
Análisis Estadístico de la Declaración de Conformidad en los Instrumentos Volumétricos Operados a Pistón



Presentado por

Sandra Marcela López Ospina

LOS LIBERTADORES
FUNDACIÓN UNIVERSITARIA

Fundación Universitaria Los Libertadores
Facultad de Ingeniería y Ciencias Básicas
Especialización en Estadística Aplicada

Bogotá D.C, Colombia

2019

Análisis Estadístico de la Declaración de Conformidad en los Instrumentos Volumétricos Operados a Pistón

Presentado por
Sandra Marcela López Ospina
LOS LIBERTADORES
FUNDACIÓN UNIVERSITARIA

en cumplimiento parcial de los requerimientos para optar al título
de

Especialista en Estadística Aplicada

Dirigida por

Cristian Andrés González Prieto

Profesor

Fundación Universitaria Los Libertadores
Facultad de Ingeniería y Ciencias Básicas
Especialización en Estadística Aplicada
Bogotá D.C, Colombia

2019

Notas de aceptación



LOS LIBERTADORES

FUNDACIÓN UNIVERSITARIA

Firma del presidente del jurado

Firma del jurado

Firma del jurado



LOS LIBERTADORES

FUNDACIÓN UNIVERSITARIA

Las directivas de la Fundación Universitaria Los Libertadores, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores y a los resultados de su trabajo.

Dedicatoria



LOS LIBERTADORES

FUNDACIÓN UNIVERSITARIA

A mi amigo y jefe John León quien conociendo mi amor por el estudio colocó en mí la idea perversa de ser una excelente metróloga adquiriendo herramientas estadísticas. Gracias por en tan poco tiempo creer tanto en mí.

“Aprende todo lo necesario para que tu vida sea más feliz”

Pitágoras

Agradecimientos



Agradezco a la Facultad de Ingeniería y Ciencias Básicas de la Fundación Universitaria los Libertadores, que contribuyó con una excelente planta docente la cual me brindó herramientas para culminar con éxito los estudios de posgrado. Quiero agradecer al profesor asistente de la Facultad de Ingeniería y Ciencias Básicas, Cristian González, quien me ofreció un constante apoyo en la dirección del trabajo de grado. Gracias a todos los profesores de la especialización por su pasión, por la pedagogía y la invitación que hacen al estudiantado a ser curiosos y críticos.

A la empresa Laboratorios de Metrología Sigma por ser quien me da la oportunidad de formarme como metróloga y me autorizó hacer todas las mediciones necesarias y hacer uso de los resultados para el trabajo de grado. Por último y de una manera muy especial agradezco a los compañeros de la especialización, Camilo Medina, Andrés Olaya y Laura Sánchez con quienes con su compañerismo y trabajo en equipo logré tener un nuevo conocimiento por medio de la discusión y además me brindaron su amistad encontrando en ello un soporte para superar obstáculos y sentir agrado cada sábado de clase.

Índice General

1. Introducción	13
2. Planteamiento del Problema	17
Pregunta de investigación.....	18
Objetivos	18
Objetivo General	18
Objetivos Específicos.....	18
Justificación.....	19
3. Marco Teórico / conceptual	22
Conformidad e instrumentos volumétricos operados a pistón.....	23
Conformidad y Norma 17025:2017	23
Instrumentos Volumétricos Operados a Pistón	29
Herramientas estadísticas	34
Análisis de Correspondencias Múltiples	34
Modelo Binomial.....	37
Prueba de Diferencia de Proporciones	42
4. Marco Metodológico	46
Tipo de metodología y enfoque.....	46
Población y muestra	46
5. Análisis y resultados	51
Análisis de Correspondencia Múltiple	51
Resultados de conformidad en la calibración.....	51
Resultados de conformidad en la verificación.....	54
Modelo Binomial.....	58
Proporciones.....	60
6. Conclusiones y recomendaciones.....	62
Conclusiones	62
Recomendaciones.....	64
Anexo A. Código análisis de correlaciones múltiples	65
Anexo B. Código para el modelo binomial	66
Anexo C. Código para la prueba de diferencia de proporciones.....	68

Resumen

En este trabajo se presenta un estudio de la declaración de conformidad de instrumentos volumétricos operados a pistón, estudio que se realiza por medio de herramientas estadísticas como la estadística descriptiva a través del análisis de correspondencias múltiples, modelos estadísticos de regresión modelando una distribución binomial y de la estadística inferencial por medio de una prueba de distribución de diferencia de proporciones.

La base de datos fue dada por Laboratorios de Metrología Sigma, proveedor de servicios de calibración, se cuenta con información como: Industria donde se utiliza el instrumento de medición, fabricante, nombre del instrumento de medición, tipo de instrumento, valor nominal, división de escala, declaración de conformidad, resultados de calibración, resultados de medidas de verificación.

A partir de los resultados reportados en el certificado de calibración del 2018 se puede conocer la conformidad del instrumento de medición evaluada y definida por el usuario con una regla de decisión usualmente usada en la industria, regla de decisión por intervalo. Mientras que en el 2019 en los certificados de calibración ya se establece la conformidad del instrumento de medición según lo solicitado por la ISO 17025:2017, lo cual implica usar la regla de decisión de la norma referente usada para la calibración ISO 8655:6 (2002), regla de decisión del método de exactitud en porcentaje.

Con todo lo mencionado anteriormente se evalúa si existe una diferencia entre la declaración de conformidad del año 2018 y la del 2019, a lo cual se llega a la conclusión de que si existe una diferencia y que hay relación entre la conformidad y características de los instrumentos de medición volumétricos operados a pistón.

Palabras clave: Conformidad, análisis de correlaciones múltiples, modelo binomial, estadística inferencial, regla de decisión, ISO 17025:2017 y ISO 8655:2 (2002).

1. Introducción

La trazabilidad y la calidad de los resultados de las mediciones realizadas con instrumentos de medición son dos aspectos que han tomado fuerza para considerar que cierta entidad es apta para ofrecer un servicio. Esto no es para menos ya que las mediciones siempre están presentes, tanto en lo simple y cotidiano, y en procesos complejos e industriales, científicos, medicinales, comerciales, entre otros. Para garantizar que las empresas e instituciones cumplen al operar instrumentos de medición trazables y que pueden dar soporte de la calidad de los resultados, se cuenta con instituciones que acreditan el proceso y el producto de las empresas e instituciones, sello que da confiabilidad del servicio y/o resultados que ofrecen dichas entidades.

Las cartas de control son un medio para mantener bajo control un instrumento de medición, con la cual se evalúa la deriva con respecto al tiempo, deriva que se obtiene de los resultados de la calibración de dicho instrumento. Resultados que junto con una regla de decisión son la base para evaluar la conformidad del instrumento al contrastarlo con un error máximo permitido o tolerancia declarada por el fabricante.

La metrología es la ciencia que, a nivel industrial, tecnológico, legal y científico, asegura la calidad de los resultados de una medición. Por lo cual se requiere una atención especial a los métodos que se utilizan para realizar calibraciones, ensayos, y/o muestreos; siendo la Norma ISO 17025:2017 el referente normativo que da los requisitos generales para

la competencia de laboratorios de pruebas y calibración. La Norma cambio actualizando la edición del 2005 con respecto a la declaración de la conformidad. La Norma más reciente indica que la empresa de calibración debe declarar conformidad en el caso que la norma utilizada para el proceso de calibración, de la regla de decisión y las especificaciones, o en el caso que el cliente la solicite. Mientras que la norma del 2005 no solicitaba la declaración de conformidad por parte del proveedor de la calibración.

Dado lo anterior, actualmente las empresas de calibración declaran la conformidad de algunos instrumentos de medición, lo cual al estar funcionando bajo la Norma ISO 17025:2005 no se hacía, aquí se supone que para esa entonces cada empresa hacia uso de algún criterio para evaluar la conformidad de sus instrumentos de medición.

En este trabajo se encuentra el análisis en la declaración de conformidad dada la regla de decisión que usualmente utilizan los usuarios de instrumentos de medición y la declaración dada por las empresas de calibración, lo anterior enfocado a instrumentos volumétricos operados a pistón.

En el capítulo 2 se ofrece el motivo que llevo a hacer esta investigación, los objetivos, la justificación. Justificación enfocada a la motivación personal, en la cual se desea conocer cómo ha afectado el cambio en la norma mencionada, en los: resultados reportados, evaluación de la conformidad y exigencias de los usuarios de instrumentos de medición, buscando una mirada global a partir de la magnitud de volumen.

En el capítulo 3 se dan nociones básicas del marco teórico y conceptual, herramientas fundamentales de las que se hicieron uso para realizar el estudio de las consecuencias de la

calidad de los resultados al solicitar que las empresas de calibración declaren la conformidad de los instrumentos de medición.

La metodología para realizar la recopilación de la información, y parámetros seleccionados para realizar el análisis de la evaluación de la conformidad, se encuentra en el capítulo 4. Estableciendo los parámetros a considerar, tales como: tipo de instrumento, valor nominal, división de escala, errores sistemáticos, errores aleatorios, industria en la que se usa el instrumento, y allí mismo se puede encontrar las etapas establecidas para culminar el estudio propuesto.

Los resultados y análisis de los mismos se encuentran en el capítulo 5. Donde por medio del análisis de correspondencias múltiples se puede visualizar que la declaración de conformidad si se ve afectada por el tipo de regla de decisión con la que es evaluada. Siendo un modelo binomial, un modelo apropiado para establecer el comportamiento de conformidad según el instrumento volumétrico y si el volumen del instrumento es variable o fijo.

Por último, se encuentran las conclusiones y algunas recomendaciones. Puesto que se encontró que la declaración de conformidad de un instrumento volumétrico si se ve afectada al ser evaluada con una regla de decisión de intervalo (regla del usuario) que con la regla de decisión estricta (regla de la norma de calibración), es necesario que el usuario se documente bien antes de evaluar la calidad de los resultados de su instrumento, ya que puede generar evaluaciones equivocadas y hacer uso de instrumentos que no cumplen con las especificaciones o en el caso de volumen sacar de servicio instrumentos que si cumplían con las especificaciones. Entre una de varias recomendaciones dadas se recalca el realizar

estudio de la declaración de conformidad en otros instrumentos de medición para evaluar si el caso de los instrumentos volumétricos operados a pistón es un caso aislado del resto de magnitudes o si está dentro de la tendencia.

2. Planteamiento del Problema

Un medio para evaluar la calidad de los resultados de instrumentos de medición es la evaluación de la conformidad, la cual consiste en establecer unas especificaciones (conocidas en el área metrológica como errores máximos permitidos o tolerancias) aplicando una regla de decisión, la cual describe como se tendrá en cuenta la incertidumbre de medición al establecer la conformidad.

La regla de decisión para evaluar instrumentos volumétricos operados a pistón, es la que permite evaluar la conformidad de dichos instrumentos. La regla de decisión que generalmente utilizan los usuarios difiere de la dada por la Norma bajo la cual se calibran estos instrumentos, esta diferencia puede afectar la declaración de conformidad y así la calidad de los resultados obtenidos y reportados con dichos instrumentos.

A partir de lo anterior se plantea la pregunta de investigación, los objetivos del trabajo de investigación y la justificación de la pregunta de investigación.

Pregunta de investigación

¿Existe diferencia en la declaración de conformidad de los instrumentos volumétricos operados a pistón entre el año 2018 y el año 2019?

Objetivos

Objetivo General

Identificar con herramientas estadísticas si se presentan diferencias en la declaración de conformidad de instrumentos volumétricos operados a pistón del 2018 y 2019, aportando así al aseguramiento de la calidad de los resultados.

Objetivos Específicos

- Realizar un análisis descriptivo de parámetros vinculados a la verificación y calibración de instrumentos volumétricos operados a pistón, por medio de variables que influyen en la calibración, comparando los resultados de la conformidad al ser evaluada por el usuario y al ser declarada en el certificado de calibración.
- Ajustar un modelo binomial el cual explique el comportamiento de la declaración de conformidad de los instrumentos volumétricos.
- Hacer un estudio inferencial por medio de una prueba de proporciones de los instrumentos no conformes.

