionamiento de las probetas en el año 2018 no fue el adecuado para cada rango de humedad deseado causando mayor dispersión en los datos, además al inicio los analistas demoraban en el proceso de pesaje de probetas.

3.2 Beneficio obtenido por el centro laboral

El analista de laboratorio al estimar la incertidumbre del contenido de humedad de la madera, no solo colaboró a que la entidad donde labora, el Centro de Innovación Productiva y Transferencia Tecnológica de la Madera (CITEmadera) obtenga y mantenga la acreditación ISO/IEC 17025- 2005, además a ser un laboratorio de referencia para otras instituciones con los mismos fines y que deseen acreditarse bajo la norma ISO/IEC 17025-2005 en la determinación del contenido de humedad de la madera en el método B de la ASTM D4442:2016.

3.3 Aporte del sustentante a la estimación de la incertidumbre

El aporte del sustentante a la estimación de la incertidumbre al contenido de humedad de la madera en el laboratorio donde labora son las siguientes:

- Selección de la madera, lugar de extracción de las probetas dentro de la tabla y dimensiones de las probetas para los distintos ensayos de humedad.
- Procedimiento de laboratorio para la estimación de incertidumbre que puede ser aplicado por otros métodos de

ensayo.

- Acondicionamiento de las probetas de madera para los estudios de veracidad y precisión en tres distintos contenidos de humedad de la madera.
- Metodología para la verificación de balanzas y estufas.
- Capacitaciones sobre metodología a seguir en el método y la estimación de la incertidumbre a los analistas del laboratorio.
- Elaboración de instrucción técnica para la determinación del contenido de humedad de la madera.

CONCLUSIONES

- Se estableció una metodología para la veracidad y la precisión en la estimación de la incertidumbre del contenido de humedad de la madera, según la norma ASTM D4442:2016 – Método B.
- Se estimó la incertidumbre asociada al contenido de humedad de la madera para los años 2018 y 2019, según la norma ASTM D4442:2016 - Método B, la cual emite resultados que son dependientes del contenido de humedad de la pieza de madera dentro del rango de trabajo establecido por cada año.
- Las fuentes asociadas a la incertidumbre de medición en el ensayo de contenido de humedad de la madera fueron el sesgo, la fórmula y la repetibilidad del método.
- Se identificó que la fuente que aporta mayor incertidumbre al método para la determinación del contenido de humedad de la madera bajo la norma ASTM D4442- 2016 (método B) fue la incertidumbre asociada a la repetibilidad.

RECOMENDACIONES

- Acreditar nuevos ensayos incorporando materiales derivados de la madera comotableros de fibras o aglomerados.
- Ampliar el alcance de la acreditación de este método incorporando especies con alto grado de extractivos que puedan generar distorsión en los resultados.
- Emplear equipos especializados para que el acondicionamiento de las probetas sea lo más homogéneo posible y que la variación de humedad entre ellas llegue a ser mínima.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BiPM, I. E. C., IFcc, I., IUPAC, I., & ISO, O. (2012). The international vocabulary of metrology—basic and general concepts and associated terms (VIM). JcGM, 200, 2012.
- Ellison, S. L., & Williams, A. (Eds.). (2000). Quantifying uncertainty in analytical measurement (pp. 1-120). Caparica, Portugal: Eurachem.
- INACAL (Instituto Nacional de la Calidad). 2018. Directriz para la evaluación de la incertidumbre de la medición en laboratorios de ensayo y calibración. DA-acr-09D versión 01. Lima, Perú. 17 p.
- ISO/IEC 17025 (2017). Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y de Calibración.
- Kollmann, F. F. P., & Cote, W. A. (1968). Principles of Wood Science and Technology, vol. I. Solid Wood.
- Magnusson, B. (2014). The fitness for purpose of analytical methods: a laboratory guide to method validation and related topics (2014).
- Shmulsky, R., & Jones, P. D. (2019). Forest products and wood science: an introduction. John Wiley & Sons.
- Skaar, C. (1988). Wood-water relations. Springer Science & Business Media.
- Vignote Peña, S., & Martínez Rojas, I. (2005). Tecnología de la madera.
- Walker, J. C. (1993). Primary wood processing: principles and practice. Springer Science & Business Media.
- Wolfgang, A., & Lazos, R. (2004). Guía para estimar la incertidumbre de la medición. El Marqués, Qro., México, 1-27.

ANEXOS

ANEXO 1: Resultados del contenido de humedad de cada analista por probeta para el año 2018

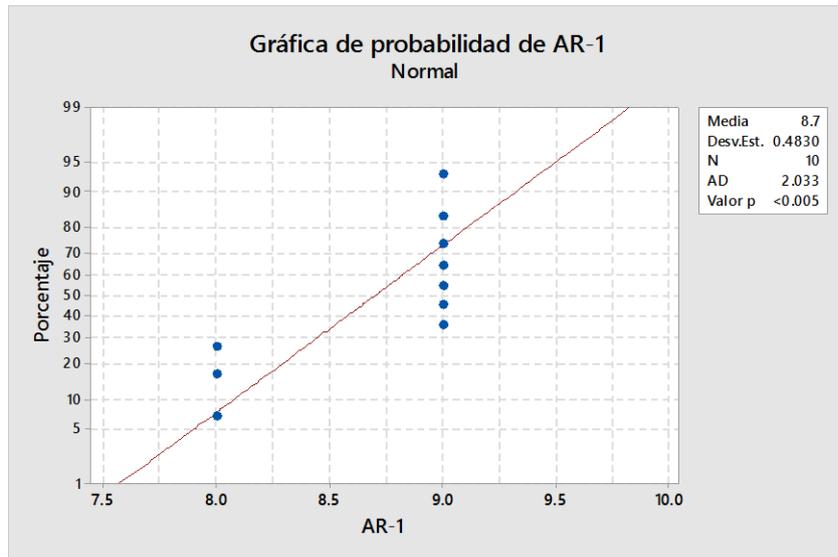
Rango 1 (%) por probeta										
Analista	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
AR-1	9	8	9	9	9	9	9	9	8	8
A1-1	8	9	9	10	9	9	9	9	9	8
A2-1	8	8	9	10	9	9	9	8	9	8
Rango 2 (%) por probeta										
Analista	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
AR-2	12	12	12	12	12	12	12	13	13	12
A1-2	12	13	12	13	12	12	12	12	11	12
A2-2	12	13	12	12	12	12	12	12	12	13
Rango 3 (%) por probeta										
Analista	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
AR-3	22	23	23	23	23	24	24	23	23	23
A1-3	23	23	22	23	23	23	23	23	23	24
A2-3	23	23	23	24	23	23	24	23	23	23

ANEXO 2: Pruebas de normalidad de los resultados de contenido de humedad determinados por los analistas en el año 2018

Rango 1

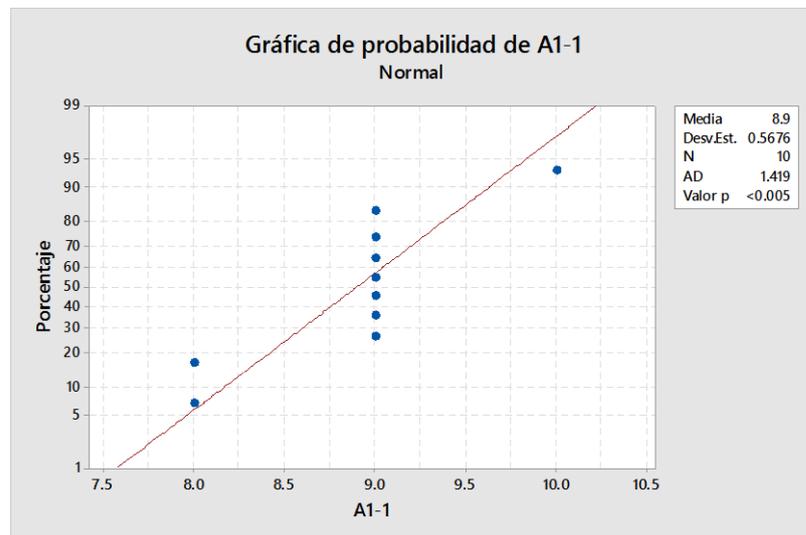
Prueba de normalidad

Resultados reportados por el Analista de Referencia:



Gráfica de probabilidad normal del analista de referencia para el rango 1 (AR-1) de humedad.

