

---

**NORMA CUBANA**

**NC**

ASTM D 3244: 2013  
(Publicada por la ASTM en 2007)

---

**INDUSTRIA DEL PETROLEO — PRÁCTICA ESTÁNDAR  
PARA LA UTILIZACIÓN DE LOS DATOS DE ENSAYOS  
PARA DETERMINAR LA CONFORMIDAD CON LAS  
ESPECIFICACIONES  
(ASTM D 3244: 2007, IDT)**

Oil industry—Standard practice for utilization of test data to determine conformance with specifications

---

ICS: 75.160

1. Edición      Julio 2013  
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

## NC-ASTM D 3244: 2013

### 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 Industria de Petróleo integrado por representantes de las siguientes entidades:

Unión Cupet	Ministerio del Transporte
Unión Eléctrica	Ministerio del Interior
Oficina Nacional de Normalización	Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias
Instituto de la Aeronáutica Civil	Ministerio de la Construcción
Ministerio de Energía Y Minas	

- Constituye una adopción idéntica por el método de traducción de la Norma ASTM D 3244-07a *Standard Practice for Utilization of Test Data to Determine Conformance with Specifications*.
- Incluye los Anexos A1, A2, A3 y A4 normativos.

### © NC, 2013

**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

0. INTRODUCCIÓN.....	4
1. ALCANCE.....	5
2. DOCUMENTOS DE REFERENCIA.....	5
3. TERMINOLOGÍA.....	6
4. SIGNIFICADO Y USO.....	7
5. MUESTREO.....	8
6. APLICACIÓN DE LOS DATOS DE PRECISIÓN DEL MÉTODO DE ENSAYO PARA ACEPTAR O RECHAZAR RESULTADOS DE ENSAYO.....	9
7. DETERMINACIÓN DE LOS LÍMITES DE ACEPTACIÓN MEDIANTE LA APLICACIÓN DE LOS DATOS DE PRECISIÓN DEL MÉTODO DE ENSAYO Y LAS CONSIDERACIONES DE CRITICIDAD DE LA ESPECIFICACIÓN A LOS LÍMITES DE ESPECIFICACIONES.....	10
8. OBTENCIÓN DEL VALOR ASIGNADO AL ENSAYO (VAE).....	13
9. CONFORMIDAD DE CALIDAD DE PRODUCTO.....	15
10. ACEPTACIÓN O RECHAZO DEL PRODUCTO.....	16
11. PALABRAS CLAVES.....	17
ANEXO A1.....	18
ANEXO A2.....	19
ANEXO A3.....	21
ANEXO A4.....	23

## 0 Introducción

**0.1** Las propiedades de los productos del petróleo comerciales son medidas mediante métodos de ensayo de laboratorio estandarizados para chequear su conformidad con las especificaciones. Dos o más mediciones de la misma propiedad de una muestra específica por cualquier método de ensayo dado, usualmente no dará precisamente la misma respuesta. Por tanto, los métodos de ensayo generalmente incluyen un párrafo sobre la precisión de los resultados. Esta precisión es una expresión de la confiabilidad del valor de la propiedad medida.

**0.2** Muchas dificultades que surgen en la interpretación de las especificaciones son debido a la imprecisión del ensayo. Debido a esto, un valor verdadero de una propiedad nunca puede ser determinado exactamente; y es necesario inferir desde los valores medidos el rango dentro del cual el “valor verdadero” es probable que se encuentre. El propósito principal de esta práctica es indicar como la imprecisión del ensayo debería ser interpretada relativo a los valores de especificación.

## INDUSTRIA DEL PETRÓLEO — PRÁCTICA ESTÁNDAR PARA LA UTILIZACIÓN DE LOS DATOS DE ENSAYO PARA DETERMINAR LA CONFORMIDAD CON LAS ESPECIFICACIONES

### 1. Alcance

**1.1** Esta práctica cubre las directrices y metodologías estadísticas con las cuales dos partes, usualmente un suministrador y un receptor, pueden comparar y combinar independientemente los resultados de ensayo obtenidos para obtener un Valor de Ensayo Asignado (VEA) para el propósito de resolver una disputa de calidad de producto.

**1.2** Esta práctica define una técnica para comparar un valor de ensayo asignado con un límite de especificación.

**1.3** Esta práctica se aplica solamente a aquellos métodos de ensayo los cuales específicamente declaran que los valores de repetibilidad y reproducibilidad son conformes a las definiciones de esta norma.

### 2. Documentos de referencia

Los siguientes documentos de referencia son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias fechadas, solo 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 NC

NC-ASTM D 1319 Industria del petróleo — Método de Ensayo Estándar para Tipos de Hidrocarburos en Productos Líquidos del Petróleo por Adsorción de Indicador Fluorescente.

NC-ASTM D 4057 Industria del petróleo — Práctica Estandarizada para el Muestreo Manual del Petróleo y Productos del Petróleo.

#### 2.2 Normas ASTM

D 6300 Práctica para la Determinación de los Datos de Precisión y Sesgo para Uso en los Métodos de Ensayo de Productos del Petróleo y Lubricantes.

E 29 Práctica para Uso de Dígitos Significativos en los Datos de Ensayos para Determinar la Conformidad con las Especificaciones.

#### 2.3 Normas ISO

ISO 4259 Determinación y Aplicación de los Datos de Precisión en Relación a los Métodos de Ensayo.

### **3. Terminología**

#### **3.1 Definiciones**

**3.1.1 Límite de aceptación (LA), n-** un valor numérico que define el punto entre la calidad aceptable e inaceptable.

**3.1.1.1 Discusión-** El LA no es necesariamente el límite de especificación. Es un valor que toma en cuenta el valor de especificación, la precisión del método de ensayo, y el nivel de confianza deseado para definir la calidad mínima aceptable relativa al valor de especificación.

**3.1.2 Valor asignado al ensayo (VAE) n-** el promedio de todos los resultados obtenidos en los distintos laboratorios los cuales son considerados aceptables basados en la reproducibilidad del método de ensayo.

**3.1.3 Determinación, n-** el proceso de realización de series de operaciones especificadas en el método de ensayo por medio de las cuales se obtiene un único valor.

**3.1.4 Disputa, n-** Cuando existe una duda sobre la conformidad de calidad del producto con la especificación debido a que un valor de ensayo obtenido cae fuera del o de los límites de especificación.

**3.1.5 Operador, n-** una persona la cual normalmente y regularmente realiza un ensayo particular.

**3.1.6 Precisión, n-** el grado de concordancia entre dos o más resultados sobre la misma propiedad en idéntico material de ensayo. En esta práctica, las declaraciones de precisión son formuladas en términos de repetibilidad y reproducibilidad del método de ensayo.

**3.1.7 Receptor, n-** cualquier individuo u organización que reciba o acepte el producto entregado por el suministrador.

**3.1.8 Repetibilidad (r), n-** expresión cuantitativa del error aleatorio asociado con un único operador en un laboratorio dado obteniendo resultados duplicados con el mismo aparato bajo condiciones de operación constantes sobre idéntico material de ensayo dentro de un período corto de tiempo. Es definido en (3.1.8.1) como aquella diferencia entre dos de tales resultados únicos que podría ser excedida solamente en 1 caso en 20, en la operación correcta y normal del método de ensayo (3.1.8.3). (Esto es conocido como el nivel de confianza del 95%).