Justificación

Primordialmente lo que motiva la realización de este trabajo de grado enfocado en la metrología y la calidad de los resultados es la motivación personal, puesto que como metróloga es importante conocer el efecto que tiene la nueva directriz de la norma ISO 17025:2017, norma que rige la competencia de laboratorios de calibración; la cual le añade la responsabilidad al laboratorio de declarar la conformidad de los instrumentos de medición.

Por lo anterior, se espera que en la industria y en la investigación circulen más instrumentos de medición que garanticen la calidad de sus resultados, lo cual es un tema interesante para la investigación, el conocer si la imposición de la declaración de conformidad en el certificado de calibración lleva a una mentalidad de minimizar riesgos y hacer uso de instrumentos conformes.

Este estudio además de tener una motivación personal es novedoso, ya que no hay estudios al respecto puesto que la norma es reciente, y los laboratorios tienen un plazo de un par de años para pasar de la ISO 17015:2005 a la 2017, por ende, hay muy pocos laboratorios, en Colombia¹, que actualmente estén acreditados bajo la Norma ISO 17025:2017, y por lo tanto, pocos resultados y análisis de los efectos generados por los cambios en dicha norma.

Por otro lado, puesto que la declaración de conformidad no era competencia del laboratorio de calibración, sino eran los usuarios de los instrumentos de medición (clientes de los laboratorios de calibración) quienes evaluaban la conformidad de sus instrumentos a partir de los resultados de la calibración y haciendo uso de una regla de decisión documentada por ellos mismos, la cual puede diferir de la regla de decisión acertada para evaluar el instrumento de medición, hecho que se supone

¹ En la página web de ONAC se puede conocer el listado de laboratorios acreditados y la norma bajo la cual lo están (ISO 17025:2005 o ISO 17025:2017) (ONAC, 2019)

si ocurre en los instrumentos de medición operados a pistón. Al conocer la diferencia entre la evaluación de conformidad del cliente (2018) y la del laboratorio (2019) se puede ofrecer un servicio de calibración más llamativo hacia el cliente, pues este sabrá que no se puede equiparar la evaluación de conformidad hecha por ellos que la realizada por un laboratorio acreditado bajo la norma ISO 17025:2017, acreditación que garantiza una documentación acertada con respecto a las reglas de decisión a usar según el instrumento de medición y las especificaciones bajo las cuales se va a contrastar.

Por último y entre muchas otras razones, este estudio puede llevar a reducir costos en la calibración. Debido a que los laboratorios generalmente establecen unas medidas de verificación antes de realizar la calibración para conocer así el comportamiento del instrumento de medición. Estas medidas se realizan disminuyendo la cantidad de repeticiones establecidas para la calibración, con el fin de que el cliente del laboratorio autorice el ajuste o el mantenimiento correctivo del instrumento en el caso que en las medidas de verificación lleven a concluir que el instrumento no es conforme. Pero en el caso que el instrumento se declare conforme, el tiempo invertido en las medidas de verificación se habrá perdido, lo cual es un gasto para la industria de la calibración.

Con este estudio se puede conocer las características de un instrumento volumétrico operado a pistón el cual tenga mayor probabilidad de ser conforme y se pueda establecer en los laboratorios de metrología no realizar las medidas de verificación para dichos instrumentos. De manera análoga, se puede hacer uso de los resultados de este estudio para minimizar el riesgo y conocer las características de los instrumentos que tienen mayor probabilidad de no ser conformes y tomar decisiones como aumentar o disminuir el número de repeticiones para la cantidad de mediciones en la verificación.

Por todo lo anterior, se considera que este estudio será un gran aporte tanto para los usuarios de instrumentos volumétricos, la metrología y los laboratorios de calibración, llevando a reducir costos y disminuir el riesgo de operar instrumentos que no sean aptos para la industria, la ciencia y la academia.

3. Marco Teórico / Conceptual

En este capítulo de una manera general se consideran conceptos fundamentales del área de la metrología relacionada con la declaración de la conformidad, calibración, e instrumentos volumétricos operados a pistón, tales como: reglas de decisión para declarar la conformidad, Norma 17025:2005, etapas y resultados de una calibración, tipos de instrumentos volumétricos operados a pistón, regla para declarar la conformidad para este tipo de instrumentos, especificaciones del fabricante. Lo anterior es base para comprender y realizar el análisis del comportamiento de la declaración de la conformidad según la regla de decisión más usualmente más usada por los clientes y la regla de decisión según el referente normativo en el cual se basa la calibración. Análisis que se realizará con herramientas estadísticas, como: regresión estadística al aplicar un modelo binomial, estadística multivariada haciendo uso de análisis por correspondencia múltiple y estadística inferencial con pruebas de proporciones. Por lo anterior, en este capítulo también se dará una noción general sobre estas herramientas estadísticas.

Conformidad e instrumentos volumétricos operados a pistón

Debido a los cambios establecidos a la Norma ISO 17025:2005 (ISO/IEC, 2005) descritos en la Norma 17025:2017 (ISO/IEC, 2017), cambios debidos al enfoque en el pensamiento basado en el riesgo, estableciendo que las empresas que prestan servicios de calibración de instrumentos de medición deben minimizar el riesgo y evaluarlos en todo lo relacionado con la prestación del servicio.

Conformidad y Norma 17025:2017

La evaluación de la conformidad, es la certificación de que una organización, sistema, persona, producto, proceso o servicio cumple con los requisitos especificados definidos en normas o especificaciones técnicas (Reyes Ponce & Hernández Leonard, 2006).

Una norma técnica es un documento que establece requisitos, especificaciones, directrices o características que pueden utilizarse para asegurar, en forma consistente, que un producto, proceso o servicio es adecuado a su uso o propósito. Son establecidas por consenso entre las partes interesadas, tales como: fabricantes, administración, consumidores, laboratorios, centros de investigación, entre otros. Las normas técnicas deben ser aprobadas por organismos de normalización reconocidos y están disponibles al público. Se utilizan para la evaluación de los productos, procesos o servicios (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2019).

En el caso de las empresas que prestan servicios de calibración, muestreo y ensayos, la norma bajo la cual se garantiza la calidad de las actividades es la Norma Internacional

ISO.IEC 17025, que como se mencionó en la introducción, uno de los cambios establecidos de la edición del 2005 al 2017, es el deber de la empresa prestadora del servicio declarar conformidad, en dos casos: cuando el referente normativo en el cual se basa el procedimiento específico establece una regla de decisión para evaluar la conformidad, y cuando el cliente solicita la declaración de conformidad, para este caso, el cliente puede dar la regla de decisión y las especificaciones, o llegar a un consenso con la empresa prestadora de servicio, quien documentándose pueden definir los criterios para evaluar la conformidad y evaluar el riesgo.

Regla de decisión, es una regla que describe como se debe considerar la incertidumbre de medición cuando se declara la conformidad con un requisito y el resultado de una medición (ISO/IEC, 2017, pág. 11) (La Guía Metas, 2018).

Hay diferentes reglas de decisión:

a) Método de exactitud (IEC, 2007)

Considera que cada uno de los errores de indicación resultantes de las medidas de calibración son inferiores o iguales al error máximo permitido. Es una regla de decisión de aceptación simple, la cual no incluye a la incertidumbre en la evaluación. Por lo tanto, no se puede conocer la probabilidad de conformidad.

Los requisitos para hacer uso de esta regla es mantener las fuentes de incertidumbres minimizadas, como lo son: los instrumentos de medición, las condiciones ambientales, el personal.

$$e_i \leq EMP$$

Ecuación 1. Regla de Decisión - Método de Exactitud

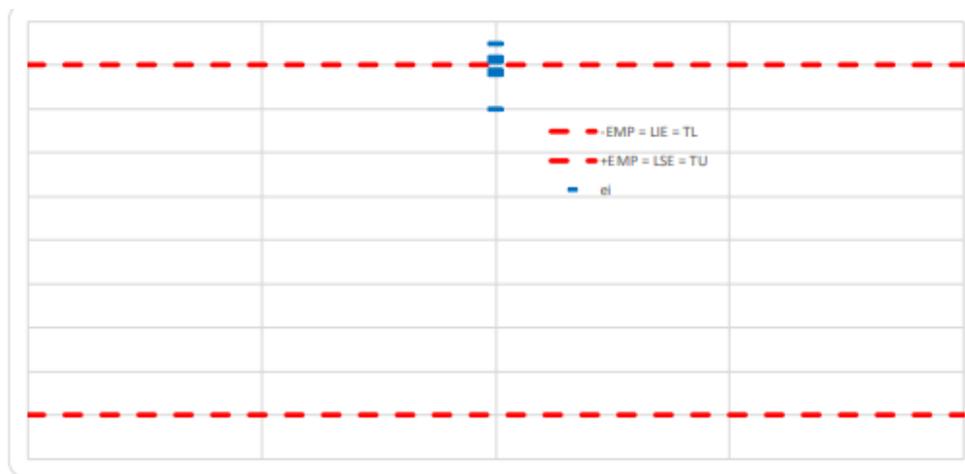


Ilustración 1 Representación gráfica de la Regla de Decisión - Método de Exactitud, siendo EMP el error máximo permitido lo que es equivalente a Límite Inferior Establecido (LIE), al Límite Superior Establecido (LSE) y a la Tolerancia Superior e Inferior (TU y TL), con azul se muestran 4 errores de indicación estimados en las mediciones de calibración (e_i). (La Guía Metas, 2018, pág. 4)

b) Metrología legal (OIML R 111-1, 2004)

Considera tanto los errores de indicación encontrados en la calibración de instrumentos de medición y la incertidumbre, donde se debe cumplir 2 requisitos.

El error de indicación es menor o igual al error máximo permitido, es decir, debe cumplir el método de exactitud, conocida como regla de aceptación simple con riesgo compartido, al cumplir también que la incertidumbre instrumental no es mayor a la tercera parte del error máximo permitido.

$$e_i \leq EMP \quad y \quad U \leq \frac{EMP}{3}$$

Ecuación 2. Regla de Decisión - Metrología Legal

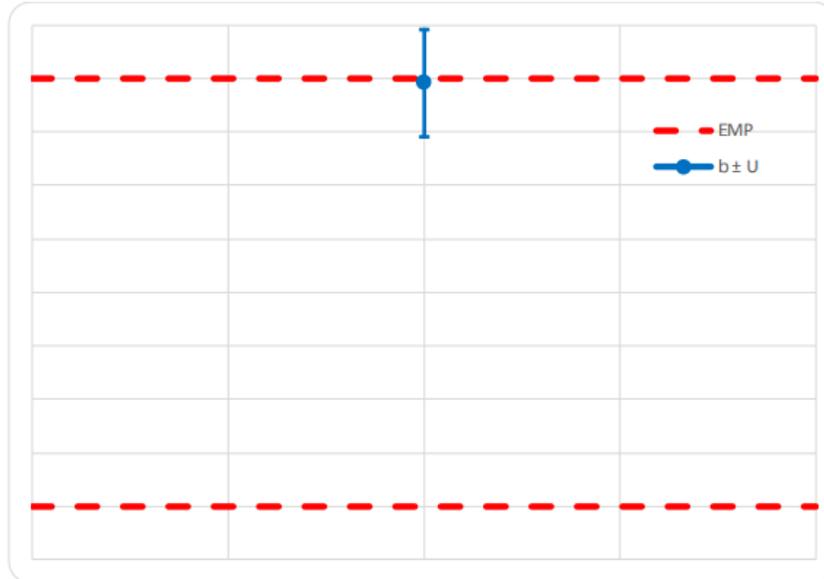


Ilustración 2. Representación gráfica de la Regla de Decisión - Metrología Legal, siendo EMP el error máximo permitido, con azul se muestra el error máximo permitido (e_i) o sesgo (b), es decir, el promedio de una cantidad de repeticiones, más la incertidumbre (U). (La Guía Metas, 2018, pág. 5)

Se observa en la ilustración que el riesgo cuando $b = EMP$, es decir la probabilidad de no conformidad, puede tener valores menores al 50 %, por ende, la probabilidad de conformidad es de al menos el 50 %.

c) Intervalo de incertidumbre (ILAC, 2019) (ISO, 2003)

Se tiene en cuenta el intervalo de incertidumbre que se genera al sumar y restarla al error de indicación. Se declara conformidad si todo el intervalo de incertidumbre se encuentra dentro del error máximo permisible.

$$|e \pm U| \leq EMP$$

Ecuación 3. Regla de Decisión – Intervalo de Incertidumbre

En el caso de una incertidumbre expandida (U) con un K=2 (nivel de confianza del 95,45 %), la probabilidad de no conformidad es menor al 2,3 %, por ende, la probabilidad de conformidad del 97,7 %.