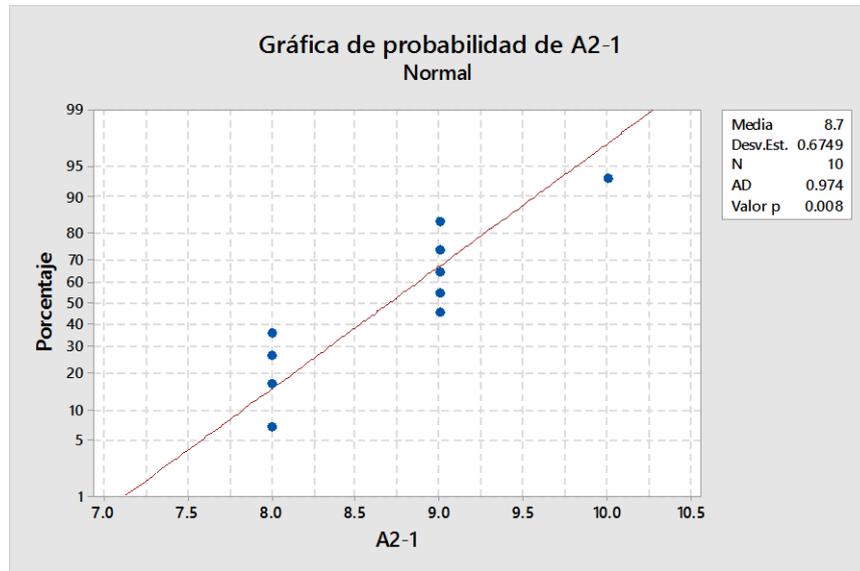
EL valor de p es menor a 0,05 por lo que se concluye que la distribución de datos es nonormal. Resultados reportados por el Analista 1:



Gráfica de probabilidad normal del analista 1 para el rango 1 (A1-1) de humedad.

El valor de p es menor a 0,05 por lo que se concluye que la distribución de datos es no

normal. Resultados reportados por el Analista 2:



Gráfica de probabilidad normal del analista 1 para el rango 2 (A2-1) de humedad.

El valor de p es menor a 0,05 por lo que se concluye que la distribución de datos es nonormal.

ANEXO 3: Veracidad y precisión de los resultados de los analistas para el año 2018

Veracidad de los resultados

La distribución de datos es no normal, se utilizó la Prueba de Mann Whitney.

Prueba de Mann-Whitney:

Comparación A1-1, AR-1.

Método:

η_1 : mediana de A1-1

η_2 : mediana de AR-1

Diferencia: $\eta_1 - \eta_2$

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \eta_1 - \eta_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \eta_1 - \eta_2 \neq 0$

Resultado:

El resultado del valor p de la prueba de Mann Whitney en la comparación entre el A1-1, AR-1 fue de 0,545. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son veraces al 95 % de confianza.

Prueba de Mann-Whitney:

Comparación A2-1, AR-1.

Método:

η_1 : mediana de A2-1

η_2 : mediana de AR-1

Diferencia: $\eta_1 - \eta_2$

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \eta_1 - \eta_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \eta_1 - \eta_2 \neq 0$

Resultado:

El resultado del valor p de la prueba de Mann Whitney en la comparación entre el A2-1, AR-1 fue de 0,940. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son veraces al 95 % de confianza.

Precisión de los resultados

La distribución de datos es no normal, se utilizó la

Prueba de Levene. Prueba de Levene para dos

varianzas: Comparación A1-1, AR-1.

Método:

σ_1 : desviación estándar de A1-1

σ_2 : desviación estándar de AR-1

Relación: σ_1/σ_2

Prueba:

Hipótesis nula	$H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$
Hipótesis alterna	$H_1: \sigma_1 / \sigma_2 > 1$
Nivel de significancia	$\alpha = 0,05$

Resultado:

El resultado del valor p de la prueba de Levene en la comparación entre el A1-1, AR-1 fue de 0,500. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son precisos al 95 % de confianza.

Prueba Levene para dos varianzas:

Comparación A2-1, AR-1.Método:

σ_1 : desviación estándar de A2-1

σ_2 : desviación estándar de AR-1

Relación: σ_1/σ_2

Prueba:

Hipótesis nula	$H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$
Hipótesis alterna	$H_1: \sigma_1 / \sigma_2 > 1$
Nivel de significancia	$\alpha = 0.05$

Resultado:

El resultado del valor p de la prueba de Levene en la comparación entre el A2-1, AR-1 fue de 0,194. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son precisos al 95 % de confianza.

Se concluye que el resultado es satisfactorio para los valores reportados en el rango 1, en los análisis estadísticos se obtienen valores de p mayores a 0,05 demostrándose que los resultados son veraces y precisos, por lo tanto son exactos.

Rango 2

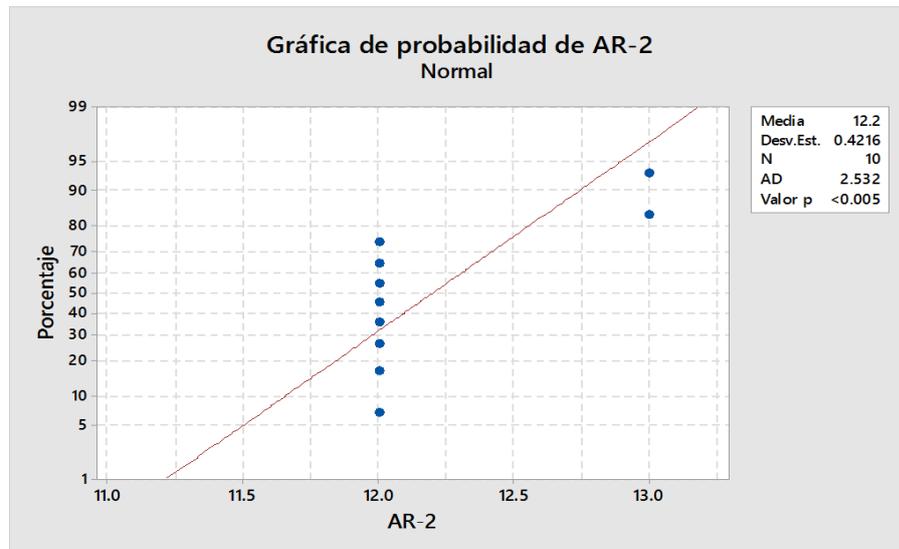
El resultado de los analistas para el rango 2 de contenido de humedad se puede apreciar en la tabla siguiente.

