
NORMA CUBANA

NC

ASTM D 7372: 2012
(Publicada por la ASTM en 2007)

**INDUSTRIA DEL PETRÓLEO — GUÍA ESTÁNDAR PARA EL
ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS DE UN
PROGRAMA DE ENSAYO DE APTITUD
(ASTM D 7372: 2007, IDT)**

Oil industry—Standard guide for analysis and interpretation of proficiency test
program results

ICS: 75.160.30

1. Edición Diciembre 2012
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 El Vedado, La Habana. Cuba.
Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio
Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización NC/CTN 48 de Industria del Petróleo, integrado por representantes de las siguientes entidades:
 - Unión Cupet
 - Unión Eléctrica
 - Oficina Nacional de Normalización
 - Instituto de la Aeronáutica Civil
 - Ministerio del Transporte
 - Ministerio del Interior
 - Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias
 - Ministerio de la Construcción
- Constituye una adopción idéntica por el método de traducción de la Norma ASTM D 7372-07 *Standard Guide for Analysis and Interpretation of Proficiency Test Program Results*.
- Incluye el Anexo X1 (Informativo).

© NC, 2012

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, El Vedado, La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

Índice

| | |
|-------------------------------|----|
| 1 Alcance..... | 4 |
| 2 Documentosdereferencia..... | 4 |
| 3 Terminología..... | 4 |
| 4 Sumario de la guía | 6 |
| 5 Significado y uso | 6 |
| 6 Procedimiento | 6 |
| 7 Reporte..... | 9 |
| 8 Palabras claves | 9 |
| Anexo X1 | 10 |

INDUSTRIA DEL PETRÓLEO — GUÍA ESTÁNDAR PARA EL ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS DE UN PROGRAMA DE ENSAYO DE APTITUD

1 Alcance

1.1 Esta guía cubre el análisis e interpretación de los resultados de un programa de ensayo de aptitud (EA). Para los participantes en programas interlaboratorio de ensayo de aptitud (o chequeo cruzado, esquema de chequeo), esta guía describe los procedimientos para la evaluación de los resultados de los participantes relativos a los resultados del programa de EA y potencialmente mejora el desempeño de ensayo del laboratorio basado en los resultados de la evaluación y de los hallazgos (vea 6.1).

Para los comités responsables por los métodos de ensayo incluidos en los programas de ensayos de aptitud interlaboratorio, esta guía describe los procedimientos para la evaluación de la capacidad de la industria para realizar métodos de ensayo, y para potencialmente identificar las necesidades para la mejora del método de ensayo (vea 6.2).

1.2 Esta guía no abarca todas las medidas de seguridad asociadas con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer las prácticas de salud y seguridad apropiadas y determinar la aplicabilidad de las regulaciones antes del uso.

2 Documentos de referencia

Los siguientes documentos de referencia son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias fechadas, sólo es aplicable la edición citada. Para las referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento de referencia (incluyendo cualquier enmienda).

2.1 Normas Cubanas

NC-ASTM D 6792 Práctica Estandarizada para Sistemas de Calidad en Laboratorios de Ensayos de Productos del Petróleo y Lubricantes.

2.2 Normas ASTM

ASTM D 6299 Práctica para Aplicación de Técnicas Estadísticas de Aseguramiento de la Calidad para Evaluar el Desempeño de Sistemas Analíticos de Medición.

ASTM E 177 Práctica para el Uso de los Términos Precisión y Sesgo en Métodos de Ensayo

ASTM E 456 Terminología Relacionada a la Calidad y estadísticas

3 Terminología

3.1 Definiciones

3.1.1 exactitud, *n* - grado de concordancia existente entre el resultado del ensayo y un valor aceptado como referencia. **E 177, ASTM E 456**

3.1.2 causa asignable, *n* – factor que contribuye a la variación y que es factible de detectar e identificar. **E 456**

3.1.3 sesgo, n – error sistemático que contribuye a la diferencia entre una media de población de las mediciones o resultados de ensayo o los resultados de ensayo y un valor verdadero o de referencia aceptado. **E 177, E 456**