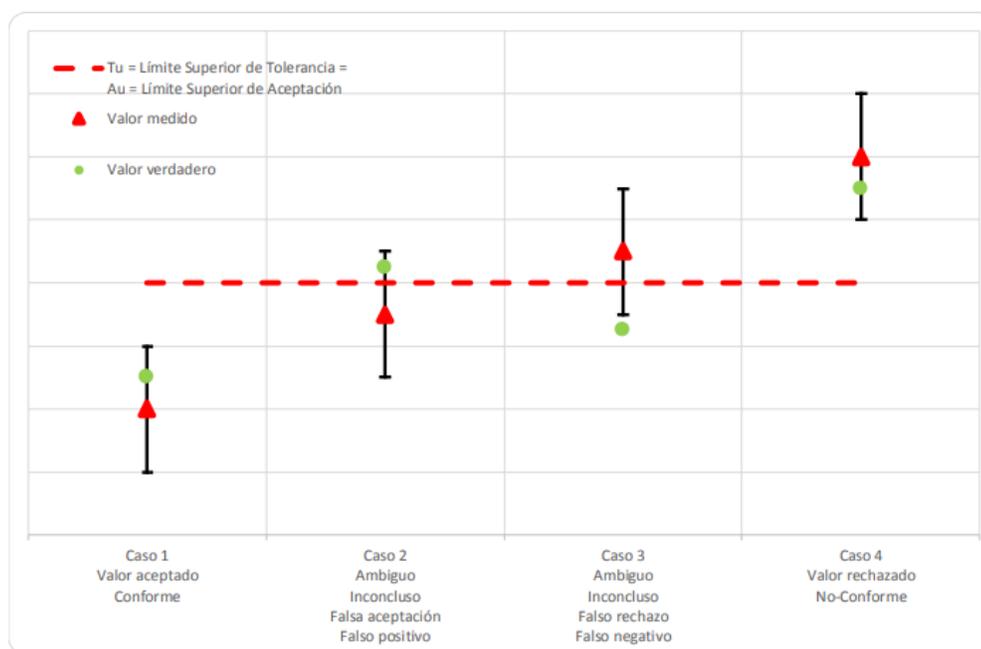


Ilustración 3. Representación gráfica de la regla de decisión por intervalo de incertidumbre, donde se muestran 4 casos, en el caso 2 y 4 en el cual se presenta ambigüedad se debe realizar nuevamente el proceso de medición. (La Guía Metas, 2018, pág. 6)

d) Zona o franja de seguridad

Con esta regla de decisión se introduce la zona o franja de seguridad, el cual es, el intervalo entre un límite de tolerancia y un límite de aceptación, entonces así, se reduce la tolerancia a un intervalo de aceptación.

- Zona de seguridad fija, igual a la incertidumbre expandida (UNE-EN ISO, 2019) (ANSI/ASME, 2001): En el caso de seguridad fija se selecciona una zona de seguridad igual a la incertidumbre expandida con factor de cobertura (k) igual a 2.

- Zona de seguridad con probabilidad de conformidad preestablecida (ISO/IEC, 2012) (JCGM, 2012): En este caso el límite de aceptación esta fuera del intervalo de tolerancia, reduciendo el riesgo del fabricante, es decir, reduciendo el riesgo de rechazar erróneamente. Por lo tanto, en función de las políticas (riesgo aceptable para la organización) se selecciona una probabilidad de conformidad.

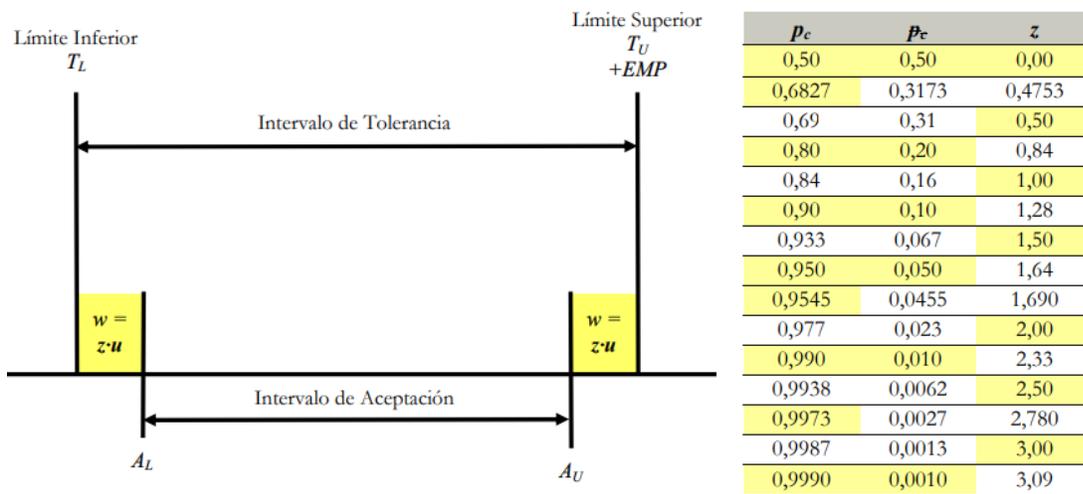


Ilustración 4. Representación gráfica de la regla de decisión con zona de seguridad, donde se muestran el caso en el cual la probabilidad de conformidad es preestablecida, en el caso que $z = 2$ la probabilidad de conformidad es la regla de decisión conocida como zona de seguridad fija ($z = k = 2$) con una fiabilidad del 97,7 % (La Guia Metas, 2018, pág. 8).

e) Cálculo de probabilidad de conformidad y no-conformidad (ISO/IEC, 2012) (JCGM, 2012)

Esta regla de decisión no da resultado de conforme o no conforme, sino la probabilidad de conformidad y la probabilidad de no conformidad, para el cálculo de estas probabilidades se integra la función de densidad de probabilidad (PDF) normal, evaluado en los siguientes límites, considerando la tolerancia superior (T_U) e inferior (T_L):

$$\text{Límite superior: } z = (T_U - y)/u \qquad \text{Límite inferior: } z = (y - T_L)/u$$

La ecuación de la función de densidad normal típica es:

$$f(z) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{z^2}{2}}$$

Ecuación 4. Función de Densidad Normal, la cual se debe integrar entre el límite superior e inferior (z) para conocer la probabilidad de conformidad.

Instrumentos Volumétricos Operados a Pistón

Los instrumentos volumétricos están divididos en 2 tipos según su forma de operación:

- **Recipientes de vidrio:** Los cuales el volumen se ajusta a una marca graduada inamovible, y se calibran de acuerdo a la Norma ISO 4787. Ejemplo: Pipetas, buretas, matraces, entre otros. (UNE-EN ISO, 2011)
- **Operados a Pistón:** Siendo el pistón (embolo), según la real academia española (RAE, 2019), “pieza que se mueve alternativamente en el interior de un cuerpo de bomba o del cilindro de una máquina para enrarecer o comprimir un fluido o recibir de él movimiento”. Estos instrumentos pueden ser operados manual,

eléctrica, neumática o hidráulicamente. El volumen es indicado mecánicamente o por equipos electrónicos. Se calibran de acuerdo a la Norma ISO 8655-6. Ejemplo: Buretas, dosificadores, dilutores y pipetas accionadas mediante pistón. Como los que se muestran en la siguientes imágenes (UNE-EN ISO, 2003).



Ilustración 5. Imágenes de instrumentos volumétricos operados a pistón, de izquierda a derecha y de arriba hacia abajo: pipeta automática, pipeta multicanal, bureta manual, bureta de motor, dilutores, dispensador de un solo golpe y dispensador de entrega múltiple.

La Norma ISO 8655-6 establece como se calibra, con qué condiciones ambientales, cuantas repeticiones, con qué instrumentos de medición. Pero antes de continuar con los instrumentos volumétricos se debe contextualizar, al lector que desconoce conceptos metrológicos, explicando brevemente que significa calibrar un instrumento de medición.

Calibración: operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los patrones de medida, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medida a partir de una indicación. (JCGM, 2012, pág. 37)

Es decir, la calibración es el procedimiento que a partir de unos resultados puedo conocer el error de indicación de un determinado instrumento de medición, resultado al que se le asocia una incertidumbre de medición.

La calibración se realiza para conocer el cumplimiento del instrumento de medición con respecto a una especificación, ya que al medir con cierto instrumento se obtienen valores los cuales se debe conocer la calidad de sus resultados, puestos que estos influyen en productos, equipos o procesos. (INM, 2015)

Volviendo al tema específico de calibración de instrumentos volumétricos operados a pistón, se tiene establecido en la Norma ISO 8655:2012 que se deben realizar 10 mediciones para el 10%, 50 % y el 100 % del valor nominal del instrumento a calibrar y para evaluar su conformidad se debe hacer uso de la regla de decisión del método de exactitud (aceptación simple), donde se debe calcular el error relativo (porcentual) y comparar con el error máximo permitido porcentual. Como se muestra a continuación:

Evaluación de la conformidad a partir del error sistemático de medición

Siendo el error sistemático, e_s , el sesgo de las mediciones obtenidas en la calibración con respecto a la indicación del instrumento de medición, es decir:

$$e_s = \bar{V} - V_s$$

Ecuación 5. Error sistemático, siendo \bar{V} el valor del volumen promedio calculado a partir de las indicaciones (sesgo) y V_s el valor del volumen seleccionado. Este error se da en unidades de volumen (microlitros, mililitros).

$$e_s = 100(\bar{V} - V_s) / V_o$$

Ecuación 6. Error sistemático relativo. V_o es el volumen nominal del instrumento volumétrico. Este error se da en porcentaje (%). En el caso de instrumentos de volumen fijo $V_o = V_s$

En el caso de evaluar la conformidad haciendo uso del error sistemático relativo, se debe comparar el valor obtenido de la ecuación 7 con el valor del error máximo permitido establecido en las cuatro partes de la Norma ISO 8655, dedicadas a cada tipo de instrumento volumétrico operado por pistón. (ISO 8655-2:2002, pág. 6 y 7) (ISO 8655-3:2002) (ISO 8655-4:2002) (8655-5:2002).

Evaluación de la conformidad a partir del error aleatorio de medición

El error aleatorio de medición se calcula con la desviación estándar de los volúmenes estimados a partir de las indicaciones, es decir, la desviación estándar de la repetibilidad s_r .

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V})^2}{n - 1}}$$

Ecuación 7. Error aleatorio de medición equivalente a la Desviación estándar típica de la repetibilidad.

donde n es el número de mediciones, en el caso de calibración de instrumentos volumétricos operados a pistón, $n = 10$.

Para calcular el error aleatorio en porcentaje, se hace uso del coeficiente de variación, CV.

$$CV = 100 \left(\frac{s_r}{\bar{V}} \right) \left(\frac{V_s}{V_o} \right)$$

Ecuación 8. Coeficiente de variación, cuando el instrumento volumétrico es de volumen fijo $V_o = V_s$, entonces $V_s / V_o = 1$.

Al hacer uso del error aleatorio para evaluar la conformidad se debe calcular el coeficiente de variación con la ecuación 9 y comparar los resultados con los errores aleatorios máximos permitidos relativos que se encuentran en la Norma ISO 8655 desde la parte 2 a la 5, valores que no deben ser mayores a los valores especificados para declarar que el instrumento volumétrico es conforme.

Por ende, la regla de decisión para declarar la conformidad a partir del error sistemático y el error aleatorio de medición de un instrumento volumétrico que opera a pistón, es una regla de decisión de método de exactitud, también conocida como aceptación simple.