Resultados de Contenido de Humedad (%) – Rango 2 por probeta

	Rango 2 (%) por probeta									
Analista	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
AR-2	12	12	12	12	12	12	12	13	13	12
A1-2	12	13	12	13	12	12	12	12	11	12
A2-2	12	13	12	12	12	12	12	12	12	13

Prueba de normalidad

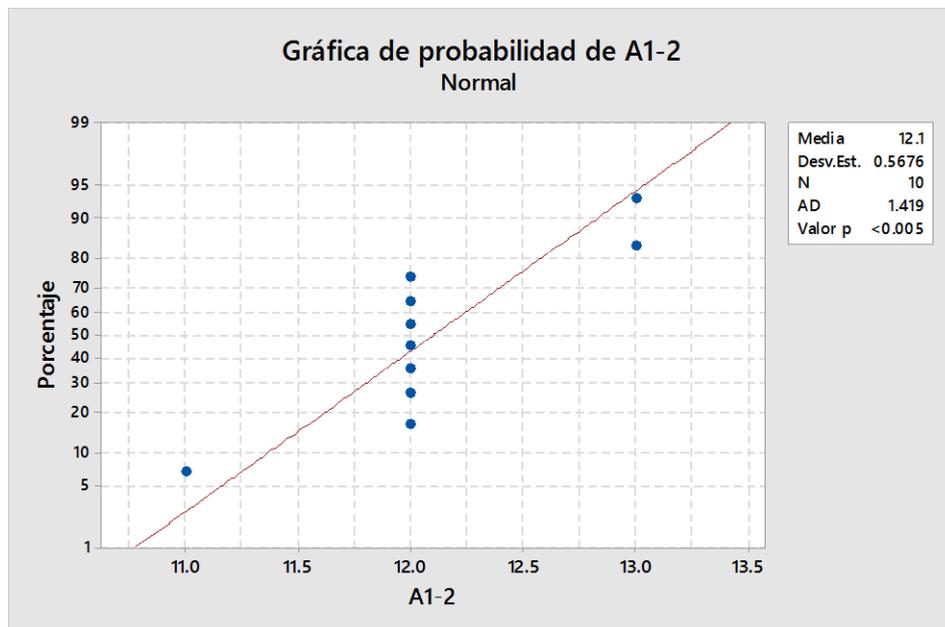
Resultados reportados por el analista de referencia:



Gráfica de probabilidad normal del analista de referencia para el rango 2 (AR-2) de humedad.

El valor de p es menor a 0,05 por lo que se concluye que la distribución de datos es nonormal.

Resultados reportados por el Analista 1:



Gráfica de probabilidad normal del analista 1 para el rango 2 (A1-2) de humedad.

El valor de p es menor a 0,05 por lo que se concluye que la distribución de datos es nonormal.

Resultados reportados por el Analista 2:

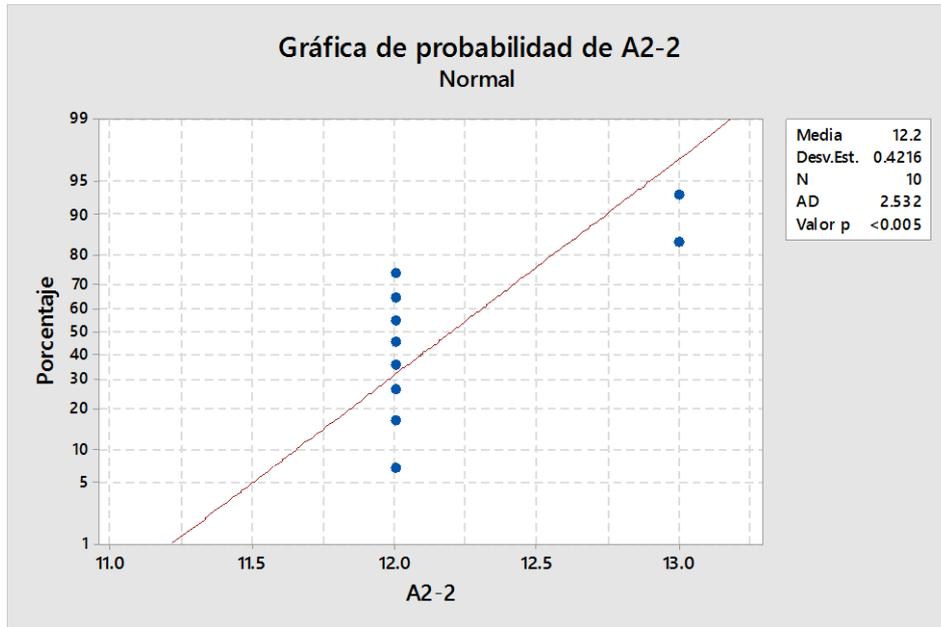


Figura. Gráfica de probabilidad normal del analista 2 para el rango 2 (A2-2) de humedad.

EL valor de p es menor a 0,05 por lo que se concluye que la distribución de datos es nonormal.

Veracidad de los resultados.

La distribución de datos es no normal, se utilizó la Prueba de Mann Whitney. Prueba de Mann-Whitney: Comparación A1-2, AR-2.

Método:

η_1 : mediana de A1-2

η_2 : mediana de AR-2

Diferencia: $\eta_1 - \eta_2$

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \eta_1 - \eta_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \eta_1 - \eta_2 \neq 0$

Resultado:

El resultado del valor p de la prueba de Mann Whitney en la comparación entre el A1-2, AR-2 fue de 0,791. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son veraces al 95 % de confianza.

Prueba de Mann-Whitney:

Comparación A2-2, AR-2.

Método:

η_1 : mediana de A2-2

η_2 : mediana de AR-2

Diferencia: $\eta_1 - \eta_2$

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \eta_1 - \eta_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \eta_1 - \eta_2 \neq 0$

Resultado:

El resultado del valor p de la prueba de Mann Whitney en la comparación entre el A2-2,AR-2 fue de 1. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son veraces al 95 % de confianza.

Precisión de los resultados.

La distribución de datos es no normal, se utilizó la Prueba de Levene. Prueba Levene para dos varianzas: Comparación A1-2, AR-2.

Método:

σ_1 : desviación estándar de A1-2

σ_2 : desviación estándar de AR-2

Relación: σ_1/σ_2

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$

Hipótesis alterna $H_1: \sigma_1 / \sigma_2 > 1$

Nivel de significancia $\alpha = 0,05$

Resultado:

El resultado del valor p de la prueba de Levene en la comparación entre el A1-2, AR-2 fue de 0,314. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son precisos al 95 % de confianza.

Prueba de Levene para dos varianzas:

Comparación A2-2, AR-2. Método:

σ_1 : desviación estándar de A2-2

σ_2 : desviación estándar de AR-2

Relación: σ_1/σ_2

Prueba:

Hipótesis nula	$H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$
Hipótesis alterna	$H_1: \sigma_1 / \sigma_2 > 1$
Nivel de significancia	$\alpha = 0,05$

Resultado:

El resultado del valor p de la prueba de Levene en la comparación entre el A2-2, AR-2 fue de 0,5. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son precisos al 95 % de confianza.

Se concluye que el resultado es satisfactorio para los valores reportados en el rango 2, en los análisis estadísticos se obtienen valores de p mayores a 0,05 demostrándose que los resultados son veraces y precisos por lo tanto son exactos.

Rango 3

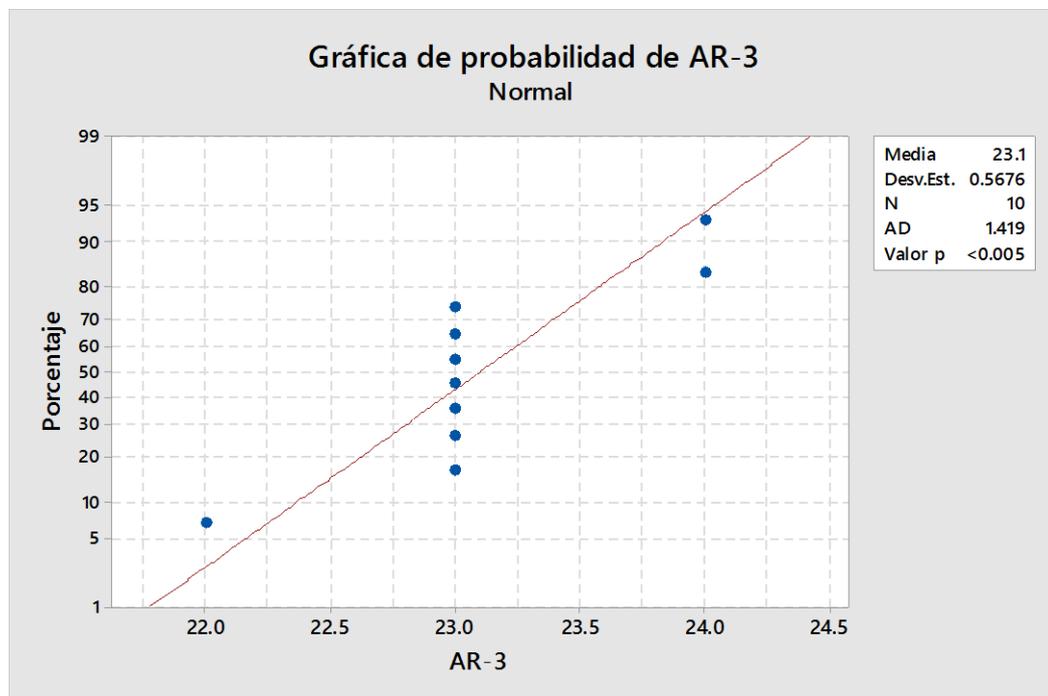
El resultado de los analistas para el contenido de humedad en el rango 3 se detalla en la tabla siguiente.