**3.1.8.1 Discusión –** Los valores de repetibilidad y reproducibilidad deberían haber sido determinados según los métodos descritos en el Reporte de Investigación ASTM RR: D02-1007, el Manual de Determinación de Datos de Precisión para Métodos ASTM de Productos de Petróleo y Lubricantes, Práctica ASTM D 6300, o ISO 4259.

**3.1.8.2 Discusión –** No todas las organizaciones de normas definen la repetibilidad y reproducibilidad precisamente en estos términos, y se debería siempre prestar atención a las definiciones antes de comparar los valores de precisión propuestos.

**3.1.8.3 Discusión –** Esta diferencia está relacionada con la desviación estándar de la repetibilidad o de la reproducibilidad pero no es la desviación estándar.

**3.1.9** Reproducibilidad (R), n- expresión cuantitativa del error aleatorio asociado con operadores que trabajan en diferentes laboratorios, cada uno obteniendo resultados únicos sobre idéntico material de ensayo cuando se aplica el mismo método. Es definida (3.1.8.1) como aquella diferencia entre dos de tales resultados independientes y únicos que podría ser excedida solamente en 1 caso en 20, en la operación correcta y normal del método de ensayo. Vea 3.8.1.3.

**3.1.10** Resultado, n- el valor obtenido mediante seguimiento del conjunto completo de instrucciones de un método de ensayo. Puede ser obtenido a partir de una determinación única o de varias determinaciones, dependiendo de la instrucción del método de ensayo.

**3.1.11** Suministrador, n- cualquier individuo u organización responsable por la calidad de un producto justamente antes de ser adquirido por el receptor.

**3.1.12** Muestra de ensayo, n- una porción del producto tomada en el lugar donde el producto es intercambiado, que es, donde la responsabilidad por la calidad del producto pasa del suministrador al receptor. En el caso que esto no sea posible, una localización de muestreo apropiada debería ser mutuamente acordada.

**3.1.13** Valor verdadero ( $\mu$ ), n- para propósitos prácticos, el valor hacia el cual tiende el promedio de resultados únicos obtenidos por N laboratorios usando el mismo método de ensayo, cuando N llega a ser muy grande. Consecuentemente, esta definición de valor verdadero está asociada con el método de ensayo particular empleado.

#### **4. Significado y Uso**

**4.1** Esta práctica proporciona un medio mediante el cual las partes en una transacción pueden resolver disputas potenciales de calidad sobre aquellas propiedades de un producto, las cuales pueden ser ensayadas y expresadas numéricamente.

**4.1.1** Esta práctica puede ser usada para asegurar que tales propiedades están correctamente declaradas en certificados o en otras descripciones del producto.

**4.1.2** Esta práctica puede ser implementada en aquellos casos donde un suministrador usa un laboratorio de ensayo propio o uno comercial para muestrear y ensayar un producto antes de entregar el producto a un consignador (receptor intermedio) y el receptor final también usa un laboratorio de ensayo propio o comercial para muestrear y ensayar el producto al arribo al destino. El valor de ensayo asignado (VAE) podría ser determinado en correspondencia con 8.3.

**4.2** Esta práctica puede ayudar en la determinación de las tolerancias de los límites de especificación las cuales asegurarán que el valor verdadero de una propiedad esté suficientemente cercano al valor de especificación con una probabilidad mutuamente acordada para que el producto sea aceptable al receptor. Tales tolerancias son delimitadas por un límite de aceptación (LA). Si el VAE determinado por la aplicación de esta práctica cae en el LA o en el lado aceptable de LA, el producto puede ser aceptado; de otra forma será considerado que ha fallado el requerimiento de aceptación del producto establecido por la aplicación de esta práctica.

**4.3** La aplicación de esta práctica requiere que el LA sea determinado antes del comienzo real del ensayo. Por lo tanto, el grado de criticidad de la especificación, determinado por la Probabilidad de

Aceptación (valor P) que es requerida para calcular el LA, habrá sido mutuamente acordada entre ambas partes antes de la ejecución real del ensayo del producto.

**4.3.1** Este acuerdo debería incluir una decisión de si el VAE será determinado por el método absoluto o de redondeo de la Práctica ASTM E 29, como allí es definido.

**4.3.1.1** Si el método de redondeo será usado, el número de dígitos significativos a ser retenidos también tiene que ser acordado.

**4.3.1.2** Estas decisiones también tienen que ser realizadas en el caso donde solamente una parte está involucrada, como en el caso de un certificado.

**4.3.1.3** En la ausencia de tal acuerdo, esta práctica recomienda que el VAE sea redondeado en correspondencia con el método de redondeo de la práctica ASTM E 29 hasta el número de dígitos significativos que son establecidos en la especificación rectora.

**4.4** Esta práctica es apropiada como referencia en contratos que regulan la transferencia de productos del petróleo y lubricantes de un suministrador a un receptor.

**4.5** Como un prerrequisito para la aceptación de los resultados de ensayo de laboratorio a ser usados en esta práctica, las siguientes condiciones serán cumplidas:

**4.5.1** La desviación estándar a largo plazo para el (los) método(s) de ensayo apropiado(s) de cada laboratorio, corroborada por programas de control de la calidad propios, sobre material típico del producto en disputa, será estadísticamente equivalente o mejor que la desviación estándar del método publicada bajo condiciones de reproducibilidad.

**4.5.2** Cada laboratorio será capaz de demostrar, por medio de los resultados de programas de comparaciones interlaboratorios, una ausencia de un sesgo sistemático con relación a los promedios de las comparaciones para el (los) método(s) de ensayo apropiado(s).

**4.5.3** En el caso que la desviación estándar a largo plazo del laboratorio de cualquiera de las partes no sea estadísticamente equivalente a la de cada una de las otras partes, entonces, para el propósito de establecer el valor asignado al ensayo (VAE), cada resultado(s) de ensayo del laboratorio será inversamente ponderado en concordancia con la(s) varianza(s) demostrada(s) del laboratorio.

**4.6** Se recomienda que esta práctica sea conducida bajo la guía de un estadístico calificado.

## **5. Muestreo**

**5.1** El muestreo deberá ser realizado como es especificado en concordancia con el método de ensayo referido, el contrato, o la especificación para el producto de petróleo bajo ensayo, la Práctica NC ASTM D 4057, o la Práctica ASTM D 4177, como sea apropiado. Obtenga suficiente muestra para permitir que todas las determinaciones requeridas sean realizadas. Divida la muestra en tres muestras secundarias: una muestra del receptor, una muestra del suministrador y una muestra testigo. La muestra testigo debería ella misma ser lo suficiente grande para permitir subdivisiones ulteriores en tres porciones, en caso que sean deseables trabajos adicionales de ensayo.

## 6. Aplicación de los Datos de Precisión del Método de Ensayo para Aceptar o Rechazar Resultados de Ensayo.

**6.1** Esta sección describe los procedimientos en los cuales los límites de precisión de los métodos de ensayo pueden ser usados como un criterio de decisión para aceptar o rechazar resultados de ensayo obtenidos por dos laboratorios. Esta sección también puede ser usada para la aceptación o el rechazo de resultados de ensayos replicados por un operador.