Herramientas estadísticas

Análisis de Correspondencias Múltiples

El análisis de correspondencias es una técnica estadística descriptiva, cuyo objetivo es analizar datos multivariable reduciendo el número de dimensiones con la mínima pérdida de información, permitiendo así visualizar una nube de puntos multidimensional en dos dimensiones, logrando así relacionar categorías de variables cualitativas (Llopis Pérez, 2013) (Díaz & Garrido, 2015)

Consiste de una técnica, que por medio de una representación gráfica y mediante mapas de posicionamiento, se intenta hacer una fotografía, en dos dimensiones, de una realidad multidimensional, se muestra una representación en la ilustración 5. Lo anterior se hace a partir de los datos de una tabla de contingencia, asociando a cada una de las modalidades de la tabla, un punto en el espacio R^n , usualmente $n=2$, la cercanía y la lejanía entre los puntos calculados reflejan la relación de dependencia y semejanza existentes entre las modalidades (de la Fuente Fernández, 2011).

Análisis de correspondencias simples: los datos son contenidos en una tabla de contingencia, en la cual las categorías de una variable aparecen en filas y para la otra variable

en las columnas, la técnica de análisis de correspondencia sintetiza la información de las filas y las columnas, proyectando simultáneamente los puntos fila y los puntos columna, proyección que se realiza haciendo uso de métodos algebraicos complejos que al llegar a una representación gráfica, permite de una manera intuitiva realizar conclusiones a cerca de la relación entre las 2 variables.

Análisis de correspondencias múltiples: es la extensión del análisis de correspondencias simples con varias variables nominales, donde la información de los datos son contenidos en tablas de contingencia multidimensional (ver ilustración 4) y se realiza el mismo procedimiento que en el caso de 2 variables. Usualmente, unas variables son individuos y las otras variables representan cualidades del individuo. (de la Fuente Fernández, 2011)

Para realizar un análisis de correspondencias se necesita que los datos se puedan representar como las respuestas de un conjunto de preguntas y que estas preguntas estén organizadas en categorías. El fin es la asociación entre categorías de columnas o filas y la asociación entre categorías de filas y columnas.

La tabla de datos:

ind	SEXO	EDAD	INGRESO
1	F	5	Medio
2	F	3	Alto
3	M	4	Bajo
4	F	1	Bajo
5	F	2	Medio
6	M	5	Alto
7	F	2	Medio
8	M	3	Bajo
9	M	1	Alto
10	F	4	Medio

Tabla de Burt

		Sexo		Edad					Ingresos		
		F	M	1	2	3	4	5	B	M	A
Sexo	F	6		1	2	1	1	1	1	4	1
	M		4	1	0	1	1	1		2	2
Edad	1			2					1	0	1
	2				2				0	2	0
	3					2			1	0	1
	4						2		1	1	0
	5							2	0	1	1
Ingresos	B								3		
	M									4	
	A										3
		18	12								

Ilustración 6. Ejemplo de tabla de contingencia multidimensional (CIMPA-UCR)

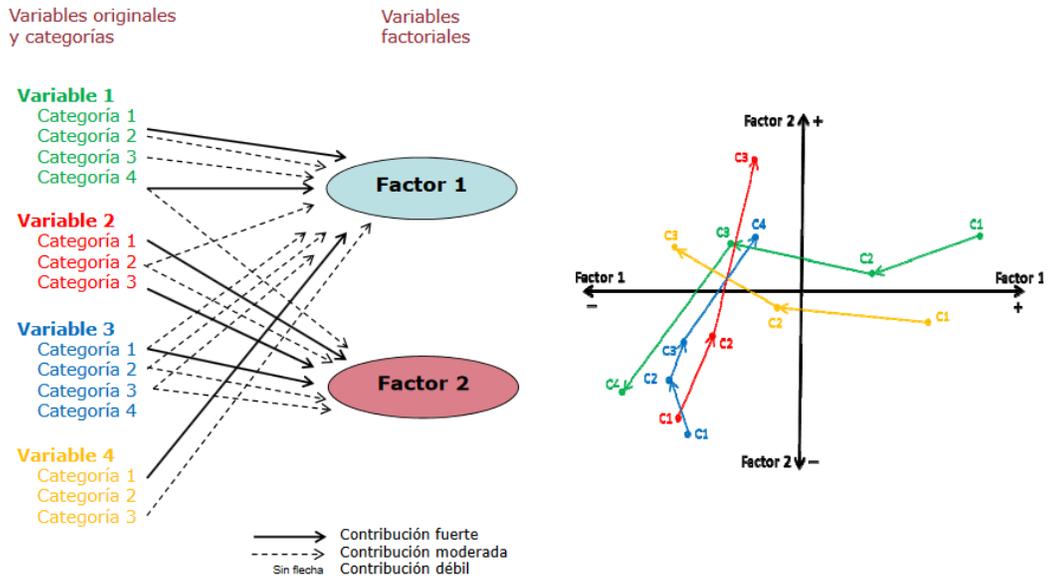


Ilustración 7. Representación gráfica de la técnica de análisis de correspondencias múltiples. (López

Roldán & Fachelli, 2015)

Modelo Binomial

Por medio de un proceso de abstracción se llega a un modelo de la realidad expresada con lenguaje matemático. Modelo que se obtiene a partir de los resultados del fenómeno real, con el fin de poder realizar una interpretación de la realidad y de esta forma llegar a conclusiones (Alcaide Delgado, 2015).

Se puede clasificar los modelos en dos tipos: deterministas y no deterministas. Los modelos deterministas son aquellos que con la información suministrada del fenómeno son capaces de modelar con exactitud la realidad. Mientras que los modelos no deterministas presentan cierta incertidumbre por el fenómeno que está bajo estudio, lo cual lleva a obtener una diferencia entre el fenómeno y la representación que da el modelo, error aleatorio. A este último tipo de modelos se le conoce como modelos estadísticos. (Alcaide Delgado, 2015)

Los modelos estadísticos de regresión son aquellos que explican cómo cambia el resultado (variable dependiente) al cambiar otras variables conocidas como independientes o predictoras, por ende, se llega a una fórmula matemática que muestra la relación entre variables correlacionadas. Los modelos de regresión se caracterizan por la naturaleza de la variable dependiente, al ser una variable continua se espera un modelo de regresión lineal, pero si la variable es dicotómica el modelo esperado es un modelo de regresión logística. Este escrito se centra en el modelo de regresión logística al cual pertenece el modelo binomial. (Fiuza Pérez & Rodríguez Pérez, 2000)

Los modelos de regresión logística son aquellos que permiten explicar una variable dependiente cualitativa a partir de variables cuantitativas o cualitativas, actuando como variables explicativas, las cuales desean explicar (Fiuza Pérez & Rodríguez Pérez, 2000):

- a) Una cualidad que solo toma dos modalidades → modelos binomiales
- b) Una cualidad que toma más de dos modalidades → modelos multinomiales
- c) Una característica con varias modalidades que presentan entre ellas un orden natural → modelos ordenados.
- d) Una decisión que puede suponer decisiones encadenadas → modelos anidados

Como se mencionó la regresión logística se utiliza cuando la variable dependiente es dicotómica, es decir, una variable que solo puede tomar 2 opciones, como la presencia o no de cierto atributo, opciones representadas generalmente por los números uno (1) y cero (0). Lo que se obtiene con la regresión logística es la probabilidad de este presente el atributo en función de las variables explicativas, entonces con una función logística aplicada a las variables independientes se puede clasificar los individuos en los dos grupos establecidos por la variable dependiente.

Siendo así la función logística es aquella función que encuentra para cada individuo la probabilidad (p) de que presente el atributo estudiado a partir de las variables explicativas, las cuales deben ser variables relevantes o influyentes, existiendo una transformación

logarítmica de dicha función, logit, la cual convierte la probabilidad (p) en odds, surgiendo así la ecuación de la regresión logística. (Fiuza Pérez & Rodríguez Pérez, 2000)

La transformación que realiza la regresión logística es aplicada a la ecuación obtenida en una regresión lineal, $\beta_0 + \beta_1 X$, de tal forma que el resultado este en el intervalo comprendido entre el cero y el uno. Una de las funciones más utilizadas que pueden realizar esta transformación es la función logística, conocida como función sigmoide (Amat Rodrigo, 2016):

$$\sigma(x) = \frac{1}{1 + e^{-x}}$$

Ecuación 9. Función sigmoide, permite transformar la regresión lineal a regresión logística

Al considerar la función de la regresión lineal como $x = \beta_0 + \beta_1 X$, se llega a que la probabilidad de que la variable dependiente cualitativa Y sea k (codificado como 1), dado que la variable independiente X sea x, es:

$$P(Y = k|X = x) = \frac{1}{1 + e^{-(\beta_0 + \beta_1 X)}} = \frac{e^{(\beta_0 + \beta_1 X)}}{1 + e^{(\beta_0 + \beta_1 X)}}$$

Ecuación 10. Función de la probabilidad a partir de una regresión logística

La anterior función se puede ajustar por medio de la función logarítmica, obteniendo lo que se conoce como LOG of ODDs

$$\ln\left(\frac{P(Y = k|X = x)}{1 - P(Y = k|X = x)}\right) = \beta_0 + \beta_1 X$$

Ecuación 11. Ecuación LOG of ODDs

Entonces se concluye que en la regresión logística se modela la probabilidad de que la variable respuesta Y pertenezca a k , k se le asigna el valor 1, en función del valor que tomen las variables explicativas. De donde surge el termino ODDs o razón de probabilidad de verdadero, se define como la razón de la probabilidad del evento verdadero y la probabilidad del evento falso:

$$ODDs = \frac{p}{q}$$

Ecuación 12. Razón de probabilidad de verdadero

Si resulta el valor n de la razón de probabilidad de verdadero, se interpreta que se espera n eventos verdaderos por cada evento falso (Amat Rodrigo, 2016).

De la anterior ecuación se observa que si la probabilidad p aumenta también lo hacen los ODDs, y el intervalo de valores que pueden tomar los ODDs es de $[0, \infty]$, puesto que la probabilidad esta entre $[0, 1]$. Por lo anterior, se lleva a cabo una transformación logit, logaritmo natural, de los ODDs, permitiendo convertir el intervalo de probabilidad de $[0, 1]$ a $[-\infty, +\infty]$. Los ODDs y el logaritmo de ODDs (LOG of ODDs) cumple que (Amat Rodrigo, 2016):

ODDs	LOG of ODDs
<ul style="list-style-type: none"> • Si $p(\text{verdadero}) = p(\text{falso})$ 	<ul style="list-style-type: none"> • Si $\text{ODDs}(\text{verdadero}) = 1$
→ $\text{ODDs}(\text{verdadero}) = 1$	→ $\text{logit}(p) = 0$
<ul style="list-style-type: none"> • Si $p(\text{verdadero}) < p(\text{falso})$ 	<ul style="list-style-type: none"> • Si $\text{ODDs}(\text{verdadero}) < 1$
→ $\text{ODDs}(\text{verdadero}) < 1$	→ $\text{logit}(p) < 0$
<ul style="list-style-type: none"> • Si $p(\text{verdadero}) > p(\text{falso})$ 	<ul style="list-style-type: none"> • Si $\text{ODDs}(\text{verdadero}) > 1$
→ $\text{ODDs}(\text{verdadero}) > 1$	→ $\text{logit}(p) > 0$
<ul style="list-style-type: none"> • Los ODDs no tienen límite superior 	<ul style="list-style-type: none"> • Logit no existe para $p = 0$

superior

Ajuste del modelo

Luego de obtener la relación lineal entre el logaritmo natural de los ODDs y la variable explicativa o predictora X , se debe estimar los parámetros β_0 y β_1 . Los valores óptimos serán aquellos que permitan maximizar la probabilidad de obtener los datos observados, máxima verosimilitud. Lo anterior se puede realizar por medio del método de Newton o por el método del descenso de gradiente, siendo el último un método poco recomendado para regresión logística. (Amat Rodrigo, 2016)

Evaluación del modelo

Se debe evaluar la significancia del modelo logístico (p-valor del modelo), las técnicas estadísticas que permiten esta evaluación consideran que el modelo es aplicable si puede mostrar una mejora con respecto al modelo nulo, modelo que solo cuenta con el parámetro

β_0 , es decir modelo sin variables explicativas o predictoras, las 2 técnicas más utilizadas son (Amat Rodrigo, 2016):

- Wald chi-square: muy utilizado, pero se debe considerar que pierde precisión con tamaños muestrales pequeños.
- Likelihood ratio: tiene en cuenta la significancia de la diferencia de residuos entre el modelo con predictores y el modelo nulo.