Resultados de Contenido de Humedad (%) - Rango 3 por probeta

	Rango 3 (%) por probeta									
Analista	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
AR-3	22	23	23	23	23	24	24	23	23	23
A1-3	23	23	22	23	23	23	23	23	23	24
A2-3	23	23	23	24	23	23	24	23	23	23

Prueba de normalidad

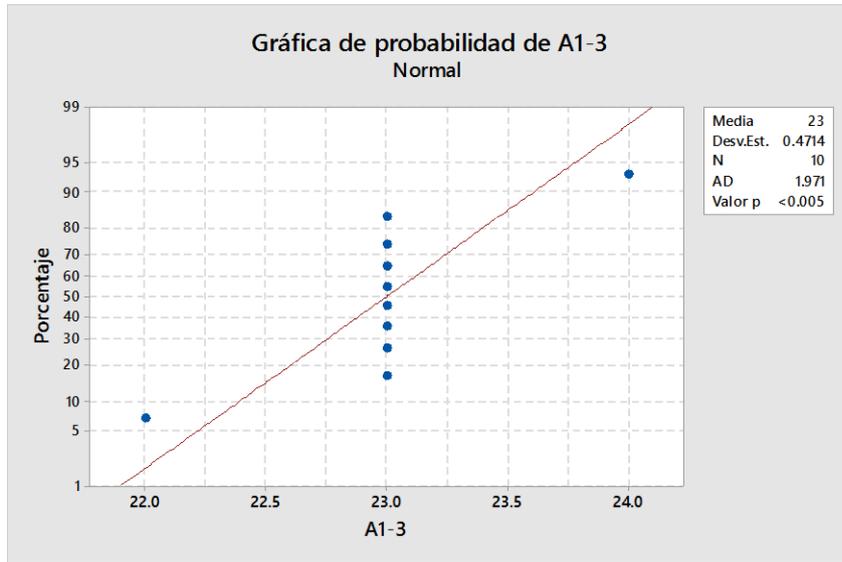
Resultados reportados por el Analista de Referencia:



**Gráfica de probabilidad normal del analista de referencia
para el rango 3 (AR-3) de humedad.**

EL valor de p es menor a 0,05 por lo que se concluye que la distribución de datos es nonormal.

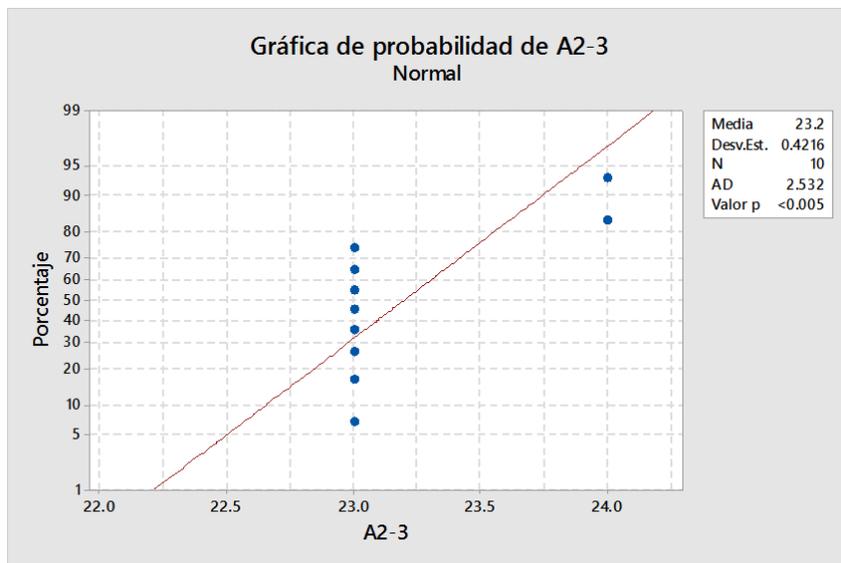
Resultados reportados por el Analista 1:



Gráfica de probabilidad normal del analista 1 para el rango 3 (A1-3) de humedad.

EL valor de p es menor a 0,05 por lo que se concluye que la distribución de datos es nonormal.

Resultados reportados por el Analista 2:



Gráfica de probabilidad normal del analista 2 para el rango 3 (A2-3) de humedad.

El valor de p es menor a 0,05 por lo que se concluye que la distribución de datos es no normal.

Veracidad de los resultados

La distribución de datos es no normal, se utiliza la Prueba de Mann Whitney. Prueba de Mann-Whitney: A1-3, AR-3.

Método:

η_1 : mediana de A1-3

η_2 : mediana de AR-3

Diferencia: $\eta_1 - \eta_2$

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \eta_1 - \eta_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \eta_1 - \eta_2 \neq 0$

Resultado:

El resultado del valor p de la prueba de Mann Whitney en la comparación entre el A1-3, AR-3 fue de 0,762. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son veraces al 95 % de confianza.

Prueba de Mann-Whitney:

Comparación A2-3, AR-3.

Método:

η_1 : mediana de A2-3

η_2 : mediana de AR-3

Diferencia: $\eta_1 - \eta_2$

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \eta_1 - \eta_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \eta_1 - \eta_2 \neq 0$

Resultado:

El resultado del valor p de la prueba de Mann Whitney en la comparación entre el A2-3, AR-3 fue de 0,791. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son veraces al 95 % de confianza.

Precisión de los resultados.

La distribución de datos es no normal, se utilizó la Prueba de Levene. Prueba de Levene para dos varianzas: Comparación A1-3, AR-3.

Método:

σ_1 : desviación estándar de A1-3

σ_2 : desviación estándar de AR-3

Relación: σ_1/σ_2

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$

Hipótesis alterna $H_1: \sigma_1 / \sigma_2 > 1$

Nivel de significancia $\alpha = 0,05$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de Levene en la comparación entre el A1-3, AR-3 fue de 0,628. Por lo tanto, al ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son precisos al 95 % de confianza.

Prueba de Levene para dos varianzas:

Comparación A2-3, AR-3. Método:

σ_1 : desviación estándar de A2-3

σ_2 : desviación estándar de AR-3

Relación: σ_1/σ_2

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$

Hipótesis alterna $H_1: \sigma_1 / \sigma_2 > 1$

Nivel de significancia $\alpha = 0,05$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de Levene en la comparación entre el A2-3, AR-3 fue de 0,628. Por lo tanto, al ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son precisos al 95 % de confianza.

Se concluye que el resultado es satisfactorio para los valores reportados en el rango 3, en los análisis estadísticos se obtienen valores de p mayores a 0,05 demostrándose que los resultados son veraces y precisos por lo tanto son exactos.

ANEXO 4: Veracidad y precisión de los resultados de los analistas para el año 2018

El resultado del porcentaje del contenido de humedad para el cálculo de la humedad de referencia se aprecia a continuación.