### 6.2 Significado de la Repetibilidad (r):

**6.2.1** Aceptación de Resultados – Cuando son obtenidos solamente dos resultados bajo condiciones de repetibilidad y la diferencia es igual a o menor que la repetibilidad del método, el operador puede reportar el promedio de los dos resultados como aplicable a la muestra ensayada.

**6.2.2** Rechazo de Resultados – Cuando se obtienen dos resultados que difieren por más de la repetibilidad del método, ambos deberían ser rechazados. Obtenga dos resultados adicionales inmediatamente bajo condiciones de repetibilidad. Si la diferencia entre estos dos resultados es igual o menor que la repetibilidad del método, el operador debería reportar el promedio de los dos resultados como aplicable a la muestra ensayada. Si la diferencia obtenida de nuevo excede la repetibilidad, rechace los resultados e investigue la aplicación del método.

### 6.3 Significado de la Reproducibilidad (R):

**6.3.1** Aceptación de Resultados- Cuando dos resultados son obtenidos y comprenden un resultado por cada laboratorio (Nota 1), si la diferencia es igual a o menor que la reproducibilidad del método, entonces ambos resultados deberían ser considerados aceptables.

Nota 1- Cuando la comparación para la reproducibilidad es realizada entre resultados de dos laboratorios, es una práctica común que sean comparados los resultados únicos de cada laboratorio. Si cada uno de los laboratorios ha producido más de un resultado único, vea 6.4.

**6.3.2** Rechazo de Resultados – Cuando los resultados de dos laboratorios difieren por más de la reproducibilidad del método, rechace ambos resultados y cada laboratorio debería repetir el ensayo sobre la muestra testigo. Si la diferencia es ahora igual o menor que la reproducibilidad, ambos resultados deberían ser considerados aceptables. Si la diferencia de estos resultados de nuevo es mayor que la reproducibilidad, rechace los resultados e investigue la aplicación del método en cada laboratorio.

**6.4** Significado de la Reproducibilidad Reducida (R-reducida) a partir de Ensayos Múltiples – Si el número de resultados obtenidos en cualquiera de uno o ambos laboratorios es más de uno, entonces la diferencia permisible entre los promedios de los dos laboratorios está dada como sigue:

$$\text{Diferencia, R - reducida} = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} \quad (1)$$

Donde:

R= Reproducibilidad del método,  
 r =Repetibilidad del método,  
 n<sub>1</sub>= Número de resultados del primer laboratorio, y

$n_2$  = Número de resultados del segundo laboratorio.

**6.5 Laboratorio de Arbitraje** – En el caso de que un tercer laboratorio o laboratorio de arbitraje es invitado a realizar el ensayo usando una porción de una de las muestras descritas en 6.3.2, multiplique la Reproducibilidad, R, por 1,2 (para convertir un rango para dos a uno para tres) y compare este valor con la diferencia entre los dos resultados extremos para la aceptación. Si la aceptación es indicada, el valor asignado al ensayo (VAE) para la muestra debería ser el promedio de los tres resultados.

## **7. Determinación de los Límites de Aceptación Mediante la Aplicación de los Datos de Precisión del Método de Ensayo y las Consideraciones de Criticidad de la Especificación a los Límites de Especificaciones**

**7.1 Especificaciones** - Una especificación fija un límite al valor verdadero de una propiedad dada. En la práctica, sin embargo, este valor verdadero nunca puede ser establecido exactamente. La propiedad es medida en el laboratorio mediante la aplicación de un método de ensayo estándar, los resultados del cual pueden mostrar alguna dispersión aleatoria dentro de las tolerancias definidas por los límites de repetibilidad y reproducibilidad del método de ensayo. Por lo tanto, siempre existe alguna incertidumbre con respecto al valor verdadero de la propiedad ensayada.

**7.2** Aunque el valor verdadero nunca es conocido exactamente, la probabilidad de obtener cualquier resultado de ensayo específico, relativo a un valor verdadero hipotético, puede ser calculada si la función de distribución de probabilidad para el método de ensayo es conocida (por ejemplo, la distribución Normal o de Gauss).

**7.2.1** Algunas especificaciones, debido a las características del producto o el uso final del producto, o ambos, requieren que el receptor tenga un alto grado de seguridad que el valor verdadero de la propiedad del producto en realidad cumpla o exceda el nivel de calidad indicado por el valor del límite de especificación. Para el propósito de esta práctica, tales especificaciones son llamadas especificaciones críticas.

**7.2.2** Las especificaciones que requieren seguridad solamente de que la propiedad del producto no sea sustancialmente peor que la indicada por el límite de especificación son llamadas especificaciones no críticas para los propósitos de esta práctica.

**7.3 Guías para la Decisión de la Conformidad con la Especificación:**

**7.3.1** Siempre que un producto sea ensayado para la conformidad con una especificación, tiene que tomarse finalmente una decisión acerca si el producto cumple o no con la especificación.

**7.3.2** El valor numérico que delimita las regiones de conformidad y no conformidad del producto es el Límite de Aceptación (LA). El LA puede o no coincidir con el valor límite de especificación (E) usado para definir los requerimientos para el grado o calidad del producto.

Nota 2 – El término “Aceptación” en este contexto significa la aceptación de la hipótesis que el valor verdadero de la propiedad del producto realmente cumple el nivel de calidad indicado por los límites de especificación. El producto no obstante, puede ser aceptado o rechazado por la parte receptora debido a otras consideraciones.

**7.3.3** El valor del LA, el cual tiene que ser acordado por el suministrador y el receptor antes del comienzo del ensayo, es aquel nivel de calidad tal que, si el *valor verdadero* está exactamente en

el LA, cualquiera de las partes está dispuesta a tomar un riesgo de 50 % de aceptar o rechazar el producto ensayado.

**7.3.4** La probabilidad de aceptación de un producto cuando el valor verdadero de la propiedad iguala exactamente el valor del límite de especificación es mostrada en la Figura 1 y Figura 2 como una función de:  $D = (LA - E) / 0,255R$ , donde D es una medida directa de la diferencia entre el LA y E. Esta relación está basada (1) en la suposición de la distribución normal (Gaussiana) de los errores de ensayo, lo cual es adecuado para la mayoría de los procedimientos de ensayo, y (2) en el uso de un valor asignado al ensayo (VAE) para tomar la decisión de la conformidad con la especificación, que es el promedio de los resultados con precisión aceptable de los dos laboratorios.

**7.3.5** El LA asociado con la probabilidad P de aceptación del producto cuando el valor verdadero iguala exactamente al valor límite de la especificación E es entonces dado por:

$$LA = E + 0,255 \times R \times D \quad (2)$$

**7.3.5.1** El factor 0,255 en la Ecuación 2 es para N (número de laboratorios)=2. Para N mayor que 2, el factor 0,225 debería ser multiplicado por  $\sqrt{\frac{2}{N}}$ .