Prueba de Diferencia de Proporciones

Las investigaciones desean estudiar a cada uno de los individuos de la población, pero esto no se realiza por el costo o por la imposibilidad de realizar dicho estudio. Por eso se hace uso de la estadística inferencial, la cual permite conocer la población no estudiada en su totalidad, a partir de resultados obtenidos de una muestra de dicha población, calculando así estimaciones de lo que se desea conocer (Montero, s.f., pág. 46). Más adelante se representa en un esquema la técnica inferencial (ver ilustración).

La inferencia estadística consiste en toma de decisiones, en la cual se requiere de la estimación y de una hipótesis estadística la cual será evaluada con una regla de decisión. La hipótesis estadística es una proposición acerca de la distribución de la población. Si se rechaza la hipótesis se indica que los datos de la muestra ofrecen suficiente evidencia sobre su falsedad. Si se acepta la hipótesis significa simplemente que esta no se rechaza.



Ilustración 8. Esquema del procedimiento a usar en la estadística Inferencial

En estadística inferencial, se realiza un contraste de hipótesis, es decir, se estudia 2 hipótesis: hipótesis nula (H_0) y la hipótesis alternativa (H_1), de tal forma que los resultados muestrales se clasifican en dos zonas; zona de rechazo y zona de aceptación, entonces según se obtenga el resultado, se acepta o se rechaza la hipótesis. (Montero, s.f., pág. 55 y 56). La zona de rechazo se conoce como región crítica, como se muestra en la siguiente ilustración:

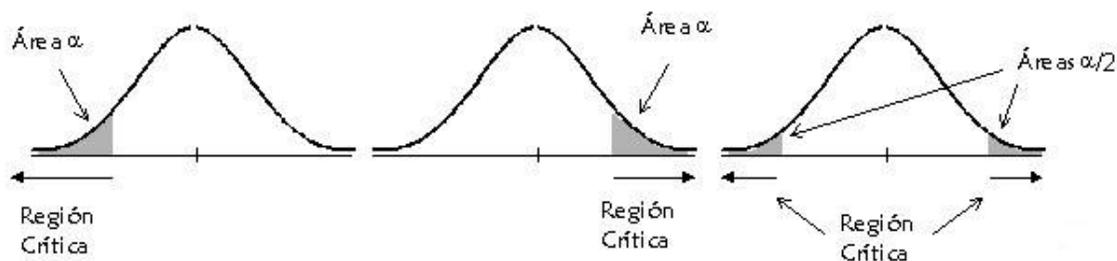


Ilustración 9. Representación de tres distribuciones donde la zona en blanco es la zona de aceptación, las 2 primeras gráficas corresponden a un contraste de hipótesis unilateral, la gráfica de la derecha corresponde a un contraste de hipótesis bilateral (Molina Muñoz & Lara Porras, 2019).

Un contraste es unilateral, si para tomar la decisión de rechazar H_0 se hace uso de valores muy grandes o muy pequeños del estadístico de contraste, una de las formas en las que se puede escribir es:

$$H_0 : \theta = \theta_0$$

$$H_1 : \theta > \theta_0$$

Un contraste es bilateral, al utilizar los valores muy grandes y muy pequeños de los posibles valores del estadístico de contraste, es de la forma:

$$H_0 : \theta = \theta_0$$

$$H_1 : \theta \neq \theta_0$$

El valor α se conoce como nivel de significancia o nivel de riesgo, es la probabilidad de que un nivel concreto del estadístico de contraste, este en la zona rechazo, entonces, es el conjunto de valores del estadístico de contraste que lleva a tomar la decisión de rechazar la hipótesis nula. Mientras que $(1 - \alpha)$ se le conoce como nivel de confianza, es el conjunto de valores del estadístico de contraste que nos lleva a la decisión de aceptar la hipótesis nula.

Al realizar una hipótesis de contraste se sabe que con el nivel de significancia se establece la zona de aceptación y de rechazo. Se puede calcular la significancia a partir de la cual la hipótesis nula, H_0 , se rechaza. Para hecho surge el p-valor, siendo:

$$p = P [|Z| > Z_{exp}]$$

Ecuación 13. p-valor el cual se utiliza para evaluar la hipótesis nula

Entonces el p-valor es el valor límite para que una hipótesis de contraste sea significativo, en otras palabras, al elegir un nivel de significancia α , se rechaza H_0 , si $p < \alpha$ (Montero, s.f., pág. 62) .

Lo anterior es base para realizar la prueba de la distribución de la diferencia de proporciones muestrales la cual consiste en (Universidad de la Granada, s.f.): Sean las variables aleatorias X y Y tales que cumplen con el comportamiento dado por dos distribuciones binomiales, distribuciones que son independientes entre sí

$$X \rightarrow B(n_X; p_X) \qquad Y \rightarrow B(n_Y; p_Y)$$

Para n_X y n_Y grandes ($n > 30$) se tiene que la distribución Binomial se aproxima a una distribución Normal:

$$X \rightarrow B(n_X p_X; \sqrt{n_X p_X q_X}) \qquad Y \rightarrow B(n_Y p_Y; \sqrt{n_Y p_Y q_Y})$$

Se define las proporciones muestrales como:

$$\hat{p}_X = \frac{X}{n_X} \qquad \hat{p}_Y = \frac{Y}{n_Y}$$

El estadístico de la diferencia de proporciones se define como $\hat{p}_X - \hat{p}_Y$, entonces el estadístico Z, es definido como:

$$Z = \frac{(\hat{p}_X - \hat{p}_Y) - (p_X - p_Y)}{\sqrt{\frac{p_X q_X}{n_X} + \frac{p_Y q_Y}{n_Y}}} \rightarrow N(0, 1)$$

4. Marco Metodológico

Tipo de metodología y enfoque

La hipótesis del estudio busca encontrar la relación que existe entre las variables de la calibración de instrumentos volumétricos operados a pistón y la declaración de conformidad de dicho instrumento, por ello básicamente es un estudio que mostrará la relación causa / efecto de características de instrumentos volumétricos operados a pistón, es decir, este estudio es del tipo descriptiva correlacional.

Tipo de metodología: Descriptiva

Enfoque: Correlacional

Población y muestra

Universo de estudio: Está constituida por las calibraciones realizadas a instrumentos volumétricos operados a pistón realizadas en el segundo semestre del 2018 y primer semestre del 2019 en un laboratorio de calibración, calibrados bajo el referente normativo ISO 8655:2002.

Población objetivo: Está constituido por los instrumentos volumétricos operados por pistón calibrados bajo el referente normativo ISO 8655:2002.

Unidades estadísticas:

- **Observación:** Instrumentos volumétricos operados a pistón.
- **Análisis:** Características de los instrumentos volumétricos operados a pistón y la declaración de conformidad.

Marco estadístico

A partir de listados existentes del registro de la información de los instrumentos volumétricos operados a pistón que se envían a calibración, se realizará el marco, para obtener las variables influyentes en la declaración de conformidad.

Variables a considerar

- Tipo de instrumento de medición volumétrico operado a pistón
- Industria en la que utiliza el instrumento volumétrico
- Valor nominal
- División de escala
- Instrumento con volumen: variable o fijo.

Esta investigación se llevó con la dirección del profesor Cristian Andrés González y la colaboración del Laboratorio de Metrología Sigma LTDA quien suministró la base de datos, la ejecución del proyecto se realizó por etapas:

Etapa i) Creación del Marco estadístico

El laboratorio suministró la información de las calibraciones realizadas en el segundo periodo del 2018 y primer periodo del 2019, en donde se cuenta con:

- Tres de los cuatros tipos de instrumentos volumétricos operados a pistón: pipetas automáticas, buretas a pistón, y dispensadores.
- Fabricante del instrumento volumétrico: Brand, Gilson, Eppendorf, Nichyrio, Mettler Toledo, Boeco, SI Analytics, entre otros.
- Instrumento volumétrico específico
Pipetas automáticas: micropipeta, macropipeta, multicanal

Bureta a pistón: Bureta manual, Bureta a motor.

Dispensador: Dispensador de un solo golpe, dispensador de múltiples golpes.

- Nombre del cliente (quien envía el instrumento a calibración), esta información se utiliza para conocer la industria en donde se usa el instrumento volumétrico, las cuales son: agropecuaria, ensayos y análisis, medicina, academia, medio ambiente, diésel, y control de calidad.
- División de escala (μL): 0.001, 0.002, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0,2, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 200, 500, y 1000.
- Valor nominal (μL): 1, 2, 2.5, 3, 10, 20, 50, 100, 200, 250, 300, 1000, 5000, 10000, 20000, 25000, 5000 y 100000. Valor nominal el cual se clasifica en 4 intervalos, considerando que la norma ISO 8655-6 (2002) también realiza la esta calibración para definir con que instrumento de pesaje se debe calibrar.

Intervalo	Volumen del instrumento volumétrico
A	$1 \mu\text{L} \leq V \leq 10 \mu\text{L}$
B	$10 \mu\text{L} < V \leq 100 \mu\text{L}$
C	$100 \mu\text{L} < V \leq 1000 \mu\text{L}$
D	$1000 \mu\text{L} < V \leq 10000 \mu\text{L}$
E	$10000 \mu\text{L} < V \leq 200000 \mu\text{L}$

Tabla 1. Intervalos de volúmenes nominales para instrumentos operados a pistón

Inicialmente se crea el marco teórico con la anterior información mencionada y se agrega la conformidad del 2018 ya que esta no se evaluaba, por información dada por diferentes clientes se supone que estos evaluaban sus instrumentos de medición haciendo uso de regla de decisión por intervalo de medición, la cual difiere con la regla de decisión dada por el referente normativo la cual es una regla de decisión del método de exactitud, utilizada en las calibraciones del 2019 para evaluar la conformidad de los instrumentos volumétricos.

Además, se cuenta con medidas de verificación las cuales consisten en una cantidad menor de mediciones que las realizadas en la calibración, medidas que se realizan para conocer el comportamiento del error sistemático y el error aleatorio y sugerir al cliente, en

caso de requerirlo, el ajuste de la escala del instrumento o el envío a un mantenimiento correctivo, antes de continuar con la calibración. Las anteriores sugerencias se dan cuando al evaluar con la regla de decisión los errores sistemáticos y errores aleatorios no cumplen con los errores máximos permisibles. En el 2018 la regla de decisión que se utilizaba en el laboratorio para realizar esta evaluación es el del método de exactitud y en el 2019 la mencionaba en el referente normativa la cual es también una regla de decisión de método de exactitud, la cual se calcula como se mostró en la ecuación 7 para el error sistemático relativo y la ecuación 9 para el error aleatorio relativo.

Para las siguientes 3 etapas se hace uso del lenguaje R (R Fundación para la computación estadística, 2019) y el paquete para leer archivos en Excel (Dragulescu & Arent, 2018).

Etapa ii) Análisis de correspondencia múltiple

Se realiza el análisis de correspondencia múltiple en R Studio por medio del código que se muestra en el anexo A, en el cual se hace uso del paquete estadístico FactoClass (Pardo & DelCampo, 2007)

Etapa iii) Modelo Binomial

Se realiza un modelo binomial en el programa R Studio y se evalúan los supuestos con el paquete lmttest (Zeileis & Hothorn, 2002), el código se puede visualizar en el anexo B.

Etapa iv) Prueba de diferencia de proporciones

Se realiza una prueba de la distribución de la diferencia entre dos proporciones en el lenguaje R en la plataforma RStudio, en el anexo C se puede visualizar el código implementado.

Etapa v) Conclusiones

A partir de los resultados obtenidos de las etapas ii, iii y iv se realiza un análisis y se llega a conclusiones con respecto a la influencia de la regla de decisión seleccionada en la evaluación de conformidad de instrumentos volumétricos operados a pistón y se analiza cuáles son las variables que intervienen para que un instrumento volumétrico tienda a no ser conforme.