		Resultados contenido de humedad (%)														
Probeta		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
AR		9	8	9	9	9	9	9	9	8	8	12	12	12	12	12
PROM. A1-																
A2		8	8.5	9	10	9	9	9	8.5	9	8	12	13	12	12.5	12
Probeta		16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
AR		12	12	13	13	12	22	23	23	23	23	24	24	23	23	23
PROM. A1-																
A2		12	12	12	11.5	12.5	23	23	22.5	23.5	23	23	23.5	23	23	23.5

ANEXO 5: Cálculo de la desviación estándar de repetibilidad para el año 2018

Los estadísticos determinados para el cálculo de la desviación estándar de repetibilidad semuestran a continuación.

Determinación de Estadísticos

Item	Rango 1			Rango 2			Rango 3		
	AR-1	A1-1	A2-1	AR-2	A1-2	A2-2	AR-3	A1-3	A2-3
1	9	8	8	12	12	12	22	23	23
2	8	9	8	12	13	13	23	23	23
3	9	9	9	12	12	12	23	22	23
4	9	10	10	12	13	12	23	23	24
5	9	9	9	12	12	12	23	23	23
6	9	9	9	12	12	12	24	23	23
7	9	9	9	12	12	12	24	23	24
8	9	9	8	13	12	12	23	23	23
9	8	9	9	13	11	12	23	23	23
10	8	8	8	12	12	13	23	24	23
Media		8,8			12,2			23,1	
Mediana		9			12			23	
Desvesta	0,48	0,57	0,67	0,42	0,57	0,42	0,57	0,47	0,42

Datos para determinar la relación entre el porcentaje del contenido de humedad y la desviación estándar de repetibilidad

% CH	Desvesta
9	0,67
12	0,57

ANEXO 6: Cálculos de la aplicación para el año 2018

Considerando una probeta de madera con masa inicial 18,06 g y masa final 16,12 g, se obtiene un contenido de humedad de 12,03 %.

Incertidumbre del factor sesgo (B).

$$\% \text{ CH referencia} = 0,9996 (\% \text{ CH obtenido}) - 0,0113$$

$$\% \text{ CH referencia} = 0,9996 (12,03) - 0,0113$$

$$\% \text{ CH referencia} = 12,01$$

$$B = |\% \text{ CH referencia} - \% \text{ CH obtenido}|$$

$$B = |12,03 - 12,01|$$

$$B = 0,02$$

Incertidumbre asociada a la repetibilidad (Sr).

$$S_r = 0,0024 (\% \text{ CH})^2 - 0,0833 (\% \text{ CH}) + 1,2271$$

$$S_r = 0,0024 (12,03)^2 - 0,0833 (12,03) + 1,2271$$

$$S_r = 0,57$$

Incertidumbre asociada a la fórmula.

$$U_y^2 = \left(\frac{100}{M_f}\right)^2 U_{M_i}^2 + \left(\frac{-100 \times M_i}{M_f^2}\right)^2 U_{M_f}^2$$

$$U_y^2 = \left(\frac{100}{16,12}\right)^2 0,0066^2 + \left(\frac{-100 \times 18,06}{16,12^2}\right)^2 0,0066^2$$

Estimación de la incertidumbre combinada.

$$U_C^2 = B^2 + U_y^2 + S_r^2$$

$$U_c^2 = 0,0004 + 0,0037 + 0,32$$

$$U_c = 0,56$$

Estimación de la incertidumbre expandida.

$$U = k \times U_c \quad U = 2 \times 0,56$$

$$U = 1,12$$

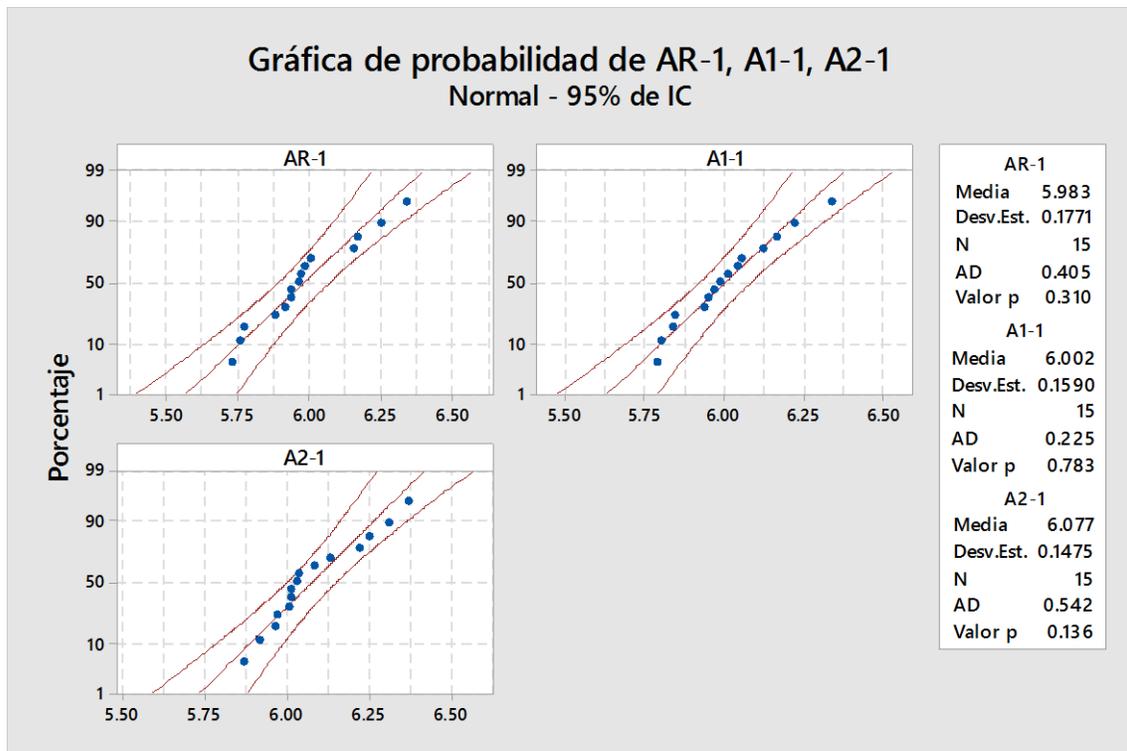
ANEXO 7: Resultados del contenido de humedad (%) por cada analista para el año 2019

Resultados de Contenido de Humedad (%) de cada analista

Rango 1 (%CH)															
Analista	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
AR-1	5,96	5,88	6,17	5,73	5,97	5,91	5,77	6,34	5,98	5,76	6,25	6,15	5,94	6,01	5,94
A1-1	6,05	5,84	6,16	5,8	6,01	5,94	5,84	6,34	5,98	5,79	6,22	6,12	5,94	6,04	5,97
A2-1	6,08	6,01	6,22	5,87	6,03	6,01	5,97	6,37	6,01	5,91	6,31	6,25	5,97	6,13	6,03
RANGO 2 (%CH)															
Analista	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
AR-2	13,34	13,6	13,47	13,55	13,51	13,42	13,59	13,26	13,88	13,39	13,89	13,75	13,3	13,24	13,46
A1-2	13,34	13,6	13,4	13,62	13,44	13,45	13,59	13,29	13,91	13,39	13,92	13,68	13,26	13,24	13,47
A2-2	13,23	13,67	13,47	13,52	13,5	13,48	13,62	13,2	13,94	13,39	13,95	13,69	13,33	13,27	13,54
RANGO 3 (%CH)															
Analista	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
AR-3	36,34	36,28	36,14	36,31	36,06	36,41	36,92	36,93	36,53	36,41	36,08	36,65	36,3	36,23	35,84
A1-3	36,31	36,14	36,13	36,2	36,06	36,4	36,85	36,87	36,53	36,46	36,03	36,64	36,26	36,11	35,84
A2-3	36,3	36,14	36,17	36,3	36	36,4	36,83	36,87	36,43	36,45	36,11	36,7	36,35	36,2	35,69

Se compararon los resultados por cada rango del porcentaje del contenido de humedad obtenidos por el analista de referencia con los resultados del analista 1 y los resultados del analista 2.