3.1.4 límites de control, n – límites en un gráfico de control que son usados como criterio para señalar la necesidad para la acción o para juzgar si un conjunto de datos indican o no un estado de control estadístico. **E 456**

3.1.5 en control estadístico, adj – proceso, sistema de medición, o función que exhibe variaciones que solamente son atribuibles a causa común. **D 6299**

3.1.6 ensayo de aptitud, n - determinación de la capacidad de ensayo de un laboratorio (competencia) mediante la participación en un programa de ensayos interlaboratorio. **D 6299**

3.1.7 puntuación Z, n – medida estandarizada y adimensional de la diferencia entre un resultado individual en un conjunto de datos y la media aritmética del conjunto de datos, vuelta a expresar en unidades de desviación estándar del conjunto de datos (mediante división de la diferencia real de la media por la desviación estándar para el conjunto de datos). **D 6299**

3.1.8 puntuación Z', n – medición similar a la puntuación Z excepto que la desviación estándar del programa EA es reemplazada por una que toma en cuenta la precisión *in situ* del laboratorio. Z' es un enfoque válido cuando la desviación estándar de la precisión *in situ* del laboratorio es menor que el programa de EA (que es, la desviación estándar de estos datos) o declarada de otra manera cuando el IDE > 1.

$$Z' = \frac{(X_i - X)}{\sqrt{((S')^2 + (\frac{S_{\text{estodosdatos}}^2}{n}))}}$$

donde

Z' = puntuación Z ajustada a la precisión *in situ*,

X_i = resultado del laboratorio,

X = valor promedio de EA,

S' = estimado de la desviación estándar de la precisión *in situ*, y

S estos datos = estimado de la desviación estándar del Programa de EA.

3.2 Definiciones de términos específicos de esta norma:

3.2.1 causa común (al azar, aleatoria), n – para programas de aseguramiento de la calidad, uno de los generalmente numerosos factores, individualmente de importancia relativamente pequeña, que contribuye a la variación, y que no es factible de detectar o controlar. **ASTM D 6299**

3.2.2 estos datos de ensayo, n - término usado por el Programa EA ASTM Internacional D 02 para identificar los resultados estadísticos calculados de los datos sometidos por los participantes en el programa.

3.2.3 precisión *in situ* (R'), n – valor por debajo del cual puede esperarse que se encuentre la diferencia absoluta entre dos resultados experimentales individuales obtenido bajo las condiciones de precisión *in situ* con una probabilidad de aproximadamente 0,95 (95 %). Es definido como 2,77

veces la desviación estándar de resultados obtenidos bajo las condiciones de precisión *in situ*.
ASTM D 6299

3.2.4 condiciones de precisión *in situ*, n – condiciones bajo las cuales los resultados de ensayos o no obtenidos por uno o más operadores en una localización *in situ* única practicando el mismo método de ensayo en un sistema de medición único el cual puede comprender múltiples instrumentos, usando muestras de ensayo tomadas aleatoriamente desde la misma muestra del material, en un período de tiempo que se expande en al menos un intervalo de 15 días.
ASTM D 6299

3.3 Símbolos

3.3.1 I – observación individual (como en el gráfico I).

3.3.2 CC – control de calidad.

3.3.3 R' - precisión *in situ*.

4 Sumario de la Guía

4.1 Las muestras de petróleo y productos del petróleo son analizadas regularmente por métodos de ensayos estándar específicos como parte de un programa de ensayo de aptitud. Esta guía proporciona a un laboratorio las herramientas y los procedimientos para evaluar sus resultados desde un programa de EA. Las técnicas son presentadas para analizar, plotear e interpretar los resultados de ensayo en correspondencia con las prácticas aceptadas en la industria.

5 Significado y uso

5.1 Esta guía puede ser usada para evaluar el desempeño de un laboratorio o grupo de laboratorios participantes en un programa de EA interlaboratorio que incluya petróleo y productos del petróleo.