**7.3.6** En la ausencia de un acuerdo por el contrario, esta práctica recomienda que para especificaciones no críticas, el LA sea ajustado de forma tal que exista una probabilidad del 95% de que el producto será aceptado si el valor verdadero de la propiedad está exactamente en el valor límite de especificación. Así, el LA será establecido mediante el uso de un nivel de confianza  $P=0,95$  como se muestra en 7.3.5. Debería ser observado que para  $P=0,95$ , el LA estará realmente fuera numéricamente de los valores del límite de especificación.

		$D = (LA - E) / 0,255 R$		
		Probabilidad (P) de Aceptación	Límite de especificación máximo	Límite de especificación mínimo
Región de especificación crítica		0,001	-3,090	3,090
		0,005	-2,576	2,576
		0,010	-2,326	2,326
		0,025	-1,960	1,960
	P recomendado =	0,050	-1,645	1,645
		0,100	-1,282	1,282
		0,150	-1,036	1,036
		0,200	-0,842	0,842
		0,300	-0,524	0,524
Región de especificación no crítica		0,500	0,00	0,00
		0,700	0,524	-0,524
		0,800	0,842	-0,842
		0,850	1,036	-1,036
		0,900	1,282	-1,282
	P recomendado =	0,950	1,645	-1,645
		0,975	1,960	-1,960
		0,990	2,326	-2,326
		0,995	2,576	-2,576
		0,999	3,090	-3,090

Nota - Basado en N=2=número de resultados de laboratorios diferentes usados para obtener el VAE. Vea el texto para uso de esta tabla.

**Figura 1 —Desviación del LA de la especificación para la aceptación del producto con una probabilidad dada**

**7.3.7** En ausencia de un acuerdo por el contrario, esta práctica recomienda que para especificaciones críticas, el LA sea ajustado de forma tal que exista una probabilidad del 5% de que el producto será aceptado si el valor verdadero de la propiedad está exactamente en el valor límite de especificación. Así, el LA será establecido mediante el uso de un nivel de confianza P=0,05 como se muestra en 7.3.5. Debería observarse que para P=0,95, el LA realmente estará numéricamente dentro de los valores de los límites de especificación.

**7.3.8** Cuando D=0, el LA coincide exactamente con el límite de especificación. El valor P para D=0 es 0,5; lo cual significa que existe una probabilidad del 50% de que el producto será aceptado si el

valor verdadero de la propiedad está exactamente en el límite de especificación. Esto también es el punto de delimitación entre la especificación crítica y la no crítica elegida por esta práctica.

**7.3.8.1** Para especificaciones que tienen ambos límites, máximo y mínimo, el procedimiento en 7.3.5 tiene que ser aplicado dos veces para dar ambos LAs superior e inferior. Tiene que existir alguna región permisible que permanezca entre los LAs superior e inferior.

**7.3.9** Cuando solamente un único resultado de ensayo está o estará disponible, las relaciones dadas deberían ser usadas con  $N=1$  (7.3.5.1). Obviamente no puede ser realizado ningún chequeo de la precisión de reproducibilidad con un único resultado de ensayo y el valor único se convierte en el VAE para la muestra.

**7.3.10** Las relaciones entre los LAs para especificaciones críticas y no críticas son mostradas en la Figura 3 para una especificación mínima.

## 8. Obtención del Valor Asignado al Ensayo (VAE).

**8.1** El procedimiento siguiente producirá un VAE con el control de la precisión basado en la reproducibilidad del método de ensayo.

**8.2** El receptor y el suministrador deberían obtener resultados de ensayo,  $X_R$  y  $X_S$ , respectivamente.

Nota 3 – El resultado del suministrador tiene que ser sobre la muestra de ensayo (vea Sección 5) y no un valor reportado por el suministrador. En muchos casos, un valor reportado por el suministrador es obtenido sobre una muestra diferente, por ejemplo, en el punto de fabricación, y puede ser el promedio de varias determinaciones.

### 8.3 Procedimiento para el VAE:

**8.3.1** Si el valor absoluto de  $\Delta = X_R - X_S$  es menor que, o igual a  $R$ , la reproducibilidad del método de ensayo, promedie los dos resultados para obtener lo siguiente en correspondencia con 6.3.1:

$$VAE = (X_R + X_S)/2 \quad (3)$$

**8.3.2** Si el valor absoluto de  $\Delta$  excede el valor de  $R$ , rechace ambos resultados y reensaye sobre porciones de la muestra retenida para obtener  $X'_R$ ,  $X'_S$ .

**8.3.3** Si el valor absoluto de  $\Delta' = X'_R - X'_S$  es menor que o igual a  $R$ , promedie los dos resultados para obtener lo siguiente en concordancia con 6.3.2:

$$VAE = (X'_R + X'_S)/2 \quad (4)$$

**8.3.4** Si el valor absoluto de  $\Delta'$  excede el de  $R$ , obtenga un nuevo valor de ensayo  $X_{LA}$  por un laboratorio de arbitraje (6.5).

**8.3.5** Si  $\Delta_3 = X_{m\acute{a}x} - X_{m\acute{i}n}$  es menor que, o igual a,  $1.2 R$ , obtenga lo siguiente:

$$VAE = (X'_R + X'_S + X'_{LA})/3 \quad (5)$$

**8.3.6** Si  $\Delta_3$  excede  $1.2 R$ , obtenga el VAE como el promedio del par más cercano.

Nota 4 – Este último paso para la obtención de un VAE no cumple estrictamente con los conceptos estadísticos. Esto se realiza de esta manera debido a que en la mayoría de los casos la muestra de ensayo se agota (vea Sección 5).