ANEXO 8: Prueba de normalidad del resultado del contenido de humedad reportados por los analistas para el año 2019.



Gráfica de probabilidad de los resultados correspondientes al rango bajo para los tres analistas del estudio.

EL valor de p es mayor a 0,05 por lo que se concluye que la distribución de datos es normal.

ANEXO 9: Veracidad y precisión de los resultados reportados por los analistas para el año 2019

Veracidad de resultados

La distribución de datos es normal, por lo tanto se utilizó la Prueba de t-student de dosmuestras

Prueba t-student para dos muestras: Comparación A1-

1, AR-1.Método:

μ_1 : media de A1-1

μ_2 : media de AR-1

Diferencia: $\mu_1 - \mu_2$

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \mu_1 - \mu_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \mu_1 - \mu_2 \neq 0$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de t-student en la comparación entre el A1-1, AR-1 fue de 0,764. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son veraces al 95 % de confianza.

Prueba t-student para dos muestras: Comparación A2,-

1 AR-1.Método:

μ_1 : media de A2-1

μ_2 : media de AR-1

Diferencia: $\mu_1 - \mu_2$

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \mu_1 - \mu_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \mu_1 - \mu_2 \neq 0$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de t-student en la comparación entre el A1-2, AR-1 fue de 0,125. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son veraces al 95 % de confianza.

Precisión de los resultados.

La distribución de los datos es normal, por lo tanto se realizó la Prueba de F. Prueba de F para dos varianzas: Comparación A1-1, AR-1.

Método:

σ_1 : desviación estándar de A1-1

σ_2 : desviación estándar de AR-1

Relación: σ_1/σ_2

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$

Hipótesis alterna $H_1: \sigma_1 / \sigma_2 \neq 1$

Nivel de significancia $\alpha = 0,05$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de F en la comparación entre el A1-1, AR-1 fue de 0,691. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son precisos al 95 % de confianza.

Prueba de F para dos varianzas:

Comparación A2-1, AR-1.Método:

σ_1 : desviación estándar de A2-1

σ_2 : desviación estándar de AR-1

Relación: σ_1/σ_2

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$

Hipótesis alterna $H_1: \sigma_1 / \sigma_2 \neq 1$

Nivel de significancia $\alpha = 0,05$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de F en la comparación entre el A2-1, AR-1 fue de 0,502. Por lo tanto, a ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son precisos al 95 % de confianza.

Se concluye que el resultado es satisfactorio para los valores reportados en el rango 1, en los análisis estadísticos se obtienen valores de p mayores a 0,05 demostrándose que los resultados son veraces y precisos por lo tanto son exactos.

Rango 2 (Rango medio).

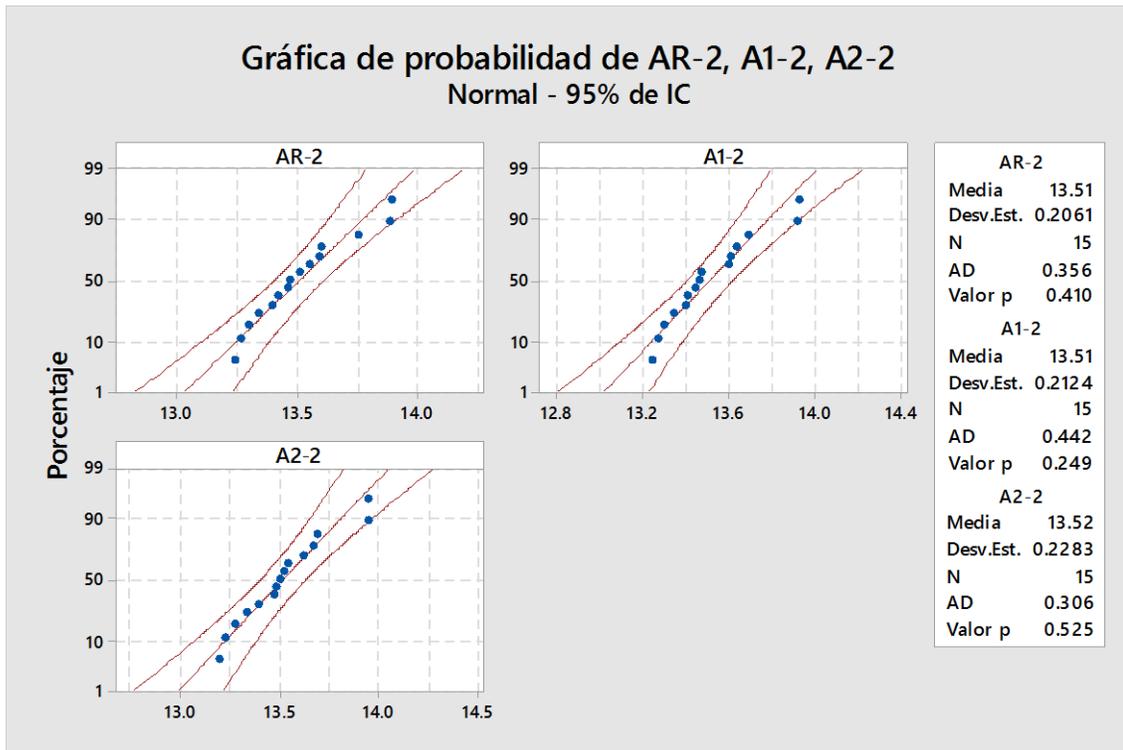
El resumen de los resultados obtenidos por cada analista para el rango 2 (rango medio) se aprecia a continuación

Resultados de Contenido de Humedad (%) – rango 2

Contenido De Humedad (%) - Rango 2 (Rango Medio)															
Analista	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
AR-2	13,34	13,60	13,47	13,55	13,51	13,42	13,59	13,26	13,88	13,39	13,89	13,75	13,30	13,24	13,46
A1-2	13,34	13,60	13,40	13,62	13,44	13,45	13,59	13,29	13,91	13,39	13,92	13,68	13,26	13,24	13,47
A2-2	13,23	13,67	13,47	13,52	13,50	13,48	13,62	13,20	13,94	13,39	13,95	13,69	13,33	13,27	13,54

Prueba de normalidad

La prueba de normalidad se realizó en base a los resultados obtenidos reportados por cada uno de los analistas.



Gráfica de probabilidad de los resultados correspondientes al rango medio para los tresanalistas del estudio.

EL valor de p es mayor a 0,05 por lo que se concluye que la distribución de datos es normal.

Veracidad de los resultados.

La distribución de datos es normal, por lo tanto, se utilizó la Prueba de t-student de dos muestras.

Prueba t-student para dos muestras: Comparación A1-2, AR-2.Método:

$$\mu_1: \text{media de A1-2}$$

μ_2 : media de AR-2

Diferencia: $\mu_1 - \mu_2$

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \mu_1 - \mu_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \mu_1 - \mu_2 \neq 0$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de t-student en la comparación entre el A1-2, AR-2 fue de 0,973. Por lo tanto, al ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son veraces al 95 % de confianza.

Prueba t-student para dos muestras:

Comparación A2,-2, AR-2.Método:

μ_1 : media de A2-2

μ_2 : media de AR-2

Diferencia: $\mu_1 - \mu_2$

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \mu_1 - \mu_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \mu_1 - \mu_2 \neq 0$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de t-student en la comparación entre el A2-2, AR-2 fue de 0,878. Por lo tanto, al ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son veraces al 95 % de confianza.

Precisión de los resultados.

La distribución de los datos es normal, por lo tanto se realizó la Prueba de F. Prueba de F para dos varianzas: Comparación A1-2, AR-2.

Método:

σ_1 : desviación estándar de A1-2

σ_2 : desviación estándar de AR-2

Relación: σ_1/σ_2

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$

Hipótesis alterna $H_1: \sigma_1 / \sigma_2 \neq 1$

Nivel de significancia $\alpha = 0,05$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de F en la comparación entre el A1-2, AR-2 fue de 0,911. Por lo tanto, al ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son precisos al 95 % de confianza.