5.2 Los datos acumulados, usando las técnicas incluidas en esta guía, proporcionan la habilidad para monitorear la precisión del sistema analítico de medición y el sesgo. Estos datos son útiles para actualizar los métodos de ensayo, también como para indicar áreas de mejora potencial del sistema de medición para la acción por el laboratorio.

5.3 En esta norma se hace referencia al Programa de Chequeo Cruzado Interlaboratorios Internacional de la ASTM en Productos del Petróleo y Lubricantes. Los reportes de programa que contengan igualmente resultados declarados y tratamientos estadísticos pueden estar disponibles en otros programas de EA.

6 Procedimiento

6.1 Análisis e Interpretación por el Laboratorio Participante – El laboratorio debe revisar los resultados publicados para cada programa de ensayo de aptitud y para cada método de ensayo o parámetro para el cual el laboratorio sometió datos. Esta sección cubre las evaluaciones y los análisis que el laboratorio debería considerar durante su revisión de los resultados de ensayo de aptitud.

6.1.1 Datos Sometidos contra Reportados – Chequee para verificar que los valores atribuidos al laboratorio en el reporte de Ensayo de Aptitud (EA) concuerden con los valores registrados por el laboratorio en sus registros de EA. Verifique que las unidades para los datos reportados por su laboratorio sean las mismas que aquellas requeridas por el programa de EA. Reporte las discrepancias a los contactos del programa de EA. Investigue para determinar la causa principal del problema.

6.1.2 Datos omitidos – Si los datos y los resultados correspondientes no están presentes cuando se esperan claramente, entonces investigue para determinar la causa. En algunos casos esto podría ser un error dentro del sistema de entrada de datos del programa de EA, o podría ser una omisión en la parte del laboratorio.

6.1.3 Datos Rechazados – Realice una investigación para cada caso donde los datos del laboratorio son rechazados por el proceso de tratamiento de datos del programa de EA. Intente determinar la causa raíz del problema y tome acciones correctivas según sea necesario. Documente todas las investigaciones y resultados. Las causas deberán ser compartidas con el personal del laboratorio que realiza el ensayo. Las directrices para la conducción de estos tipos de investigaciones están disponibles en la Práctica ASTM D 6299.

6.1.4 Advertencias/Alertas en Datos – Los programas de EA D02 de ASTM Internacional proporcionan comentarios (en cada Tabla de Resultados que son, de las Notas 1 a la 3) que alertan a los participantes cuando su resultado es:

Nota 1 – Fuera del rango de 3 sigmas para estos datos de ensayo

Nota 2 – Fuera del rango de 3 sigmas para la reproducibilidad ASTM

Nota 3 – Cuando la puntuación Z está fuera del rango de -2 a $+2$

También deberán ser conducidas investigaciones cuando cualquiera de estas situaciones ocurra. La prioridad para conducir las investigaciones deberán ser para Nota 1 > Nota 2 > Nota 3. La Nota 1 indica que el laboratorio está fuera de control con respecto al conjunto de datos (con los datos rechazados eliminados), lo cual es una situación potencialmente seria con respecto al desempeño del control de calidad del correspondiente método de ensayo normalizado. Un argumento similar podría también ser dispuesto para la Nota 2. La Nota 3 es una situación menos severa, pero debería ser investigada desde un punto de vista de mejora continua.

Nota 1 – Si el usuario nota que la mayoría de los laboratorios han sido citados con una Nota 2, entonces una investigación puede no producir ninguna acción correctiva significativa. Esta situación puede ser el resultado de que la declaración de precisión no refleja exactamente la variabilidad del método de ensayo y deberá ser tratada por el subcomité responsable del método. También, si el estadígrafo Anderson-Darling es $>1,3$; entonces la señal "Nota 2" puede no ser válida.