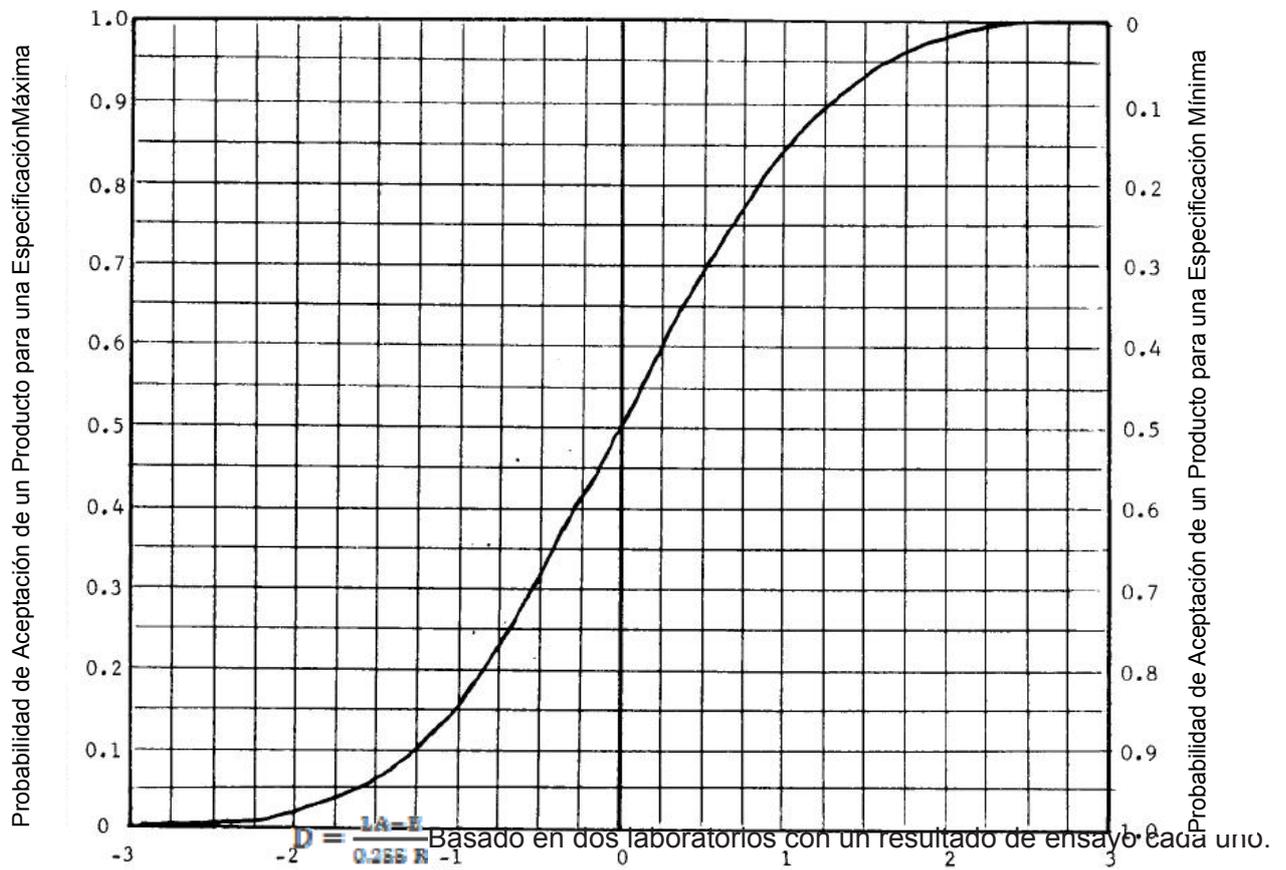
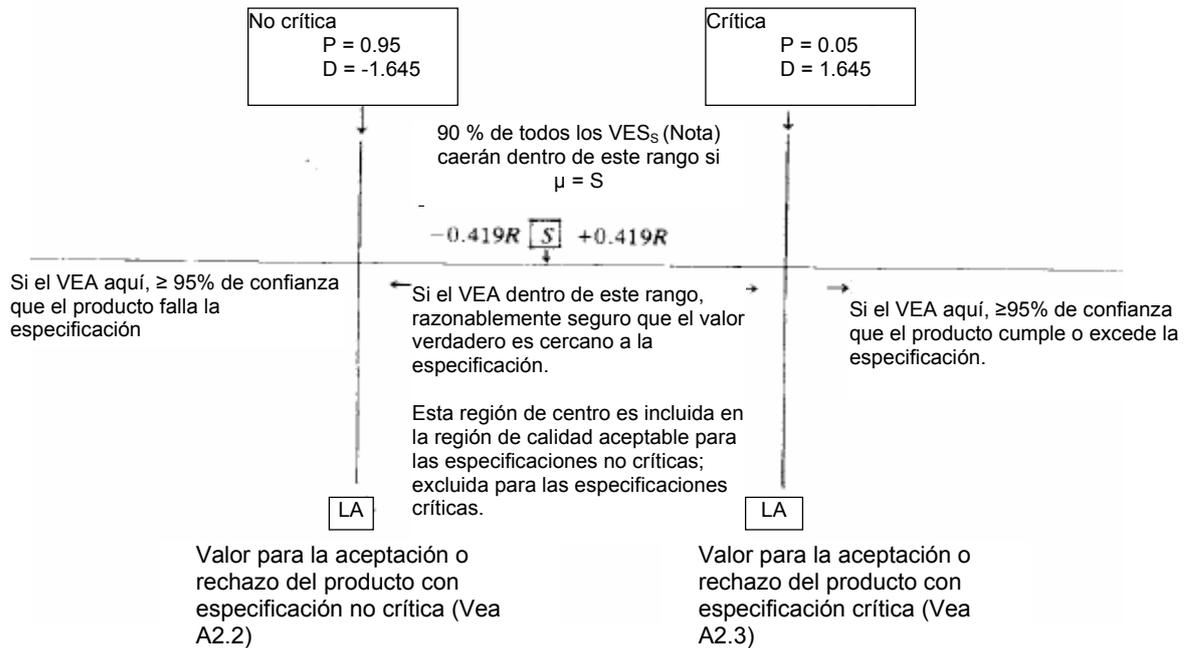


Figura 2—Probabilidad de Aceptación vs Desviación del LA del Valor Verdadero = E



Nota- Esto se aplica cuando el VAE es establecido por el promedio de dos resultados cada uno de dos laboratorios diferentes.

**Figura 3—Relaciones entre los LA<sub>s</sub> para especificaciones Críticas y No Críticas**

**8.4** El procedimiento anterior siempre rendirá un VAE. Si los laboratorios del suministrador y del receptor tienen un pequeño o ningún sesgo relativo entre ellos, el procedimiento finalizará en 8.3.1 alrededor del 95% de las veces, y en un 95% del 5% restante, en 8.3.3.

**8.5** Si alguna pareja en particular de receptor y suministrador encuentra que ellos frecuentemente tienen que recurrir a un ensayo de laboratorio de arbitraje, ellos deberían chequear cuidadosamente sus corridas del ensayo, también como examinar sus prácticas de calibración contra otros laboratorios que hayan demostrado aptitud en la realización del método de ensayo en particular.

**8.6** Este procedimiento para la obtención de un VAE es designado para el ensayo de muestras obtenidas en correspondencia con la Sección 5.

**8.6.1** Si son necesarios ensayos más extensivos para situaciones especiales, pueden ser desarrollados procedimientos comparables. Un estadístico o experto en control de la calidad debería ser consultado para hacer esto.

## 9. Conformidad de Calidad de Producto.

**9.1** Un producto debería ser considerado conforme a las especificaciones si el VAE de cada propiedad cumple el valor de LA.

**9.2** El proveedor debería despachar el producto solamente si hay confianza de que cada propiedad cumple los valores de especificación.

**9.3** Cuando el receptor ha obtenido un resultado único, la calidad del producto debería ser considerada sospechosa si el resultado de ensayo falla el valor del LA (vea A3.1.5).

**9.4** Una disputa entre el suministrador y el receptor puede surgir siempre que el resultado del receptor falle el valor del LA.

**9.5** La disputa debería ser resuelta mediante la obtención de un valor asignado al ensayo (VAE) para el producto como un estimado del “valor verdadero” y comparando este con el límite de aceptación (LA) como se determinó en 7.3.

## **10. Aceptación o Rechazo del Producto.**

**10.1** Si el VAE es igual o mejor que el límite LA, el producto será aceptado ya que ha cumplido la especificación.

**10.2** Si el VAE falla el valor del LA, el producto será rechazado ya que falla la especificación.

**10.3** Estos conceptos son presentados gráficamente en la Figura 4.

**10.3.1** Las líneas ploteadas son las condiciones de delimitación que separan los resultados aceptables de aquellos que indican otras acciones alternativas.

