

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE QUERETARO

FACULTAD DE QUIMICA

GUIA DE ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Para obtener el título de:

Químico en Alimentos

Presenta:

Elizabeth Cárdenas Lozano

FACULTAD DE
QUIMICA



BIBLOTECA

1995

No. Adq. J50230

No. Titv: _____

Clas. TS 658.5

C 266 g

AGRADECIMIENTOS

-- Laboratorios Bioquimex

Ing. Ricardo Gameros C.

-- Facultad de Química
Universidad Autónoma de Qro.

Q.B. Ma. de los Angeles Escamilla Navarro
M. en C. Gustavo Pedraza Aboytes
Q. en A. Rafael Pérez Muñoz

-- Grupo LUAL

Ing. Alejandro Alcantara Pineda.

DEDICO ESTE TRABAJO A:

A DIOS por iluminarme, guiarme y permitirme vivir para poder realizar esta meta.

A mis PADRES por todo su amor, apoyo y consejos.

A mis HERMANOS, que me han ayudado a alcanzar mis objetivos.

A mis AMIGOS, quienes me brindaron lo mejor de si mismos.

A mis MAESTROS, que con sus enseñanzas y ejemplo, me ayudaron a lograr una carrera profesional.

A todas las personas que han estado a mi alrededor y que de una u otra manera han sido importantes para mi y me ayudaron a lograr uno más de los objetivos de mi vida.

OBJETIVO GENERAL

El objetivo de este manual es establecer la metodología necesaria para que se pueda comprobar que los procedimientos estándar de operación, así como los procesos (métodos analíticos) a los que se someten las muestras y los sistemas, instrumentos y equipos utilizados en la aplicación de estos procesos son capaces de cumplir los fines para lo que fueron diseñados.

INTRODUCCION

Ante las crecientes presiones económicas y comerciales que enfrenta nuestro país, resulta imprescindible para la planta industrial implementar su competitividad.

Esto se acentúa por dos aspectos

- 1.- Ante la contracción de nuestro mercado interno, resulta necesario para algunos sectores incursionar en mercados internacionales.
- 2.- Debido a las políticas de apertura comercial en nuestro país, algunos sectores empiezan a librar una batalla de insumos y productos internacionales en nuestro propio país. Cada vez aumenta la posibilidad para un consumidor nacional, de adquirir productos fabricados en U.S.A., Japón, China, Taiwan, Corea, Brasil, etc., en mercados y supermercados locales.

En este material se plantea un panorama general de esta metodología, tratando de mostrar su potencial de uso, así como sus principales herramientas.

El presente manual está diseñado para ayudar a toda persona que tenga que enfrentar con éxito el reto de asegurar la satisfacción del cliente, mejorando la calidad del producto y reduciendo los costos relacionados a su producción.

El manual puede ser usado de las siguientes maneras.

- 1.- Como medio para obtener un entendimiento efectivo del Aseguramiento de la Calidad.
- 2.- Como una guía de las prácticas modernas del control de calidad.
- 3.- Como una base para la obtención de los principios organizacionales (ISO-9000).
- 4.- Como una base para determinar la efectividad del método analítico.
- 5.- Como un manual de comprensión fundamental en los programas educacionales y cursos de control de calidad.
- 6.- Como una referencia para personas interesadas en el tema de Aseguramiento de la Calidad.

El manual consta de 4 capítulos.

CAPITULO 1

ISO - 9000

Varias de las organizaciones de calidad del pasado han sido tan restringidas o tan informales que no han sido en absoluto organizaciones de calidad. Y debido a los cambios estratégicos de los mercados internacionales se ha dado la creación de varias comunidades económicas que necesitan contar con un criterio común de calidad, por lo tanto es necesario que las empresas obtengan una certificación de su empresa.

Por este motivo se creó una organización oficial de alcance mundial llamada ISO-9000 (International Organization of Standardization = Organización Internacional de Estandarización), esta norma describe un conjunto básico de elementos con los que se puede desarrollar e implantar un sistema de gestión de la calidad dentro de la empresa.