6.1.5 Puntuación Z – La puntuación Z calculada para cada dato sometido por el laboratorio deberá ser revisado con respecto a lo siguiente:

6.1.5.1 Signo y Magnitud de la puntuación Z – El signo ("+" o "-") del estadígrafo refleja el sesgo relativo del resultado individual contra la media del grupo de muestra. Los valores de puntuación Z que caen en los rangos de $\pm 0-1$, 1 a 2 , 2 a 3 , y >3 pueden ser comparados con los valores del gráfico de control que caen en los rangos entre la media y 1 sigma, 1 a 2 sigma, 2 a 3 sigma, y >3 sigma. Para los datos distribuidos normalmente existe una probabilidad que alrededor del 68 % de los datos estén dentro del rango de -1 sigma a $+1$ sigma, alrededor del 95 % en el rango de -2 sigma a $+2$ sigma, 99 % en el rango de -3 sigma a $+3$ sigma. Mientras más distante la puntuación

Z de un laboratorio esté de cero, mayor es el sesgo relativo y menor la probabilidad que los datos sean considerados en control estadístico. Realice investigaciones para determinar la causa de cualquier sesgo detectado según sea necesario.

6.1.5.2 Tendencia de la puntuación Z de Rondas Previas – Registre los valores de la puntuación Z para cada método de ensayo (parámetro) para sucesivas rondas de programas de EA en un gráfico de control para mostrar la tendencia en el tiempo. El laboratorio puede usar las reglas de corrida promulgadas en la Práctica ASTM D 6299 para evaluar cualquier tendencia observada. Realice las investigaciones para determinar las causas según sea necesario.

6.1.5.3 Puntuación Z Promedio – Calcule la puntuación Z promedio para una serie en un período de tiempo seleccionado. El signo y la magnitud de este resultado es una indicación del sesgo relativo a largo plazo. Realice las investigaciones para determinar las causas de cualquier sesgo según sea necesario.

6.1.6 Puntuación Z' - El análisis de cualquier Z' calculada por el laboratorio debe ser evaluada como se describió en 6.1.5.3 para la puntuación Z.

6.1.7 IDE (Industria) – Considere el valor del IDE (Industria) reportado para el conjunto de datos junto con la correspondiente puntuación Z para el resultado del laboratorio (La Guía de referencia es NC ASTM D 6792).

6.1.7.1 Conclusiones Generales – Considere lo siguiente para la interpretación del IDE (Industria):

| | |
|-----------|---|
| > 1,2 | El desempeño del grupo que proporciona los datos es probablemente satisfactorio relativo a la correspondiente precisión publicada del ASTM. |
| 0.8 a 1.2 | El desempeño del grupo que proporciona los datos puede ser marginal. Cada laboratorio debería considerar la revisión de los procedimientos del método de ensayo para identificar las oportunidades de mejora. |
| < 0,8 | El desempeño del método de ensayo como se practicó por el grupo no es consistente con la precisión publicada por ASTM y la ejecución del método de laboratorio. Las mejoras deben ser investigadas para todos los laboratorios. |

6.1.7.2 Conclusiones Específicas del IDE (Industria) y la puntuación Z – Un IDE (Industria) < 0,8 asociado con una puntuación Z > 3 (o < -3) implica que el laboratorio es probablemente un contribuyente significativo al pobre desempeño del grupo. Esta situación justifica una investigación para buscar las causas potenciales del sesgo aparente. Cuando el IDE (Industria) < 0,8 y la puntuación Z está entre 2 y 3 (o entre -2 y -3), entonces el laboratorio deberá considerar la situación como una advertencia y tomar en consideración la realización de una investigación para encontrar la causa raíz.

6.1.8 Precisión – Compare la desviación estándar para los resultados del EA contra el valor de precisión *in situ* derivado del correspondiente gráfico de control de calidad del laboratorio. La expectativa es que en la mayoría de los casos el valor de la precisión *in situ* debe ser menor que la desviación estándar del EA. Si la precisión *in situ* del laboratorio es mayor que la desviación estándar del EA, entonces el laboratorio debe investigar para determinar la causa.

6.2 Análisis e Interpretación mediante Grupo de Control – Este conjunto cubre el análisis e interpretación de los datos de ensayo de aptitud mediante un comité o grupo de trabajo encargado de la determinación de todas las implicaciones que los resultados publicados tienen con respecto al correspondiente método de ensayo o al grupo de trabajo de los participantes como un todo. Esta sección cubre las evaluaciones y los análisis que el grupo de trabajo debe considerar durante su revisión.