5. Análisis y resultados

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos a partir del análisis de correspondencia múltiple y el modelo binomial en los cuales se toma como la variable dependiente la declaración de conformidad. Además, se realiza la diferencia de proporciones de la conformidad declarada por el laboratorio en 2019 y la evaluada por el cliente en el 2018. Para estos 3 estudios se realiza tanto a la declaración dada en medidas de verificación como para la declaración dada por los resultados de la calibración.

Análisis de Correspondencia Múltiple

Resultados de conformidad en la calibración

En la siguiente ilustración se observa que declaración de no conformidad del 2019 no tiene relación entre las otras variables en estudio, mientras de la declaración de un instrumento conforme en el 2019 está relacionado con los instrumentos tales como las buretas de motor y los dispensadores de un solo golpe e instrumentos que se utilicen en la industria del diésel y la industria agropecuaria.

Por otro lado, hay otros instrumentos que no tiene relación con la declaración de conformidad que se emite, sin importar el año, instrumentos como: Buretas digitales y macropipetas, e instrumentos que se usan en las industrias de: ensayos y análisis, control de calidad, y medio ambiente.

Mientras que se observa en un tercer grupo², que se clasifican los instrumentos que tienen una relación con la conformidad declarada en el 2018, tanto conformes como no conformes, instrumentos como lo son: micropipetas, las pipetas multicanales, utilizadas en la industria de la medicina y la academia.

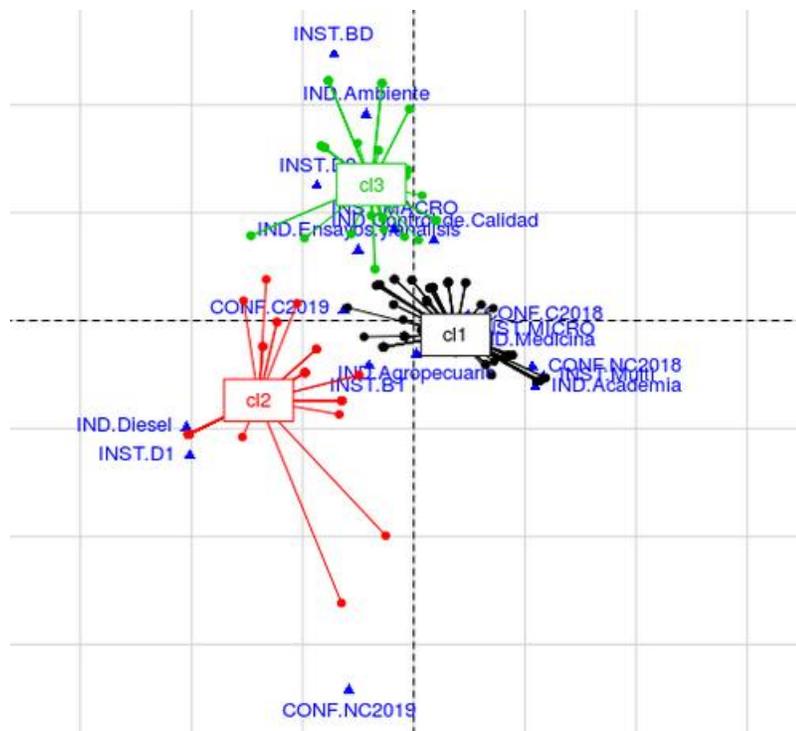


Ilustración 10. Plano factorial del análisis de correspondencia múltiple a partir variables presentes en la calibración de instrumentos volumétricos operados a pistón., como: nombre del instrumento de medición e industria.

² También conocida como clases.

Por ende, se puede observar que la regla de decisión por intervalo, la cual utilizaba el cliente en el 2018 para evaluar los instrumentos volumétricos, influye en las micropipetas y multicanales, generando que el cliente las declarará conformes o no conformes de una manera errónea según el referente normativo utilizado para evaluar la conformidad en el 2019.

Al relacionar los intervalos creados a partir del volumen nominal, si el instrumento de medición es fijo o variable y el tipo de instrumento, se encuentra que:

Si el instrumento es de volumen variable este se declara conforme tanto en el año 2018 como en el 2019, puesto que está cerca de ambos grupos.

Las pipetas se encuentran en el grupo de los no conformes del 2018 y en el grupo de los conformes del mismo año. Lo cual indica cómo se mencionó anteriormente que la regla de decisión aplicada influye en estos instrumentos.

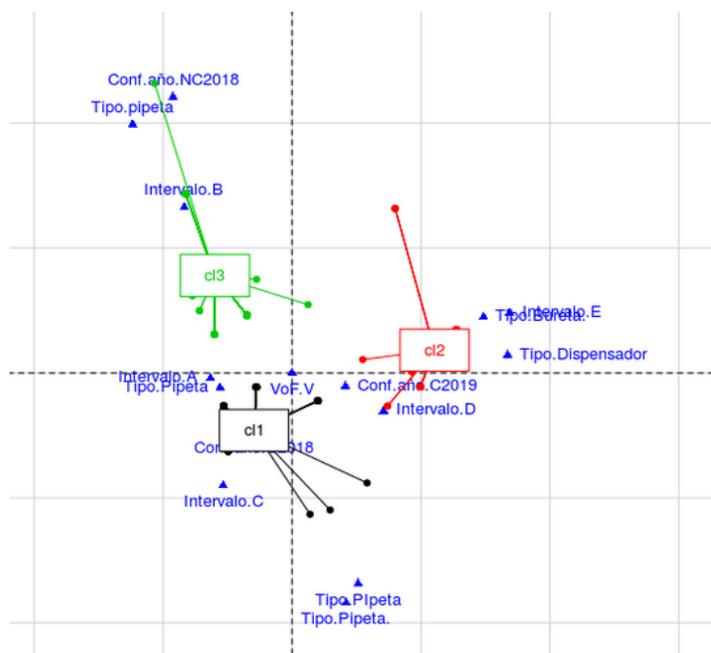


Ilustración 11. Plano factorial del análisis de correspondencia múltiple a partir variables presentes en la calibración de instrumentos volumétricos operados a pistón., como: si el instrumento es de volumen variable o fijo, el intervalo al que pertenece el volumen nominal, y el tipo de instrumento.

El tipo de instrumento no conforme en el 2018 son las pipetas en el intervalo de medición B ($10 \mu\text{L} < V \leq 100 \mu\text{L}$).

El tipo de instrumento conforme en el 2018 está relacionado con pipetas, instrumentos con volumen variable y con un volumen correspondiente al intervalo C ($100 \mu\text{L} < V \leq 1000 \mu\text{L}$) y el intervalo A ($1 \mu\text{L} \leq V \leq 10 \mu\text{L}$).

El tipo de instrumento conforme en el 2019 está relacionado con dispensadores, buretas y el intervalo D y E, es decir, $1000 \mu\text{L} < V \leq 10000 \mu\text{L}$ y $10000 \mu\text{L} < V \leq 200000 \mu\text{L}$.

Resultados de conformidad en la verificación

En la ilustración del plano factorial a partir de la evaluación de la conformidad con medidas de verificación se observan 3 grupos, en los cuales la declaración no conforme y conforme del 2018 se mantienen en el mismo grupo, como en el caso del plano con los resultados de la calibración, manteniendo en este grupo los instrumentos de medición (micropipetas y multicanales) y la industria donde se utilizan los instrumentos (medicina, academia) y de manera compartida esta la industria agropecuaria con el grupo de los no conformes del 2019.

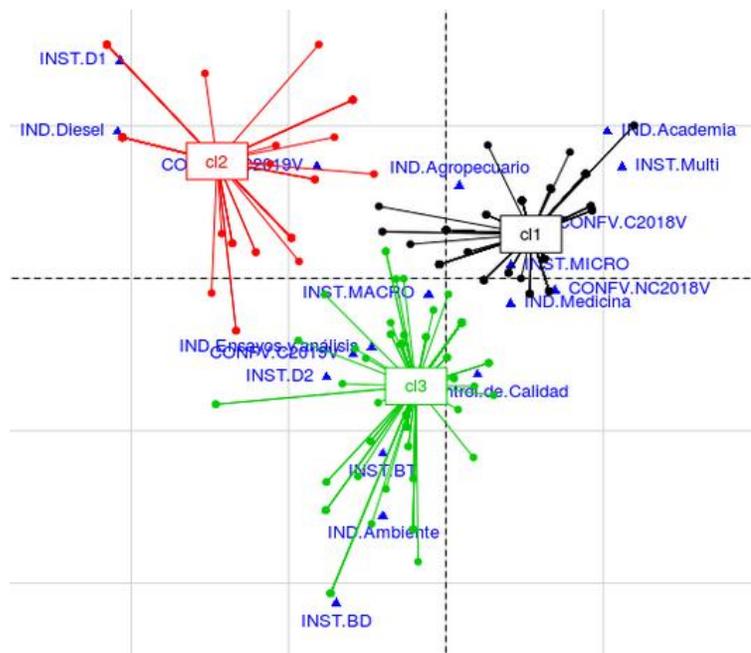


Ilustración 12. Plano factorial de la relación entre evaluación de la conformidad a partir de medidas de verificación, tipo de instrumento, e industria.

La declaración de un instrumento conforme en el 2019 en las medidas de verificación está relacionada con los instrumentos tales como: bureta de motor, bureta manual, dispensador de entrega múltiple, macropipetas e instrumentos que se utilicen en la industria del medio ambiente, control de calidad y ensayos y análisis. Por ende, en este grupo de conformes 2019 solo se mantiene la bureta de motor en los resultados de calibración, mientras que las otras categorías no se agrupan con la declaración de conformidad

La declaración de un instrumento no conforme en las medidas de verificación en el 2019 está relacionada claramente con dispensadores de un solo golpe y la industria diésel. Los cuales aparecen en el grupo de los conformes en el 2019 en la calibración, esto es debido a que los clientes al ser notificados que el instrumento no cumplió en las medidas de verificación, solicitan el ajuste o el mantenimiento para que el instrumento cumpla con los errores máximos permisibles.

Es complicado visualizar como están conformados los grupos en la última ilustración (No 13), por ello se hace una tabla sintetizando los cuatro planos factoriales realizados, mencionando únicamente las variables que tienen contribuyen positivamente según el test del p-valor que se puede visualizar en R con la función que nos permite observar las características de cada grupo o clase, siendo:

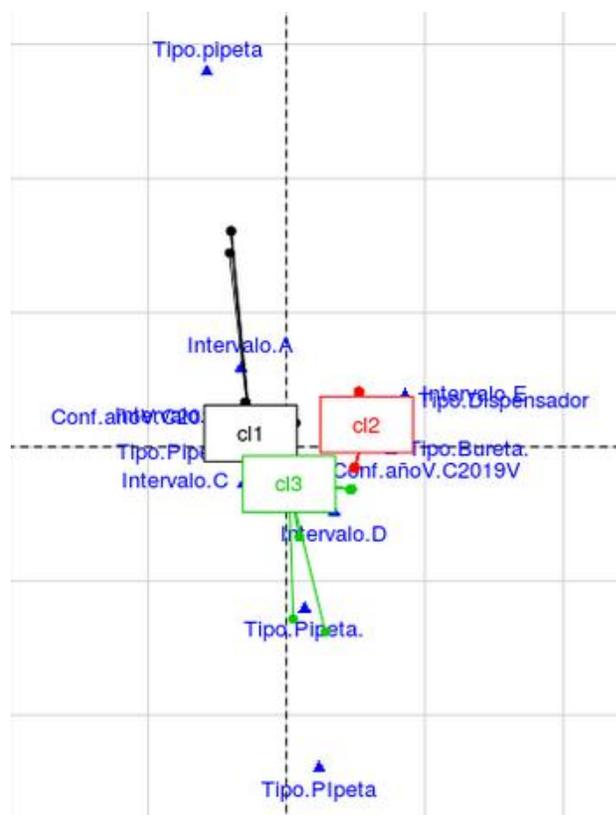


Ilustración 13. Plano factorial del análisis de correspondencia múltiple a partir variables presentes en las medidas de verificación de instrumentos volumétricos operados a pistón., como: si el instrumento es de volumen variable o fijo, el intervalo al que pertenece el volumen nominal, y el tipo de instrumento.