Por ese motivo consideramos apropiado dar una breve introducción de este sistema de calidad, ya que se relaciona con el Aseguramiento de métodos analíticos, por que este sistema de calidad exige la certificación tanto de los equipos e instrumentos utilizados, como de los métodos analíticos empleados por la empresa.

CAPITULO 2

ASEGURAMIENTO DEL CONTROL DE CALIDAD

Está dirigido a aquellos hombres y mujeres en la industria, comercio, servicio y gobierno, quienes son responsables de la operación exitosa de una organización o parte de ella.

El campo del Aseguramiento del Control de Calidad proporciona la estructura y herramientas para administrar la calidad através de la organización, auténtica inversión, ingeniería, producción y responsabilidad humana hacia la calidad.

La meta de la industria competitiva, respecto a la calidad del producto, es proporcionar un producto o servicio en el cual su calidad haya sido diseñada, producida y conservada a un costo de producción, el cual satisfaga por entero al consumidor.

El Aseguramiento de Control de Calidad proporciona las bases fundamentales de la motivación de la calidad positiva para todos los empleados y representantes de la compañía, desde altos ejecutivos hasta el personal de servicio, todo esto con el fin de lograr una productividad bastante mejorada.

CAPITULO 3

INTRODUCCION AL CONTROL ESTADISTICO

Es muy importante conocer las bases fundamentales del control estadístico, porque cualquier trabajo puede ser hecho más fácil y mejores decisiones podrán ser tomadas.

Ya que esta guía describe un sistema de implementación del Control de Calidad Estadístico en áreas de manufactura. Dentro de una organización todos los niveles deben entender la necesidad de desarrollar el control estadístico.

La estadística conocida como ciencia de las mediciones, es una de las técnicas de mayor valor que se emplea en el Aseguramiento del Control de Calidad.

Para la comprensión del Aseguramiento de métodos analíticos, el conocimiento de sus herramientas estadísticas es de gran utilidad, por esa razón se presenta un capítulo de estadística en el presente manual.

CAPITULO 4

ASEGURAMIENTO DE METODOS ANALITICOS

Un manual donde se describe una metodología técnico-administrativa, la cual permite establecer si el método analítico es confiable para los fines que se destina.

Los métodos analíticos están fundados en la filosofía del análisis de datos.

Estos métodos son muy útiles porque son una guía de apoyo para el preestablecimiento de pruebas con muestras que rinda la máxima información con el mínimo de tiempo y de costo, este procedimiento se denomina diseño de experimentos, para determinar si se tiene alguna relación entre las variables en estudio, es decir, evaluar la correlación y una forma para establecer los análisis de tolerancia.

Aunque han estado disponibles por algún tiempo, estas técnicas analíticas son nuevas para la mayor parte de la industria. Pero satisfacen la necesidad del diseño y análisis de los datos de la calidad que anteriormente no habían sido tocados en las aplicaciones industriales del control de calidad.

INDICE

CAPITULO 1:

ISO - 9000

1.0.	ISO-9000	1
1.1.	Objetivo	1
1.2.	Historia	1
1.3.	Estandares de calidad de la serie ISO-9000	2
1.4.	Campo de aplicación	3
1.5.	Siete pasos para obtener la certificación de ISO-9000	3
1.6.	Finalidad del sistema de calidad	8
1.7.	Requisitos del sistema de calidad	9
1.8.	Control del diseño	10

CAPITULO 2:

ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

2.0.	Aseguramiento de la calidad	15
2.1.	Requisitos del sistema de calidad	17
2.2.	Productividad y aseguramiento total de calidad	18
2.3.	Muestreo para la evaluación del producto y control de línea	20
2.4.	Estándar de especificaciones y calidad	23

CAPITULO 3:

CONTROL DE CALIDAD ESTADISTICO

3.0.	Introducción al control de calidad estadístico	25
3.1.	Control de calidad por métodos estadísticos	25
3.2.	Las necesidades del control de calidad estadístico	26
- 3.2.1.	Porqué es necesario el control de calidad estadístico?	27
- 3.2.3.	Cómo se lleva este control?	27
- 3.2.4.	Dónde se utiliza?	27
- 3.2.5.	Qué debe contener?	27
- 3.2.6.	Quién lo aplica?	28
3.3.	Beneficios del control estadístico	28
- 3.3.1.	Inspección preventiva	28
- 3.3.2.	Hechos contra memoria	28
- 3.3.3.	Métodos de inspección mejorados	29
- 3.3.4.	Flujo de material mejorado	29
- 3.3.5.	Conciencia de calidad	29
- 3.3.6.	Buena voluntad del vendedor	29
- 3.3.7.	Calidad del producto mejorado	29
- 3.3.8.	Conocimiento de las posibilidades de un proceso	30
- 3.3.9.	Reducción del desecho	30
3.4.	Interpretación estadística de datos	31
3.5.	La organización de datos en distribución de frecuencias	32
- 3.5.1.	Procedimiento para elaborar la distribución de frecuencias	32
- 3.5.2.	Presentación gráfica de los datos	35
- 3.5.3.	El histograma	36
- 3.5.4.	El histograma y límites de especificación	38

- 3.5.5. Las ojivas	40
3.6. Las medidas de tendencia central	40
- 3.6.1. La media aritmética	41
- 3.6.2. Mediana	41
3.7. Las medidas de dispersión	41
- 3.7.1. Rango	42
- 3.7.2. Varianza	42
- 3.7.3. Desviación estándar	43
3.8. Distribución Normal	43
3.9. Cómo calcular Z en la tabla de t de Student	44
3.10. Límites de control	46
3.11. Gráficas de control	46
- 3.11.1. Gráficas de promedios y rangos	47
- 3.11.2. Gráficas de medias y desviaciones estándar	49
- 3.11.3. Gráficas de medianas y rangos	53
- 3.11.4. Gráficas de lecturas individuales	54

CAPITULO 4:

ASEGURAMIENTO DE METODOS ANALITICOS

4.0. Introducción	57
4.1. Objetivo del aseguramiento de métodos analíticos	57
4.2. Requisitos mínimos para el aseguramiento de métodos analíticos	57
4.3. Técnicas analíticas	57
4.4. Métodos analíticos	58
4.5. Sistemas de medición en el análisis químico cuantitativo	59

4.6.	Error de un método analítico	61
4.7.	Exactitud y repetibilidad de método	62
- 4.7.1.	Definición exactitud	62
- 4.7.2.	Determinación exactitud	62
- 4.7.3.	Criterio exactitud	63
- 4.7.4.	Definición repetibilidad	63
- 4.7.5.	Determinación repetibilidad método	63
- 4.7.6.	Criterio de repetibilidad	64
- 4.7.7.	Importancia	64
- 4.7.8.	Aplicaciones	64
- 4.7.9.	Protocolo de cálculo para evaluar exactitud al 100%	64
- 4.7.10.	Caso específico	67
- 4.7.11.	Conclusión	70
4.8.	Linealidad del sistema de medición	71
- 4.8.1.	Definición	71
- 4.8.2.	Determinación	71
- 4.8.3.	Criterios	71
- 4.8.4.	Linealidad del sistema	71
- 4.8.5.	Importancia	72
- 4.8.6.	Aplicaciones	72
- 4.8.7.	Protocolo de cálculo para evaluar la linealidad del sistema de medición	72
- 4.8.8.	Caso específico	76
- 4.8.9.	Conclusión	82

INDICE DE DIAGRAMAS

	Pág.
No. 1 Organigrama de una empresa	16
No. 2 Modelo de un muestreo	21

INDICE DE FIGURAS

No. 1 Presentación gráfica de un histograma	36
No. 2 Formas más comunes que puede adoptar un histograma	37
No. 3 Histograma y límites de especificación	39
No. 4 Histograma dentro de los límites	39
No. 5 Histograma con datos fuera de los límites	39

INDICE DE TABLAS

No. 1 Distribución de t de Student	83
No. 2 Constantes para graficas de control	84
No. 3 Tabla de F de Fisher para $F_{0.01}$	85
No. 4 Tabla de F de Fisher para $F_{0.05}$	86

1.0. ISO - 9000

Debido a los cambios estratégicos de los mercados internacionales se ha dado la creación de comunidades económicas como son el Tratado Trilateral de Libre Comercio, la Comunidad Económica Europea, etc. Las cuales necesitan contar con un criterio común de calidad.