Prueba de F para dos varianzas: Comparación A2-2, AR-2.

Método:

σ_1 : desviación estándar de A2-2

σ_2 : desviación estándar de AR-2

Relación: σ_1/σ_2

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$

Hipótesis alterna $H_1: \sigma_1 / \sigma_2 \neq 1$

Nivel de significancia $\alpha = 0,05$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de F en la comparación entre el A2-2, AR-2 fue de 0,706. Por lo tanto, al ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son precisos al 95 % de confianza.

Se concluye que el resultado es satisfactorio para los valores reportados en el rango 2, en los análisis estadísticos se obtienen valores de p mayores a 0,05 demostrándose que los resultados son veraces y precisos por lo tanto son exactos.

Rango 3 (rango alto).

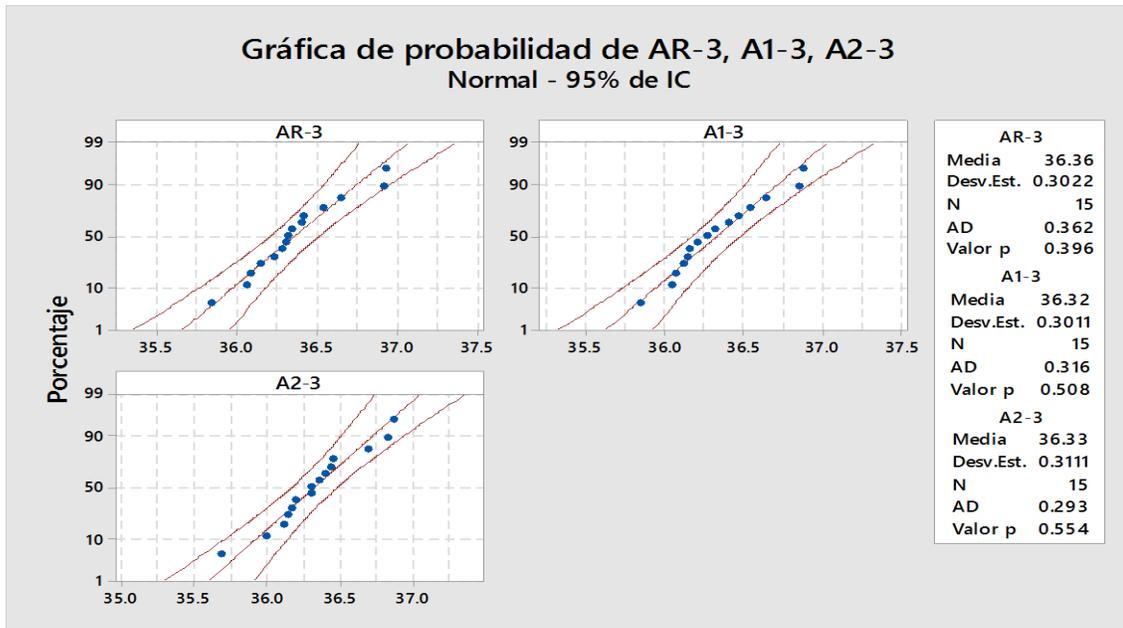
El resumen de los resultados obtenidos por cada analista para el rango 3 (rango Alto) se aprecia en la Tabla 11.

**Resultados de Contenido de Humedad (%) –
RANGO 3.**

Contenido de humedad (%) - Rango 3 (rango alto)															
Analista	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
AR-3	36,34	36,28	36,14	36,31	36,06	36,41	36,92	36,93	36,53	36,41	36,08	36,65	36,30	36,23	35,84
A1-3	36,31	36,14	36,13	36,20	36,06	36,40	36,85	36,87	36,53	36,46	36,03	36,64	36,26	36,11	35,84
A2-3	36,30	36,14	36,17	36,30	36,00	36,40	36,83	36,87	36,43	36,45	36,11	36,70	36,35	36,20	35,69

Prueba de normalidad

La prueba de normalidad se realizó en base a los resultados obtenidos reportados por cada uno de los analistas.



**Gráfica de probabilidad de los resultados correspondientes al rango alto
para los tres analistas del estudio.**

El valor de p es mayor a 0,05, por lo que se concluye que la distribución de datos es normal.

Veracidad de los resultados.

La distribución de datos es normal, por lo tanto se utilizó la Prueba t – student para dos muestras.

Prueba t-student para dos muestras: Comparación A1-

3, AR-3.Método:

μ_1 : media de A1-3

μ_2 : media de AR-3

Diferencia: $\mu_1 - \mu_2$

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \mu_1 - \mu_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \mu_1 - \mu_2 \neq 0$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de t-student en la comparación entre el A1-3, AR-3 fue de 0,717. Por lo tanto, al ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son veraces al 95 % de confianza.

Prueba t-student para dos muestras:

Comparación A2,-3, AR-3.Método:

μ_1 : media de A2-3

μ_2 : media de AR-3

Diferencia: $\mu_1 - \mu_2$

Prueba:

Hipótesis nula $H_0: \mu_1 - \mu_2 = 0$

Hipótesis alterna $H_1: \mu_1 - \mu_2 \neq 0$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de t-student en la comparación entre el A2-3, AR-3 fue de 0,771. Por lo tanto, al ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son veraces al 95 % de confianza.

Precisión de los resultados.

La distribución de los residuales es normal, por lo tanto se realizó la Prueba de F.

Prueba de F para dos varianzas: Comparación A1-3, AR-3.

Método:

σ_1 : desviación estándar de A1-3

σ_2 : desviación estándar de AR-3

Relación: σ_1/σ_2

Prueba

Hipótesis nula $H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$

Hipótesis alterna $H_1: \sigma_1 / \sigma_2 \neq 1$

Nivel de significancia $\alpha = 0,05$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de F en la comparación entre el A1-3, AR-3 fue de 0,989. Por lo tanto, al ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son precisos al 95 % de confianza.

Prueba de F para dos varianzas:

Comparación A2-3, AR-3. Método:

σ_1 : desviación estándar de A2-3

σ_2 : desviación estándar de AR-3

Relación: σ_1/σ_2

Prueba

Hipótesis nula	$H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$
Hipótesis alterna	$H_1: \sigma_1 / \sigma_2 \neq 1$
Nivel de significancia	$\alpha = 0,05$

Resultado:

El resultado del valor p en la prueba de F en la comparación entre el A2-3, AR-3 fue de 0,914. Por lo tanto, al ser este valor mayor a 0,05 se concluye que los resultados son precisos al 95 % de confianza.

Se concluye que el resultado es satisfactorio para los valores reportados en el rango 3, en los análisis estadísticos se obtienen valores de p mayores a 0,05 demostrándose que los resultados son veraces y precisos por lo tanto son exactos.

ANEXO 10 Cálculo del porcentaje del contenido de humedad de referencia para el año 2019

El resultado del porcentaje de contenido de humedad por probeta entre el promedio de los analistas (A1 y A2) y el analista de referencia (AR) se puede apreciar a continuación.

Resultados del porcentaje de Contenido de Humedad

Resultados contenido de humedad															
Puntos	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
AR	5,96	5,88	6,17	5,73	5,97	5,91	5,77	6,34	5,98	5,76	6,25	6,15	5,94	6,01	5,94
PROM. A1-A2	6,07	5,93	6,19	5,83	6,02	5,98	5,90	6,35	6,00	5,85	6,26	6,18	5,95	6,09	6,00
Puntos	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
AR	13,34	13,60	13,47	13,55	13,51	13,42	13,59	13,26	13,88	13,39	13,89	13,75	13,30	13,24	13,46
PROM. A1-A2	13,28	13,63	13,44	13,57	13,47	13,47	13,61	13,25	13,93	13,39	13,94	13,68	13,30	13,26	13,50
Puntos	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45
AR	36,34	36,28	36,14	36,31	36,06	36,41	36,92	36,93	36,53	36,41	36,08	36,65	36,30	36,23	35,84
PROM. A1-A2	36,31	36,14	36,15	36,25	36,03	36,40	36,84	36,87	36,48	36,45	36,07	36,67	36,31	36,16	35,76

Los estadísticos determinados para el cálculo de la desviación estándar de repetibilidad se muestran a continuación.