6.2.1 El IDE y las Tendencias de Precisión – Compare las precisiones obtenidas sobre un número razonable de rondas para un método de ensayo de programa de EA (o parámetro). Tales series de datos podrían ser ploteadas para mostrar más claramente las tendencias. Los estimados de precisión seguidos pueden incluir IDE (Industria), desviaciones estándar, o desviaciones estándar relativas (sigma/media).

6.2.2 Influencia de Variables Incontroladas en Desviaciones Estándar Robustas – Use información auxiliar o datos para crear subconjuntos del conjunto de datos de EA y recalculé las precisiones y otras estadísticas para cada subconjunto. Evalúe estos resultados con la expectativa de identificar la causa raíz y los pasos de acciones correctivas potenciales.

6.2.3 Evaluaciones de Normalidad para Secuencias Históricas – Plotee los resultados de EA usando un Gráfico Q-Q y considere el estadígrafo Anderson-Darling correspondiente. Observe los gráficos similares para los conjuntos de datos históricos de un método de ensayo dado (parámetro). Investigue las situaciones de datos no normales.

6.2.4 Contribución del Sesgo de un Laboratorio Individual a la Pobre Reproducibilidad – Identifique los laboratorios que son contribuyentes a la pobre reproducibilidad (por ejemplo, aquellos laboratorios con puntuaciones $Z > \pm 3$), y evalúe los factores que pueden estar contribuyendo a este desempeño. Esto puede implicar la revisión de estos laboratorios con cuestionarios para recoger información conveniente. La consulta con expertos del método de ensayo es generalmente útil en la interpretación de los resultados de estas investigaciones.

7 Reporte

7.1 Los laboratorios y los grupos de trabajo deben documentar sus investigaciones. Con el espíritu de mejora continua, los laboratorios y los grupos de trabajo son alentados a compartir los hallazgos de sus investigaciones y análisis.

8 Palabras claves

8.1 ensayo de aptitud; control de calidad; índice de desempeño de ensayo; puntuación Z.

Anexo X1
(Informativo)

Lista de chequeo para investigar la causa raíz del desempeño analítico no satisfactorio

X1.1 Para identificar por qué los datos de un laboratorio pueden haber sido considerados estadísticamente anómalos o para mejorar la precisión o ambos, las siguientes acciones son sugeridas (no necesariamente en el orden de preferencia). Pueden ser vías adicionales para mejorar el desempeño.

X1.1.1 Chequee los resultados para detectar errores de impresión, errores de cálculo y errores de transcripción.

X1.1.2 Reanalice la muestra; compare la precisión *in situ*, o si no está disponible, la repetibilidad del método de ensayo.

X1.1.3 Chequee la muestra para comprobar la homogeneidad, contaminación, o que haya sido analizada una muestra representativa.

X1.1.4 Revise el método de ensayo, y asegúrese que la última versión del método ASTM está siendo usada. Chequee el procedimiento paso por paso con el analista.

X1.1.5 Chequee la calibración del instrumento.

X1.1.6 Chequee el gráfico de control para ver si el problema se desarrolló anticipadamente.

X1.1.7 Chequee la calidad de los reactivos y patrones usados y si están o no vencidos o contaminados.

X1.1.8 Chequee el equipamiento para la operación correcta contra el manual de operación del vendedor.

X1.1.9 Realice mantenimiento o reparación, o ambos, en el equipamiento siguiendo las guías establecidas por el vendedor.

X1.1.10 Después que el problema haya sido resuelto, analice un material de referencia certificado, si no está disponible, una muestra de control de la calidad del laboratorio, para comprobar que la operación analítica está bajo control.

X1.1.11 Proporcione capacitación a los nuevos analistas y, si fuese necesario, recapacite a los analistas experimentados.

X1.1.12 Documente el incidente y las experiencias para uso en el futuro si un problema similar ocurre.