Lo anterior hace necesario exigir a las empresas proveedoras una certificación de la calidad; ésto significa que la certificación es un pasaporte para la exportación.

La certificación de calidad habla de la certificación de las empresas no de los productos. Una forma de certificar es cumplir con las normas ISO-9000.

1.1. OBJETIVO

La presente Norma Internacional especifica los requisitos que debe cumplir un sistema de calidad aplicables cuando un contrato entre dos partes exige que se demuestre la capacidad de un suministrador para diseñar y suministrar un producto.

Los requisitos especificados en la presente Norma Internacional tienen fundamentalmente como finalidad la prevención de cualquier inconformidad relativa al producto de todas las etapas. Desde el diseño hasta el servicio postventa.

1.2. HISTORIA

ISO es una Federación de alcance mundial de cuerpos de normas nacionales (cuerpos miembros ISO). Reconocido mundialmente y oficialmente adoptado por el CEN (European Committee for Standardization) y CENELEC (European Committee for Standardization Electrothechnique) el 10 de diciembre de 1987 en 18 países europeos.

El trabajo de preparar las normas internacionales es normalmente llevada a cabo a través de los comités técnicos ISO. Cada cuerpo miembro interesado en un tema u objeto para el cual un comité técnico ha sido establecido tiene el derecho de ser representado en ese comité. Las organizaciones internacionales gubernamentales o no-gubernamentales, en liga con el ISO, también toman parte en el trabajo.

Las ediciones iniciales de normas internacionales adoptadas por los comités técnicos son circuladas a los cuerpos miembros para aprobación antes de su aceptación como normas internacionales por el consejo del ISO. Ellas son aprobadas de acuerdo con los procedimientos del ISO, requiriendo al menos 75% de aprobación de los votos de los cuerpos miembros.

1.3. ESTANDARES DE CALIDAD DE LA SERIE ISO-9000

La serie ISO-9000 es sólo un conjunto de estandares internacionales de calidad, los cuales fueron editados en 1987 y está integrada la serie ISO-9000, ISO-9001, ISO-9002, ISO-9003 e ISO-9004.

ISO-9000 Estandar para la administración y aseguramiento de la calidad, directrices para selección y uso.

ISO-9001 Sistema de la calidad. Modelo para el aseguramiento de la calidad en el diseño / desarrollo, la producción, la instalación y el servicio postventa.

ISO-9002 Sistema de la calidad. Modelo para el aseguramiento de la calidad en la producción y la instalación.

ISO-9003 Sistema de la calidad. Modelo para el aseguramiento de la calidad en la inspección y los ensayos finales.

ISO-9004 Administración de calidad y elementos de calidad, directrices generales. (Surak J.G. 1992).

Los estándares pueden ser usados para establecer y mantener un sistema de "administración de la calidad".

Los estándares pueden ser usados internamente o para satisfacer los compromisos entre el cliente-proveedor.

1.- No son especificaciones técnicas de producto (pureza, consistencia, propiedades físicas-químicas, funcionalidad, etc.).

2.- No son mandatorios (el que quiere se afilia).

3.- No es un programa de corta duración que aporte requerimientos de inversión.

4.- ISO no es el punto final de la mejora continua.

5.- La certificación de ISO no debe ser vista como el próximo programa de calidad.

6.- Proporciona los puntos principales y establece los requerimientos mínimos para un sistema de aseguramiento de la calidad.

Es lo suficientemente flexible para permitir que las distintas industrias y países logren el máximo acuerdo sobre el mínimo aseguramiento de la calidad considerado como necesario.