Resultados de contenido de humedad

Item	Rango 1			Rango 2			Rango 3		
	AR-1	A1-1	A2-1	AR-2	A1-2	A2-2	AR-3	A1-3	A2-3
1	5,96	6,05	6,08	13,34	13,34	13,23	36,34	36,31	36,30
2	5,88	5,84	6,01	13,60	13,60	13,67	36,28	36,14	36,14
3	6,17	6,16	6,22	13,47	13,40	13,47	36,14	36,13	36,17
4	5,73	5,80	5,87	13,55	13,62	13,52	36,31	36,20	36,30
5	5,97	6,01	6,03	13,51	13,44	13,50	36,06	36,06	36,00
6	5,91	5,94	6,01	13,42	13,45	13,48	36,41	36,40	36,40
7	5,77	5,84	5,97	13,59	13,59	13,62	36,92	36,85	36,83
8	6,34	6,34	6,37	13,26	13,29	13,20	36,93	36,87	36,87
9	5,98	5,98	6,01	13,88	13,91	13,94	36,53	36,53	36,43
10	5,76	5,79	5,91	13,39	13,39	13,39	36,41	36,46	36,45
11	6,25	6,22	6,31	13,89	13,92	13,95	36,08	36,03	36,11
12	6,15	6,12	6,25	13,75	13,68	13,69	36,65	36,64	36,70
13	5,94	5,94	5,97	13,30	13,26	13,33	36,30	36,26	36,35
14	6,01	6,04	6,13	13,24	13,24	13,27	36,23	36,11	36,20
15	5,94	5,97	6,03	13,46	13,47	13,54	35,84	35,84	35,69

Determinación de estadísticos de los resultados del contenido de humedad

Parámetro	Rango 1			Rango 2			Rango 3		
	AR-1	A1-1	A2-1	AR-2	A1-2	A2-2	AR-3	A1-3	A2-3
Desviación Estándar (%)	0,18	0,16	0,15	0,21	0,21	0,23	0,30	0,30	0,31
Desviación Estándar de Repetibilidad (%)	0,16			0,22			0,30		
Contenido de Humedad (%)	6,02			13,51			36,34		

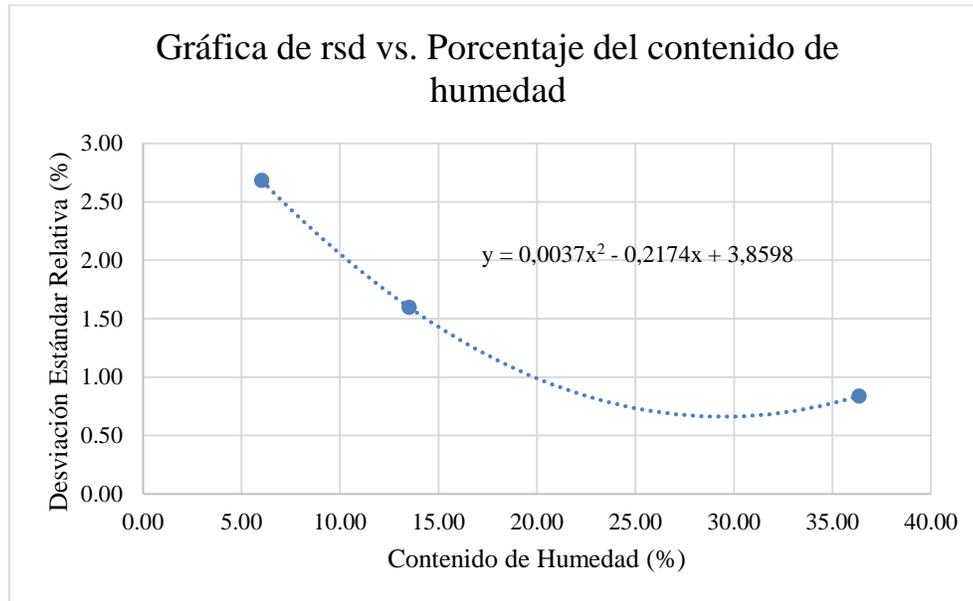
El resultado del cálculo de la desviación estándar relativa para cada rango de contenido de humedad se aprecia a continuación.

Datos para determinar la relación entre el porcentaje del contenido de humedad y la desviación estándar de repetibilidad

Contenido de humedad por rango (%)	Desviación Estándar de Repetibilidad (Sr)	Desviación Estándar Relativa (RSD)
6,02	0,16	2,68
13,51	0,22	1,60
36,34	0,30	0,84

De la figura 19 se tiene la ecuación para el cálculo de la Desviación Estándar Relativa (RSD) del cual al despejar Sr se obtiene la ecuación para determinar la desviación estrepetibilidad dentro del alcance del método (6 % a 37 % de contenido de humedad). Este es unparámetro

importante para la estimación de la incertidumbre de medición.



Gráfica de la desviación estándar relativa y el porcentaje de contenido de humedad.

Por lo tanto, la ecuación que la describe es la siguiente:

$$RSD = 0,0037 \times CH^2 - 0,2174 \times CH + 3,8598$$
$$\frac{Sr}{\bar{X}} \times 100 = 0,0037 \times CH^2 - 0,2174 \times CH + 3,8598$$
$$Sr = \frac{\bar{X}}{100} \times (0,0037 \times CH^2 - 0,2174 \times CH + 3,8598)$$

ANEXO 11: Ejemplo aplicativo para el año 2019

Incertidumbre del factor sesgo (B)

La incertidumbre del factor sesgo se calculó de la siguiente manera:

$$\% \text{ CH referencia} = 1,0028 (\% \text{ CH obtenido}) - 0,0599$$

$$\% \text{ CH referencia} = 1,0028 (12,03) - 0,0599$$

$$\% \text{ CH referencia} = 12,00$$

$$B = |\% \text{ CH referencia} - \% \text{ CH obtenido}|$$

$$B = |12,00 - 12,03|$$

$$B=0,03$$

Incertidumbre asociada a la repetibilidad (Sr)

La incertidumbre asociada a la repetibilidad se determinó de la siguiente manera:

$$S_{r_{CH}} = \frac{CH}{100} \times (0,0037 \times CH^2 - 0,2174 \times CH + 3,8598)$$

$$S_{r_{CH}} = \frac{12,03}{100} \times (0,0037 \times 12,03^2 - 0,2174 \times 12,03 + 3,8598)$$

$$S_{r_{CH}} = 0,21$$

Incertidumbre del factor fórmula (u_y^2)

La incertidumbre del factor fórmula es la siguiente:

$$U_y^2 = \left(\frac{100}{M_f}\right)^2 U_{M_i}^2 + \left(\frac{-100 \times M_i}{M_f^2}\right)^2 U_{M_f}^2$$

$$U_y^2 = \left(\frac{100}{16,12}\right)^2 0,0066^2 + \left(\frac{-100 \times 18,06}{16,12^2}\right)^2 0,0066^2$$

$$U_y^2 = 0,0037$$

Estimación de la incertidumbre combinada

Sumando las incertidumbres anteriores se obtiene la incertidumbre combinada como se indica a continuación:

$$U_C^2 = B^2 + U_y^2 + S_r^2$$

$$U_c^2 = 0,0009 + 0,0037 + 0,0441$$
$$U_c = 0,2206$$

Estimación de la incertidumbre expandida

Por lo tanto la incertidumbre expandida es la siguiente:

$$U = k \times U_c$$
$$U = 2 \times 0,2206$$
$$U = 0,4412$$