**10.3.1.1** La muestra es considerada aceptable si los dos resultados caen a la izquierda de la línea,  $(X_R + X_S)/2 = \text{VAE} = \text{LA}$  si ellos están también dentro de las líneas  $X_R - X_S = \pm R$ .

**10.3.2** La muestra es inaceptable si los resultados caen a la derecha de la línea  $(X_R + X_S)/2 = \text{VAE} = \text{LA}$ .

**10.3.3** Los resultados iniciales que caen en la región rotulada como *Re- muestra* requieren un reensayo.

**10.3.3.1** Si los resultados para una segunda muestra también caen en la región de *Re- muestreo* debería ser incluido un laboratorio de arbitraje en el nuevo programa de ensayo.

**10.4** Las consecuencias reales de rechazo de un producto por incumplimiento de la especificación están sujetas a un acuerdo o negociación a priori entre las partes interesadas.

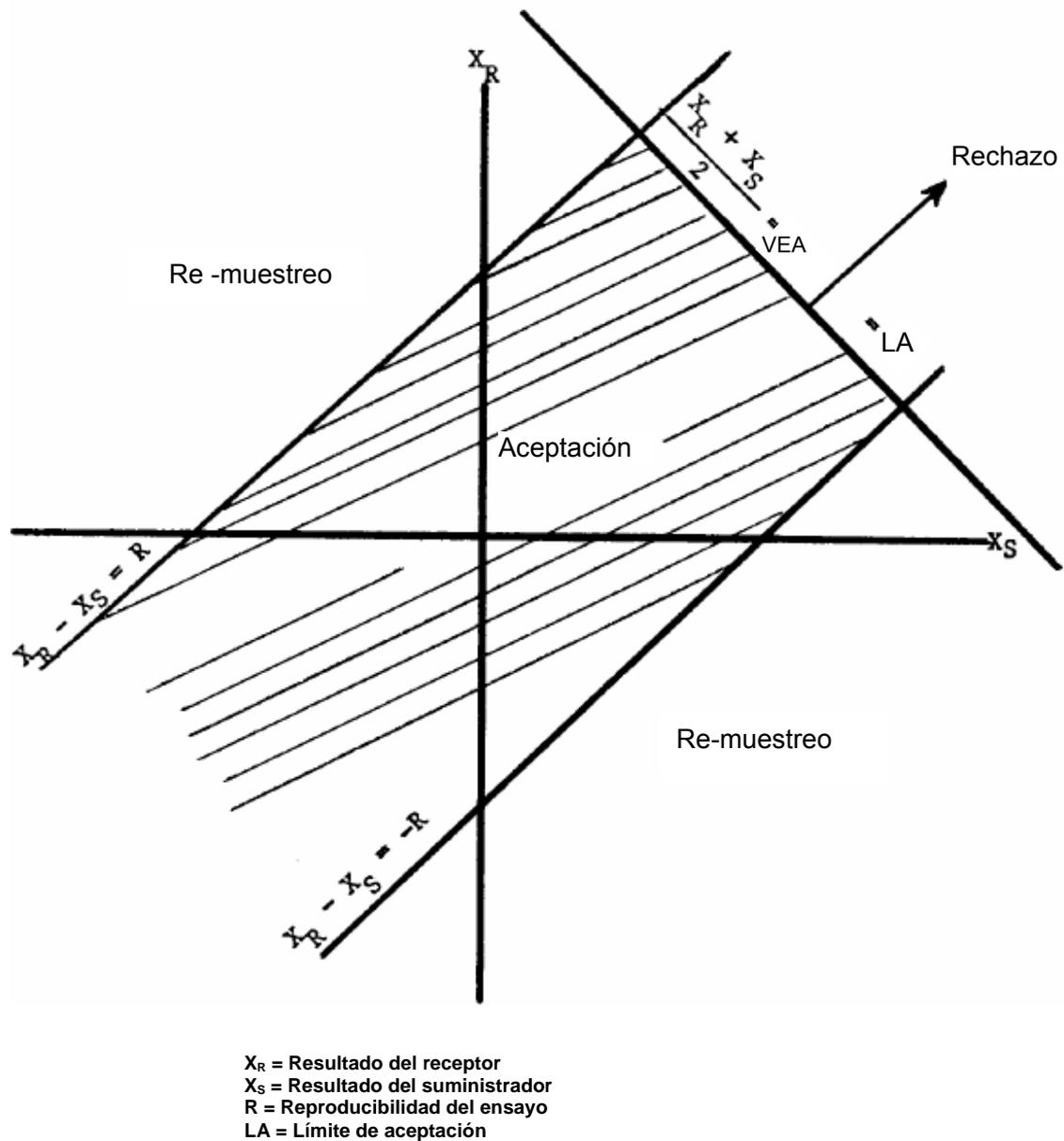


Figura 4—Diagrama Mostrando las Regiones de Aceptación, Rechazo y Re-muestreo.

## 11. Palabras claves

11.1 aceptación; límites de aceptación; acuerdo; conformidad; disputa; precisión; rechazo; especificaciones.

**Anexo A1**  
(normativo)

**Guía para la determinación del LA**

**A1.1** Como el LA es la línea divisoria entre los resultados de ensayos aceptables e inaceptables, es un paso importante en la determinación de la conformidad con la especificación.

**A1.2** La probabilidad de rechazo o aceptación de cualquier producto cuyo valor verdadero es el LA es siempre el 50 %, sin tener en cuenta la precisión del valor VAE usado para tomar la decisión. Esta declaración requiere solamente la suposición de una distribución simétrica de los errores de ensayo (tal como, pero no restringido a la distribución normal).

**A1.3** Remitiéndose a 7.3.9, para determinar un LA que dará una probabilidad deseada P que el producto sea aceptado: Para especificaciones no críticas el valor P puede ser elegido para que sea bastante grande, quizás 0,90 ó 0,95; para especificaciones críticas, P sería elegida por debajo de 0,50, quizás 0,05 ó 0,10. Incluso valores inferiores podrían ser puestos en casos de extrema criticidad.

**A1.4** Para especificaciones críticas, el producto se considera aceptable solamente si el VAE es mejor que E en casi el 100 (1-P) % del nivel de significación.

**A1.5** Para especificaciones no críticas, el producto es rechazado solamente si el VAE es peor que E en casi el 100 P % del nivel de significación.

**Anexo A2**  
(normativo)

**Ejemplos de determinación del LA y su uso**

**A2.1** Asuma que nosotros estamos ensayando un producto cuya calidad es medida por el ASTM D XYZ el cual tiene una repetibilidad de 1 y una reproducibilidad de 2. Existe una especificación máxima de 10,0 para la propiedad medida por el D XYZ. En cualquier caso, el suministrador no despachará el producto a menos que sus ensayos en el punto de producción muestren que el límite 10 no ha sido excedido. Solamente dos laboratorios, el del suministrador y el del receptor, realizarán los ensayos para determinar el VAE (N=2).

**A2.2** Especificación No Crítica – El receptor establece un límite de 10 máximo como una especificación no crítica con P=0.95.