		2018		2019	
		No conforme	Conforme	No conforme	Conforme
Calibración	Tipo de instrumento e industria.	Medicina Micropipeta Academia Agropecuario Bureta de motor		Dispensador de un solo golpe Diesel	
	Instrumento e intervalo, V o F	Intervalo B Pipeta	Intervalo C Pipeta Intervalo A		Ambiente Bureta manual Macropipeta Dispensador de entrega múltiple
Verificación	Tipo de instrumento e industria.	Micropipeta Academia Agropecuario Medicina Multicanal		Dispensador de un solo golpe Diesel Bureta manual	
	Instrumento e intervalo, V o F		Pipeta Intervalo B Intervalo A		Medio ambiente Bureta manual Bureta de motor Ensayos y análisis
					Intervalo E Dispensador Bureta
					Intervalo D Intervalo C Pipeta

Tabla 2. Compendio de las clases creadas con los 4 planos factoriales generados a partir de resultados de calibración y verificación de instrumentos operados a pistón.

Es importante observar que en la tabla no se visualiza en las clases creadas la categoría de si el instrumento tiene un volumen fijo o si el volumen es variable.

Ya con la tabla se puede concluir que del ultimo plano factorial creado las pipetas de valor nominal pequeño (A y B) están relacionadas con la no conformidad en el 2018 y las pipetas de valor nominal grande (D y C) están son conformes en el 2019, junto con dispensadores y buretas de valor nominal alto (E).

Modelo Binomial

Para la conformidad a partir de los resultados de la calibración no se puede realizar un modelo binomial ya que se cuenta con muy pocos individuos que no sean conformes en el 2019.

Como se puede observar en la siguiente ilustración:

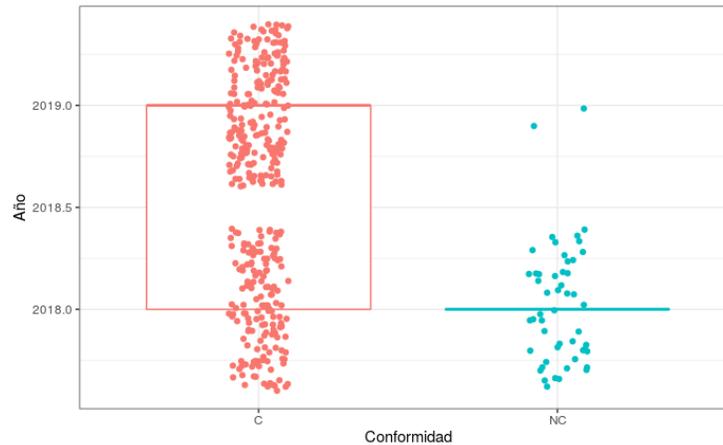


Ilustración 14. Gráfico de la distribución de instrumentos conformes y no conformes en el año 2018 y 2019, según reglas de decisión por intervalo (2018) y regla de decisión del método exacto (2019)

Se crea entonces el modelo binomial

Conformidad \sim Año + Industria + VoF + Instrumento + Valor Nominal + Division escala.

Modelo en cual solo se está relacionado con la categoría de si el volumen del instrumento volumétrico es variable o fijo (VoF) con una significancia del 10 %, se observa que el modelo simula muy bien la realidad en la ilustración 14 para resultados a partir de las medidas de verificación.

El valor estimado para la categoría VoF nos indica que el chance de calificar un instrumento como conforme si el volumen es variable es $\exp(1.094e+00)$, es decir, 2.99 veces el chance de que el instrumento sea calificado como conforme al ser fijo.

Si se trata la base de datos extrayendo 3 valores atípicos, encontrados con la evaluación de la distancia cook y se modela:

$$\text{Conformidad} \sim \text{VoF}$$

Se obtiene que el chance de calificar un instrumento como conforme si el volumen es variable es $\exp(1.1053)$ es decir 3.02 veces el chance de que el instrumento sea calificado como conforme al ser fijo, con una significancia del 0.1 %.

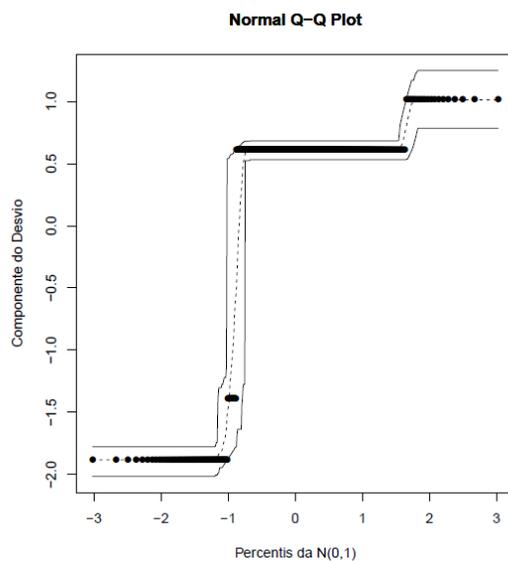


Ilustración 15. Envelope que da cuenta de una distribución binomial para la declaración de conformidad según resultados de las mediciones de verificación

Evaluando el modelo se calcula la distancia cook del modelo y se obtienen valores aceptables, como se puede visualizar en el siguiente gráfico.

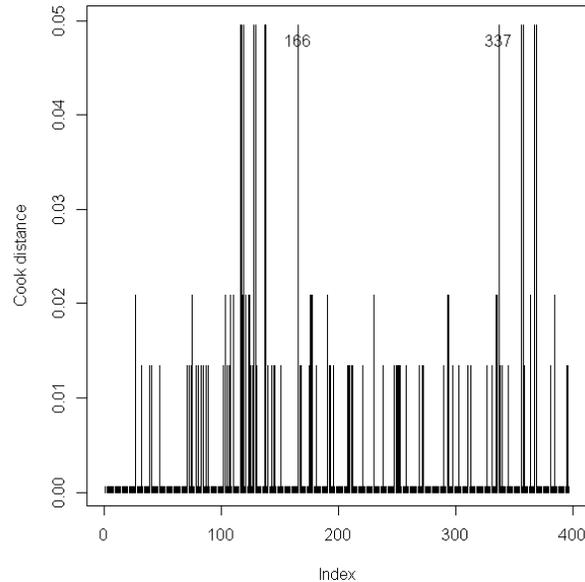


Ilustración 16. Gráfico de las distancias Cook del modelo binomial

Al evaluar los supuestos de independencia por medio de la prueba de autocorrelación de Durbin- Watson y la homocedasticidad a través de la prueba de Breush-Pagan, se obtienen los siguientes p-valores, 0.0001118 y 0.03253, respectivamente. Por lo tanto, el modelo cumple el supuesto de homocedasticidad pero no el de independencia. Lo que indica que la correlación de los errores no es nula.

Proporciones

Para realizar la prueba de diferencias de proporciones para los resultados obtenidos de la calibración se postula la siguiente hipótesis:

Hipótesis nula: No hay diferencia entre la declaración de conformidad entre el año 2018 y 2019 según lo reportado en las calibraciones.

Se obtiene un p-valor = 5.353e-12

Por lo tanto, con una confianza del 95% no acepta la hipótesis nula puesto que no hay suficiente evidencia. Es decir, hay diferencia entre la declaración de conformidad del año 2018 y la del 2019. Se recomienda utilizar la regla de decisión dada por el referente normativo para evaluar un instrumento volumétrico operado a pistón.

Para realizar la prueba de diferencias de proporciones para los resultados obtenidos de la verificación se postula la siguiente hipótesis:

Hipótesis nula: No hay diferencia entre la declaración de conformidad entre el año 2018 y 2019 según lo reportado en las verificaciones.

Se obtiene un p-valor = 0.8996

Por lo tanto, hay suficiente evidencia para aceptar la hipótesis nula con una confianza del 95%. Es decir, no hay diferencia entre la declaración de conformidad entre el año 2018 y 2019 según lo reportado en las verificaciones.

6. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

- El análisis descriptivo a partir de correlaciones múltiples permite concluir que la regla de decisión afecta la declaración de conformidad del instrumento volumétrico operado a pistón, por lo tanto, el usuario de dichos instrumentos puede evaluar con una regla, como la regla del intervalo, generando una declaración de conformidad errónea con respecto a lo declarado con la regla de decisión el referente normativo a aplicar a dichos instrumentos.
- Por la declaración errónea que algunos usuarios pudieron realizar en el 2018, es posible que hayan salido de servicio muchas pipetas de la industria de la academia, medicina y agropecuaria, las cuales en realidad eran instrumentos conformes.
- El cambio en la norma 17025:2017 de establecer que los proveedores de servicios de calibración declaren la conformidad en el caso que el referente normativo, del procedimiento de

calibración, establezca la regla de decisión implica en para los instrumentos volumétricos operados a pistón un menor gasto en inversión de nuevos instrumentos por parte del usuario.

:

- Al Ajustar un modelo binomial el cual explico el comportamiento de la declaración de conformidad de los instrumentos volumétricos se observó que la importancia de la cantidad de instrumentos que presentan la variable dependiente a modelar, puesto que en el 2019 había muy pocos instrumentos declarados no conformes a partir de la calibración, no fue posible realizar el modelo binomial para este caso. Es de mencionar que este hecho de existir pocos instrumentos no conformes en el 2019, se debe a que los usuarios al recibir una declaración de conformidad en el certificado de calibración se preocupan más por tener instrumentos conformes, por lo tanto, solicitan ajuste o mantenimiento cuando en las medidas de verificación el instrumento es no conforme.
- El modelo binomial para la declaración de conformidad a partir de los resultados de las medidas de verificación nos muestra que este solo depende de si el volumen del instrumento es fijo o variable, donde el chance de calificar un instrumento como conforme si el volumen es variable es $\exp(1.1053)$ es decir 3.02 veces el chance de que el instrumento sea calificado como conforme al ser fijo.
- Al hacer un estudio inferencial por medio de una prueba de proporciones de los instrumentos no conformes se confirmó que hay diferencia entre la declaración de conformidad del año 2018 y la del 2019. Por lo tanto, se debe utilizar la regla de decisión dada por el referente normativo para evaluar un instrumento volumétrico operado a pistón y garantizar la calidad de los resultados.
- No hay diferencia entre la declaración de conformidad entre el año 2018 y 2019 según lo reportado en las verificaciones, lo que indica que el laboratorio prestador del servicio

aplicaba correctamente la regla de decisión en el 2018, aunque la norma no exigiera declarar la conformidad del instrumento de medición.

Recomendaciones

- Realizar el análisis de correspondencia múltiple teniendo en cuenta la división de escala y el fabricante del instrumento de medición.
- De trabajo futuro se podría considerar un modelo un poco más complejo que permita la inclusión del supuesto de independencia, como un modelo lineal mixto o un GAMLSS.
- Realizar este estudio para instrumentos de medición de otras magnitudes, tales como: presión, humedad relativa, temperatura, masa, entre otros.