Esta Norma Internacional forma parte de un conjunto de tres normas internacionales sobre los sistemas de la calidad que pueden ser utilizados en el aseguramiento externo de la calidad.

Los diferentes modelos de aseguramiento de la calidad, representan tres formas distintas de "capacidad, funcional y organizativa" adecuadas para una situación contractual entre dos partes. Aplicable cuando la conformidad con los requisitos especificados ha de ser asegurada por el suministrador únicamente en la inspección y ensayos finales. Es preciso destacar que los requisitos del sistema de la calidad recogidos en esta Norma y en las ISO

9002 e ISO 9003 son complementarios y no constituyen una alternativa de los requisitos técnicos del producto o servicios especificados.

Aunque se pretende que estas Normas Internacionales sean adoptadas normalmente en la forma en que se presentan, en algunos casos puede ser necesario su adaptación a situaciones contractuales particulares. La ISO 9000 facilita indicaciones para la adaptación y la selección del modelo apropiado de aseguramiento de la calidad entre los establecidos en las ISO 9001, ISO 9002 e ISO 9003. (Jakobsen M: 1993).

1.4. CAMPO DE APLICACION:

La presente Norma Internacional se aplica en situaciones contractuales cuando:

- 1.- El contrato requiere de manera concreta un formato de los requisitos del producto para exponer claramente sus especificaciones de calidad.
- 2.- La confianza de la obtención de un producto conforme puede conseguirse mediante una adecuada demostración de la capacidad del suministrador en el diseño, la producción, la instalación y el servicio.

NOTA: El término "producto" utilizado en esta Norma Internacional debe entenderse que abarca, en su caso, un "servicio" (Emmott J. 1992).

1.5. SIETE PASOS PARA OBTENER LA CERTIFICACION DE ISO-9000

- 1.- Prepare su manual de calidad según los requisitos de ISO.
- 2.- Prepare los planes de calidad para cada línea de productos.
- 3.- Establezca un sistema para el control de documentos.
- 4.- Prepare los procedimientos para cada proceso.
- 5.- Implemente los procedimientos nuevos y revisados.
- 6.- Conduzca a las auditorías internas en todos los niveles.
- 7.- Corrija las debilidades y verifique las mejoras.

PASO 1.- EL MANUAL DE CALIDAD.

Todos los elementos, requisitos y medios que adopte la empresa para su sistema de gestión de la calidad se establecerán por escrito, de manera ordenada y sistemática. Tal documentación deberá asegurar que la política de la calidad y los procedimientos establecidos (programas, planes, manuales, registros, etc.) pueden ser entendidos por la totalidad de los interesados.

El sistema deberá incluir los medios y las reglas adecuadas para la identificación, la distribución, el archivo y la conservación de todos los documentos y registros de la calidad.

- a) Cree un nuevo manual o altere el viejo.
- b) Use el formato ISO para facilitar la comparación y la revisión.
- c) Asigne responsabilidad a cada sección del área involucrada.
- d) Prepare un borrador y auditar el estado actual.
- e) Use el esquema final como plan y guía para la implementación.

PASO 2.- PLANES DE CALIDAD.

a) Prepare un plan de calidad para cada línea de producto o de servicio. Estos planes de calidad son para proyectos relativos a nuevos productos, servicios o procesos, la dirección preparará, cuando sea apropiado, planes escritos de la calidad, coherentes con todos los otros requisitos del sistema de gestión de la calidad de la empresa. Los planes de la calidad definirán:

Los objetivos de la calidad que deben alcanzarse.

La designación específica de autoridad y responsabilidad en las diferentes fases del proyecto y/o proceso productivo.

Los métodos, procedimientos específicos o instrucciones de trabajo que deben aplicarse.

Los programas adecuados de inspección, ensayo, verificación y auditorías que deben aplicarse en las etapas apropiadas (por ejemplo durante el proyecto y su desarrollo).

La metodología para los cambios y modificaciones al propio plan de la calidad, según lo requiere el proyecto.