**A2.2.1** En P=0,95 de la Figura 1 o Figura 2, obtenga D=1,645.

**A2.2.2**  $LA = E + 0,255 \times R \times D$  (de 7.3.5)

$$LA = 10 + 0,255 \times 2 \times 1,645 = 10,84$$

El producto ensayado tiene que promediar (VAE) 10,84 o menos para ser aceptable.

**A2.2.3** En el ensayo de la muestra (Sección 8), el receptor obtiene el resultado de ensayo  $X_R=10,8$ , el suministrador obtiene  $X_S = 9,9$ .

$\Delta = 10,8 - 9,9 = 0,9 < R = 2$ , cumpliendo el requerimiento de reproducibilidad, por lo que:

$$VAE = (10,8 + 9,9) / 2 = 10,34 \quad (A2.1)$$

**A2.2.4** El VAE obtenido está por debajo del LA, por lo que el producto es aceptado.

**A2.3** Especificación Crítica – Otro receptor necesita, por razones bien conocidas por él, un nivel muy alto de seguridad que el producto cumpla la especificación de 10,0.

**A2.3.1** Usando P = 0,025, obtiene D=-1,960 de la Figura 1 (Figura2).

**A2.3.2**  $LA = E + 0,255 \times R \times D$

$$LA = 10 + 0,255 \times 2 \times (-1.960) = 9,00$$

Así el producto ensayado (VAE) tiene que promediar 9,00 o menos para ser aceptable.

**A2.3.3** El ensayo de la muestra (Sección 8) da:

$$\begin{aligned} X_R &= 9,4 \\ X_S &= 9,2 \end{aligned} \quad (A2.2)$$

$$\begin{aligned} \Delta &= 0,2 \text{ cumple el criterio de reproducibilidad} \quad (A2.3) \\ \text{Así } VAE &= (9,4 + 9,2) / 2 = 9,3 \end{aligned}$$

**A2.3.4** EL VAE obtenido está por encima del LA por lo que el producto es rechazado como inaceptable en calidad aun cuando el VAE es mejor que el valor de especificación.

**A2.4** Conversión de una Especificación Crítica a Especificación no Crítica.

**A2.4.1** El receptor en el ejemplo de A2.3 quiso un nivel alto de seguridad que el producto cumpliera una especificación de 10 y, por consiguiente, aplicó un valor bajo para P en el establecimiento del LA. El podría haber usado una especificación no crítica de 8,16 para cumplir el mismo objetivo.

**A2.4.2** Para obtener un valor de especificación no crítica que tenga el mismo LA como un valor de especificación crítica, resuelva la ecuación de 7.3.5.

$$LA = E + (0,255) \times R \times D \quad (A2.4)$$

Para E usando el valor 9,00 de A2.3.2. Un valor de D=1,645 es usado para una especificación no crítica. Así:

$$E = 9,00 - (0,255) \times (2) \times (1,645) = 8,16 \quad (A2.5)$$

**A2.4.3** En realidad, la calidad real del producto necesitado por este receptor es 1,84 unidades mejor (10-8,16) que la que el receptor describió en A2.1.

### Anexo A3 (normativo)

#### Constantes usadas en las ecuaciones

**A3.1** La constante usada en la ecuación de 7.3.5 fue desarrollada como se muestra en los siguientes párrafos.

**A3.1.1** El LA es igual al valor especificado más un término que refleja la probabilidad de una diferencia entre el valor verdadero = E y un valor observado de una propiedad dada. Así,

$$LA = E + (\sigma D / \sqrt{N}) \quad (A3.1)$$

Donde:

$\sigma$  = Desviación estándar de la medición para el método de ensayo bajo condiciones de reproducibilidad

D = Desviación entre un valor medido y un valor verdadero para una probabilidad especificada.

N = Número de laboratorios diferentes cuyos resultados de ensayo son promediados para establecer el valor asignado al ensayo (VAE).

**A3.1.2** La definición para la reproducibilidad (3.1.9) es como sigue:

$$R = \sigma t_{95} \sqrt{2} \quad (A3.2)$$

Donde el valor  $t_{95}$  es 1.96 para la probabilidad o nivel de confianza del 95 %. Así,

$$R = \sigma (1,96)(\sqrt{2}) = 2.77 \sigma \quad (A3.3)$$

$$\text{ó } \sigma = \frac{R}{2.77} = 0,361 R \quad (A3.4)$$

**A3.1.3** Cuando el valor asignado al ensayo (VAE) es obtenido mediante promedio de dos resultados de dos laboratorios diferentes, N=2. Sustituyendo los valores de  $\sigma = 0,361R$  de A3.1.2 y N=2 en la ecuación de A3.1.1 da lo siguiente:

$$\begin{aligned} LA &= E + (0,361xRx D)\sqrt{2} \\ &= E + 0,255xRx D \end{aligned} \quad (A3.5)$$

**A3.1.4** Para las condiciones descritas en 7.3.6, el valor para D de la Figura 1 para el 95 % de confianza de aceptación de un producto que cumpla la especificación exactamente es +1,645 para una especificación máxima y -1,645 para una especificación mínima sustituyendo estos valores en la ecuación de A3.1.3 da lo siguiente para una especificación máxima:

$$\begin{aligned} LA &= E + (0,255)(+1,645)(R) \\ &= E + 0,419xR \end{aligned} \quad (A3.6)$$

y para una especificación mínima:

$$\begin{aligned} LA &= E + (0,255)(-1,645)(R) \\ &= E - 0,419x R \end{aligned} \quad (A3.7)$$

La constante 0,419 es la mostrada en el diagrama de 7.3.10.

**A3.1.5** Se enfatiza que las constantes desarrolladas para el cálculo del LA están basadas en un VAE establecido mediante el promedio de dos resultados de ensayo, cada uno de dos laboratorios diferentes. Si un resultado de un solo laboratorio es usado para determinar el límite de calidad aceptable (LCA) el valor para N es uno y la ecuación para el establecimiento del LA en correspondencia con A3.1.3 es como sigue:

$$\begin{aligned} LA &= E + \frac{(0,361R)(D)}{\sqrt{1}} \quad (A3.8) \\ &= E + 0,361x R x D \end{aligned}$$

y la ecuación para una especificación máxima en correspondencia con A3.1.4 se convierte en:

$$\begin{aligned} LA &= E + (0,361)(1,645)R \quad (A3.9) \\ &= E + 0,594 x R \end{aligned}$$

y para una especificación mínima:

$$LA = E - 0,594 x R \quad (A3.10)$$

**A3.1.6** Las ecuaciones presentadas en A3.1.5 deberían ser usadas para establecer el LA para la comparación con un resultado de un laboratorio único. Un único resultado es usualmente insuficiente para estimar el VAE de una propiedad con un alto grado de exactitud. Si el valor único observado no cumple con el LA en correspondencia con A3.1.5 se justifica el ensayo adicional y la investigación.

**Anexo A4**  
(normativo)

**Ejemplos de los prerequisites de aptitud de los laboratorios.**

**A4.1** Los datos en la Tabla A4.1 serán usados para demostrar los prerequisites de aptitud de 4.5.2 y 4.5.3. (El método en este ejemplo es el Método de Ensayo ASTM D 1319 – Porcentaje en Volumen de Saturados). En este caso, los Laboratorios A, B y C han participado todos en el mismo programa de comparaciones interlaboratorio, y han sido intercambiadas seis muestras.