Anexo A. Código análisis de correlaciones múltiples

```
#install.packages("readxl")
#library("readxl")

install.packages("xlsx")
library("xlsx")
install.packages("FactoClass")
library(FactoClass)

misDatos <- read.xlsx("MisDatos.xlsx", header=T, sheetName = "Hoja1")
````
```

```
#Análisis de correspondencias múltiples
acm1 <- dudi.acm(misDatos1Cuali, scannf = FALSE, nf=2)
PLOT1=plot(acm1, Trow=F, col.col = c(rep("blue"), rep("red"), rep("black")))
PLOT1

#Cluster
cluster<-FactoClass(misDatos1Cuali, dudi.acm)
plotFactoClass(cluster, Trow = F)

cluster$carac.cate
````
```

Anexo B. Código para el modelo binomial

```
# Con datos de verificación
conv=ifelse(misDatos$Conformidadv=="c",1,0)
misDatos3=cbind(misDatos,conv)

modelo4<-glm(conV ~ as.factor(AA.o) + Industria + VoF + Valornominal + Divisionescala,
summary(modelo4)

plot(modelo4)

misDatos19=misDatos3[-c(19,254,361),]#Quitando valores atipicos seg?n graficas del plot
```

```
```{r}

modelo4.1<-glm(conV ~ VoF, binomial(link = "logit"),misDatos3)
summary(modelo4.1)

#Prueba de independencia. Ho la correlación de los errores es 0 es decir prueba autocorrelación
Durbin-Watson

dwtest(modelo4.1)
?dwtest

#Homocedasticidad - Ho Los errores tienen una variabilidad constante
bptest(modelo4.1)
```

```

##
par(mfrow=c(1,1))
X <- model.matrix(modelo4.1)
n <- nrow(X)
p <- ncol(X)
w <- modelo4.1$weights
W <- diag(w)
H <- solve(t(X)%*%W)%*%X
H <- sqrt(W)%*%X)%*%H)%*%t(X)%*%sqrt(W)
h <- diag(H)
td <- resid(modelo4.1,type="deviance")/sqrt(1-h)
e <- matrix(0,n,100)
#
for(i in 1:100){
 dif <- runif(n) - fitted(modelo4.1)
 dif[dif >= 0] <- 0
 dif[dif<0] <- 1
 nresp <- dif
 fit <- glm(nresp ~ X, family=binomial)
 w <- fit$weights
 W <- diag(w)
 H <- solve(t(X)%*%W)%*%X
 H <- sqrt(W)%*%X)%*%H)%*%t(X)%*%sqrt(W)

H <- sqrt(W)%*%X)%*%H)%*%t(X)%*%sqrt(W)
h <- diag(H)
e[,i] <- sort(resid(fit,type="deviance")/sqrt(1-h))}
#
e1 <- numeric(n)
e2 <- numeric(n)
#
for(i in 1:n){
 eo <- sort(e[i,])
 e1[i] <- (eo[2]+eo[3])/2
 e2[i] <- (eo[97]+eo[98])/2}
#
med <- apply(e,1,mean)
faixa <- range(td,e1,e2)
par(pty="s")
qqnorm(td,xlab="Percentis da N(0,1)",
ylab="Componente do Desvio", ylim=faixa, pch=16)
par(new=T)
#
qqnorm(e1,axes=F,xlab="",ylab="",type="l",ylim=faixa,lty=1)
par(new=T)
qqnorm(e2,axes=F,xlab="",ylab="",type="l",ylim=faixa,lty=1)
par(new=T)
qqnorm(med,axes=F,xlab="",ylab="",type="l",ylim=faixa,lty=2)
}
}

```

## Anexo C. Código para la prueba de diferencia de proporciones

```
```{r}
#Prueba de diferencia de proporciones de medidas de calibración

x=c(151,198)
n=c(200,200)

prop.test(x,n)
```
```

```
```{r}
|
#Prueba de diferencia de proporciones de medidas de verificación

x=c(160,162)
n=c(200,200)

prop.test(x,n)
```
```

## Bibliografía

- Alcaide Delgado, M. (2015). *Modelo de Regresión Binomial Negativa*. Facultad de Matemáticas, Departamento de Estadística e Investigación Operativa. España: Universidad de Sevilla. Recuperado el 14 de 11 de 2019, de <https://idus.us.es/xmlui/bitstream/handle/11441/40815/Alcaide%20Delgado%20Mario%20TFG.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Amat Rodrigo, J. (08 de 2016). *Regresión logística simple y múltiple*. Recuperado el 14 de 11 de 2019, de RPubS: [https://rpubs.com/Joaquin\\_AR/229736](https://rpubs.com/Joaquin_AR/229736)
- ANSI/ASME. (2001). Guidelines For Decision Rules: Considering Measurement Uncertainty In Determining Confirmation To Specification. *The American Society of Mechanical Engineers*.
- CIMPA-UCR. (s.f.). *Rice University Department of Statistics*. Recuperado el 13 de 11 de 2019, de Análisis de Correspondencias Múltiples: [http://www.stat.rice.edu/~jrojo/PASI/lectures/Costa%20Orica/4\\_Analisis\\_Correspondencias\\_Multiples.pdf](http://www.stat.rice.edu/~jrojo/PASI/lectures/Costa%20Orica/4_Analisis_Correspondencias_Multiples.pdf)
- de la Fuente Fernández, S. (2011). *Análisis Correspondencias Simples y Múltiples*. (U. A. Madrid, Ed.) Madrid, España: UAM. Recuperado el 13 de 11 de 2019, de <http://www.fuenterrebollo.com/Economicas/ECONOMETRIA/REDUCIR-DIMENSION/CORRESPONDENCIAS/correspondencias.pdf>
- Díaz , I., & Garrido, I. (2015). *Correspondencias Múltiples en SPPS. Estadística IV*. Chile: Facultad de Ciencias Sociales de la Universidad de Chile.

Dragulescu, A. A., & Arent, C. (2018). *xlsx: Read, Write, Format Excel 2007 and Excel*. Obtenido de <http://groups.google.com/group/R-package-xlsx>

Fiuza Pérez, M. D., & Rodríguez Pérez, J. C. (2000). La regresión logística: una herramienta versátil. *Nefrología*, 20(6), 477-565. Recuperado el 14 de 11 de 2019, de <https://www.revistanefrologia.com/es-la-regresion-logistica-una-herramienta-articulo-X0211699500035664>

IEC. (09 de 2007). Application of uncertainty of measurement to conformity assessment activities in the electrotechnical sector. *IEC Guide 115*.

ILAC. (2019). Guidelines on Decision Rules and Statements of Conformity.

INM. (2015). *Red Colombiana de Metrología*. (INM, Ed.) Recuperado el 02 de 11 de 2019, de ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN CERTIFICADOS DE CALIBRACIÓN: [http://rcm.gov.co/images/eventos/2015/Presentacion\\_Analisis\\_e\\_Interpretacion\\_Certificados\\_de\\_Calibracion.pdf](http://rcm.gov.co/images/eventos/2015/Presentacion_Analisis_e_Interpretacion_Certificados_de_Calibracion.pdf)

Instituto Uruguayo de Normas Técnicas. (11 de 11 de 2019). *Instituto Uruguayo de Normas Técnicas*. Obtenido de Normalización: [https://www.unit.org.uy/normalizacion/norma\\_que/](https://www.unit.org.uy/normalizacion/norma_que/)

ISO. (2002). *ISO 8655-2. Aparatos volumétricos accionados mediante pistón. Parte 2: Pipetas tipo pistón*. Norma.

ISO. (2002). *ISO 8655-3. Aparatos volumétricos accionados mediante pistón. Parte 3: Buretas tipo pistón*. Norma.

ISO. (2002). *ISO 8655-4. Aparatos volumétricos accionados mediante pistón. Parte 4: Dilutores*. Norma.

- 
- ISO. (2002). *ISO 8655-5. Aparatos volumétricos accionados mediante pistón. Parte 5: Dispensadores. Norma.*
- ISO. (03 de 2003). Statistical methods — Guidelines for the evaluation of conformity with specified requirements — Part 1: General principles. *ISO 10576-1:2003.*
- ISO/IEC. (2005). *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración* . Organización Internacional de Normalización y Comisión Electrotécnica Internacional. ISO.
- ISO/IEC. (12 de 2012). Uncertainty of measurement — Part 4: Role of measurement uncertainty in conformity assessment. *ISO/IEC GUIDE 98-4:2012.*
- ISO/IEC. (2017). *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*. Organización Internacional de Normalización y Comisión Electrotécnica Internacional . ISO.
- JCGM. (2012). Evaluación de datos de medición - El papel de la incertidumbre de medida en la evaluación de la conformidad. *CEM.*
- JCGM. (2012). Vocabulario Internacional de Metrología Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM). *CEM.* Recuperado el 02 de 11 de 2019, de <https://www.cem.es/sites/default/files/vim-cem-2012web.pdf>
- La Guía Metas. (21 de 06 de 2018). Análisis de Riesgo y Reglas de Decisión en la Evaluación de la Conformidad para ISO/IEC 17025:2017. *La Guía Metas.* Recuperado el 12 de 11 de 2019, de [https://www.researchgate.net/publication/327667725\\_La-Guia-MetAs-15-03-Analisis\\_de\\_Riesgo\\_y\\_Reglas\\_de\\_Decision\\_en\\_la\\_Evaluacion\\_de\\_la\\_Conformidad\\_para\\_ISOIEC\\_170252017](https://www.researchgate.net/publication/327667725_La-Guia-MetAs-15-03-Analisis_de_Riesgo_y_Reglas_de_Decision_en_la_Evaluacion_de_la_Conformidad_para_ISOIEC_170252017)

LLopis Pérez, J. (06 de 07 de 2013). *La estadística: Una orquesta hecha instrumento*. Recuperado el 13 de 11 de 2019, de Tema 27: Análisis de correspondencias:

<https://estadisticaorquestainstrumento.wordpress.com/2013/07/06/tema-27-analisis-de-correspondencias/>

López Roldán, P., & Fachelli, S. (08 de 2015). *Análisis de correspondencias*. Recuperado el 13 de 11 de 2019, de Seminario de Doctorado. Universidad de Buenos Aires.:

<http://pagines.uab.cat/plopez/sites/pagines.uab.cat.plopez/files/ACO-UBA.pdf>

Molina Muñoz, D., & Lara Porras, A. (2019). *Estadística - Universidad de Granada*. Obtenido de Práctica 6: <https://wpd.ugr.es/~bioestad/guia-de-r/practica-6/>

Montero, A. (s.f.). *Estadística II*. (U. d. Granada, Editor) Recuperado el 14 de 11 de 2019, de

INFERENCIA, ESTIMACIÓN Y CONTRASTE DE HIPOTESIS:

<https://www.ugr.es/~eues/webgrupo/Docencia/MonteroAlonso/estadisticaII/tema4.pdf>

OIML R 111-1. (2004). Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1–2, M2, M2–3 and M3.

*International Organization of Legal Metrology*.

ONAC. (2019). *Directorio de acreditados*. Obtenido de Organización Nacional de Acreditación:

<https://onac.org.co/directorio-de-acreditados>

Pardo, C., & DelCampo, P. C. (2007). Combinación de métodos factoriales y de análisis de

conglomerados en R: el paquete FactoClass. *Revista*, 30(2), 235-245. Obtenido de

[www.matematicas.unal.edu.co/revcoles](http://www.matematicas.unal.edu.co/revcoles)

- R Fundación para la computación estadística. (2019). Equipo R Core (2019). R: Un lenguaje y entorno para la computación estadística. Viena, Austria. Obtenido de <https://www.R-project.org/>.
- RAE. (2019). émbolo. *Diccionario Real Academia Española*. Recuperado el 10 de 11 de 2019, de <https://dle.rae.es/%C3%A9mbolo#6N4Wx6s>
- Reyes Ponce , Y., & Hernández Leonard, A. R. (2006). Evaluación de la Conformidad y Metrología. *Boletín Científico Técnico INIMET*. Recuperado el 9 de 11 de 2019, de <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=2230/223018924001>
- UNE-EN ISO. (14 de 03 de 2003). Aparatos volumétricos accionados mediante pistón. Parte 6: Métodos gravimétricos para la determinación del error de medición. (ISO 8655-6:2002). *UNE-EN ISO 8655-6:2003*.
- UNE-EN ISO. (19 de 04 de 2011). Vidrio para laboratorio. Instrumentos volumétricos. Métodos para el ensayo de la capacidad y su uso. (ISO 4787:2010, versión corregida 2010-06-15). *UNE-EN ISO 4787:2011*.
- UNE-EN ISO. (27 de 03 de 2019). especificación geométrica de productos (GPS). Inspección mediante medición de piezas y equipos de medida. Parte 1: Reglas de decisión para verificar la conformidad o no conformidad con las especificaciones. (ISO 14253-1:2017).. *UNE*.
- Universidad de la Granada. (s.f.). *Tema 6. Introducción a la Inferencia de Estadística*. Recuperado el 14 de 11 de 2019, de Bioestadística: [https://www.ugr.es/~bioestad/\\_private/Tema\\_6.pdf](https://www.ugr.es/~bioestad/_private/Tema_6.pdf)
- Zeileis, A., & Hothorn, T. (2002). Diagnostic Checking in Regression Relationships. *R News*, 2(3), 7-10. Obtenido de <https://CRAN.R-project.org/doc/Rnews/>