- b) Use un gráfico de flujo como estructura para su plan.
- c) Liste cada proceso de acuerdo a su número de procedimiento.
- d) Muestre todos los puntos y especificaciones de la inspección y prueba.
- e) Defina todos los medios para el trabajo y la verificación.

PASO 3.- CONTROL DEL DOCUMENTO.

a) Establezca un centro de control de documentos. El sistema de gestión de la calidad deberá establecer y mantener al día la forma de identificar, coleccionar, catalogar, archivar, conservar y permitir la disponibilidad de los informes y de la documentación

relacionada con la calidad. Se debe permitir el acceso de los clientes y de los suministradores a los informes.

También deben establecerse los procedimientos para cambiar y modificar los distintos tipos de documentos. El sistema deberá establecer que se dispone de la suficiente información que permita constatar que se ha conseguido la calidad del producto requerido y el funcionamiento eficaz del sistema de gestión de la calidad se debe incluir la documentación de los subcontratistas que se juzgue oportuna. Toda la documentación debe ser legible, estar fechada (incluyendo las fechas de revisión), limpia, de fácil identificación y conservada de una manera ordenada. La documentación puede estar escrita o almacenada en ordenador.

- b) Establezca el sistema para la numeración, registro y distribución de los documentos.
- c) Determine los ciclos de revisión y aprobación.
- d) Entrene a todos en el nuevo sistema.
- e) Monitoree todas las áreas para ubicar documentos no controlados.

PASO 4.- PREPARE LOS PROCEDIMIENTOS.

El sistema de la calidad deberá organizarse de tal manera que se ejerza un adecuado y continuo control sobre todas las actividades que afecten a la calidad. El sistema implantado por la dirección deberá prestar especial atención a las acciones preventivas que eviten la aparición de incidencias, al mismo tiempo que se compromete a responder de los fallos que se produzcan y a corregirlos. Para cumplir con los objetivos y la política de calidad de la empresa se deberán desarrollar, poner por escrito y mantener actualizados los procedimientos operativos que coordinen las diferentes actividades de un sistema eficaz de la calidad.

Estos procedimientos establecerán los objetivos y actuaciones de las diversas actividades que afecten a la calidad, por ejemplo el proyecto, las compras, la fabricación o las ventas.

- a) Determine los procedimientos que necesita y asigne los números.
- b) Cada área del proceso funciona de acuerdo a sus propios procedimientos.
- c) Utilice el trabajo en equipo para desarrollar procedimientos eficaces.
- d) Pruebe cada procedimiento antes de convertirlo en el final.
- e) Presente todos los procedimientos completos a su centro de control de documentos.

PASO 5.- IMPLEMENTAR LOS PROCEDIMIENTOS.

- a) Al dar a conocer cada nuevo procedimiento, realice una sesión de entrenamiento, dada por personal competente.

- b) Prepárese para hacer cambios al irse desarrollando el sistema.
- c) Controle cuidadosamente la conformidad con las normas ya que los resultados dependen de la uniformidad.
- d) Compare los resultados con los datos básico previos.
- e) Haga ajustes según sea necesario para organizar el sistema.

PASO 6.- AUDITORIAS INTERNAS.

Todos los elementos, aspectos y componentes del sistema de la calidad deberán ser internamente auditados y evaluados de acuerdo con unas bases establecidas. Las auditorías tienen por objeto determinar si los diversos elementos del sistema satisfacen realmente los objetivos de la calidad definidos. A este fin, la dirección de la empresa establecerá un plan adecuado de auditorías.

El plan de la auditoría cubrirá los siguientes aspectos:

Actividades y áreas específicas que deben ser auditadas.

Cualificación del personal que lleve a cabo las auditorías.

Bases para la realización de las auditorías (cambios organizativos, deficiencias observadas, comprobaciones y supervisiones rutinarias).

Procedimientos para informar de los resultados de la auditoría, las conclusiones y las recomendaciones.