**A4.2** Las desviaciones de los promedios de las muestras respectivas son calculadas para cada resultado, y el promedio y la desviación estándar de las desviaciones son calculados para cada laboratorio. Vea la Tabla A4.2.

**A4.3** Para probar la presencia de un sesgo de laboratorio estadísticamente significativo, como se requiere en 4.5.2, una prueba *t* puede ser realizada para cada laboratorio como sigue:

**A4.3.1** Calcule el error estándar de las desviaciones para el laboratorio mediante la división de la desviación estándar por la raíz cuadrada del número de comparaciones en los cuales el laboratorio ha participado. Estos son mostrados en la Tabla A4.2.

**A4.3.2** El estadígrafo *t* es la relación de la desviación promedio dividida por el error estándar para el laboratorio. Los estadígrafos *t* para la muestra están en la Tabla A4.2.

**A4.3.3** Los grados de libertad son uno menos que el número de comparaciones en las cuales el laboratorio ha participado. En el ejemplo, hay cinco grados de libertad para cada laboratorio.

**A4.3.4** Si el valor absoluto del estadígrafo *t* excede el percentil 95 de la distribución *t* de Student's con los grados de libertad apropiados, entonces existe un sesgo de laboratorio estadísticamente significativo. Los percentiles *t* apropiados son encontrados en la Tabla A4.3. Como el estadígrafo *t* absoluto para el laboratorio C, 2,71, excede el percentil *t* con 5 grados de libertad, 2,57, los resultados de este laboratorio no pueden ser usados en la determinación de un valor asignado al ensayo (VAE).

**A4.4** Las desviaciones estándar a largo plazo para cada laboratorio son estimadas a partir de los programas de control interno de la calidad. En el caso que estos datos no sean comparables, entonces los datos de programas de ensayo interlaboratorio pueden ser usados para probar la equivalencia estadística, como se requiere en 4.5.3. Una prueba *F* puede ser realizada, como sigue:

**A4.4.1** La relación *F* para comparar dos laboratorios, las desviaciones estándar de desviaciones es formada mediante la división del cuadrado de la desviación estándar mayor por el cuadrado de la menor. En nuestro ejemplo, comparando los laboratorios A y B,

$$F = 4,88^2 / 1,33^2 = 23,8 / 1,77 = 13,5$$

**A4.4.2** Si la relación *F* excede el percentil 95 de la distribución *F* con el apropiado número de grados de libertad para el numerador y para el denominador, entonces las desviaciones estándar de los dos laboratorios no son estadísticamente equivalentes. Los percentiles *F* apropiados son encontrados en la Tabla A4.4, y como la razón *F* de 13,5 excede 7,15 para el percentil 95 y

5,5 grados de libertad, nosotros concluimos que los laboratorios A y B tienen diferentes desviaciones estándar a largo plazo.

**A4.5** En el caso que dos laboratorios con desviaciones estándar a largo plazo que no son equivalentes tengan que obtener un VAE, entonces cada resultado de laboratorio será inversamente ponderado por la varianza demostrada del laboratorio. Por ejemplo, si el Laboratorio A obtuvo un resultado único de 51,1, mientras el laboratorio B obtuvo 47,8 entonces el VAE debería ser calculado como:

$$(51,1/1,33^2 + 47,8/4,88^2) / (1/1,33^2 + 1/4,88^2) = 50,9 \quad (A4.1)$$

**Tabla A4.1—Datos de las Muestras del Programa de Interlaboratoio**

Laboratorio	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6
A	53,3	61,6	54,8	44,9	57,2	62,9
B	56	61,9	52,7	39,6	57	50
C	30,9	50,8	58,5	35,1	50,4	38,2
mas labs	.....	.....	.....	.....	.....	.....
No Laboratorios	47	56	60	48	67	45
Media	53,8	59,8	55,5	44,5	56,1	60,2

**Tabla A4.2—Desviación de las Medias del Programa de Interlaboratoio**

La- bo- ra- to- rio	Mues- tra 1	Mues- tra 2	Mues- tra 3	Mues- tra 4	Mues- tra 5	Mues- tra 6	Me- dia	Desvia- ción Estándar	Error estándar	t	Grados de libertad
A	-0,5	1,8	-0,7	0,4	1,1	2,7	0,8	1,33	0,54	1,48	5
B	2,2	2,1	-2,8	-4,9	0,9	-10,2	-2,1	4,88	1,99	-1,06	5
C	-22,9	-9	3	-9,4	-5,7	-22	-11	9,93	4,05	-2,71	5

Tabla A4.3—Percentil 95 de la Distribución de t

<b>Grados de Libertad</b>	<b>t</b>
4	2,78
5	2,57
6	2,45
7	2,36
8	2,31
9	2,26
10	2,23
12	2,18
15	2,13
20	2,09
25	2,06
30	2,04
60	2,00
120	1,98

**Tabla A4.4—Percentil 95 de la Distribución F**

Nota 1- Cuando F es definido como la relación del cuadrado medio mayor al menor

Denominador Grados de libertad	Numerador, grados de libertad													
	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20	25	30	60	120
4	9,60	9,36	9,20	9,07	8,98	8,90	8,84	8,75	8,66	8,56	8,50	8,46	8,36	8,31
5	7,39	7,15	6,98	6,85	6,76	6,68	6,62	6,52	6,43	6,33	6,27	6,23	6,12	6,07
6	6,23	5,99	5,82	5,70	5,60	5,52	5,46	5,37	5,27	5,17	5,11	5,07	4,96	4,90
7	5,52	5,29	5,12	4,99	4,90	4,82	4,76	4,67	4,57	4,47	4,40	4,36	4,25	4,20
8	5,05	4,82	4,65	4,53	4,43	4,36	4,30	4,20	4,10	4,00	3,94	3,89	3,78	3,73
9	4,72	4,48	4,32	4,20	4,10	4,03	3,96	3,87	3,77	3,67	3,60	3,56	3,45	3,39
10	4,47	4,24	4,07	3,95	3,85	3,78	3,72	3,62	3,52	3,42	3,35	3,31	3,20	3,14
12	4,12	3,89	3,73	3,61	3,51	3,44	3,37	3,28	3,18	3,07	3,01	2,96	2,85	2,79
15	3,80	3,52	3,41	3,29	3,20	3,12	3,06	2,96	2,86	2,76	2,69	2,64	2,52	2,46
20	3,51	3,29	3,13	3,01	2,91	2,84	2,77	2,68	2,57	2,46	2,40	2,35	2,22	2,16
25	3,35	3,13	2,97	2,85	2,75	2,68	2,61	2,51	2,41	2,30	2,23	2,18	2,05	1,98
30	3,25	3,03	2,87	2,75	2,65	2,57	2,51	2,41	2,31	2,20	2,12	2,07	1,94	1,87
60	3,01	2,79	2,63	2,51	2,41	2,33	2,27	2,17	2,06	1,94	1,87	1,82	1,67	1,58
120	2,89	2,67	2,52	2,39	2,30	2,22	2,16	2,05	1,94	1,82	1,75	1,69	1,53	1,43