Las evaluaciones objetivas del sistema de la calidad, realizados por personal competente, deberán incluir las siguientes actividades o áreas:

Estructura organizativa; procedimientos administrativos y de actuación; recursos en personal, equipos y material; áreas de trabajo, operaciones y procesos; elementos que se están produciendo (para establecer el grado de conformidad con las normas o especificaciones); documentación, registros y archivos.

El personal que lleva a efecto las auditorías del sistema de la calidad serán independiente de las actividades o de las áreas específicas auditadas.

Los resultados, conclusiones y recomendaciones derivadas de la realización de la auditoría serán remitidos en forma escrita, para su consideración, a los miembros adecuados de la dirección de la empresa.

En la documentación y seguimiento de las auditorías deberá incluirse lo siguiente: documentos sobre ejemplos concretos de incumplimientos o deficiencias encontradas, indicándose las posibles causas o razones de cada una de ellas.

Acciones correctivas que se sugieran para eliminar las deficiencias encontradas.

La implantación y efectividad de las acciones correctivas ya sugeridas como consecuencia de anteriores auditorías.

- a) Establezca una auditoría para cada área con el fin de controlar los nuevos procedimientos.
- b) Haga una auditoría de cada operación guiándose según los procedimientos.
- c) Haga de la auditoría una oportunidad para aprender, no una acción policial.
- d) Dé a conocer los resultados a todo el grupo no sólo a la administración.
- e) Realice un seguimiento en las áreas débiles.

PASO 7.- CORREGIR LAS DEBILIDADES.

- a) Analice cada una de las áreas débiles para determinar la causa real.
- b) Defina las acciones preventivas que son permanentes y efectivas.
- c) Implemente las acciones correctivas y mida los resultados.
- d) Controle nuevamente el área para ver si cumple con los estándares y procedimientos.
- e) Celebre el éxito y trasládese a la siguiente área. (Linnell E.R. 1992)

1.6. FINALIDAD DEL SISTEMA DE CALIDAD

1.- OBJETIVO DEL SISTEMA DE CALIDAD:

- a) Prevenir riesgos
- b) Detectar desviaciones
- c) Corregir fallas
- d) Mejorar la eficiencia
- e) Reducción de costos

2.- ALCANCE DEL SISTEMA DE CALIDAD:

- a) Satisfacción del cliente
- b) Calidad a todos los niveles de la empresa
- c) Buena comunicación
- d) Hacerlo bien, a la primera

3.- REQUISITOS DEL SISTEMA DE CALIDAD:

- a) Establecer normas y/o especificaciones para el sistema de calidad.
- b) Apoyo por la alta dirección de la empresa.
- c) Desarrollo e implantación del sistema de calidad.
- d) Seguimiento de la implantación del sistema de calidad.
- e) Mejora del sistema de calidad.
- f) Reconocimiento nacional e internacional del sistema de calidad.

1.7. REQUISITOS DEL SISTEMA DE CALIDAD

1.- RESPONSABILIDAD DE LA DIRECCION

a) POLITICA DE LA CALIDAD:

La dirección del suministrador deberá definir y poner por escrito su política, sus objetivos y su compromiso en materia de calidad.

El suministrador deberá asegurarse de que esta política es entendida, aplicada y mantenida al día por todos los niveles de la organización.

b) ORGANIZACION:

Responsabilidades y autoridad. Deberán definirse las responsabilidades, la autoridad y las relaciones entre todo el que dirige, realiza y verifica cualquier trabajo que incida en la calidad y en particular, en aquellos casos en que se precisa de libertad y autoridad organizativa para:

Iniciar acciones para prevenir la aparición de no conformidades relativas al producto.

Identificar y registrar cualquier problema de la calidad de los productos.

Iniciar, recomendar o aportar soluciones a través de los canales establecidos.

Comprobar que se ponen en práctica las soluciones.

Controlar el tratamiento, la entrega o la instalación de un producto no conforme hasta que se haya corregido la deficiencia o la situación insatisfactoria.

MEDIOS Y PERSONAL PARA LAS VERIFICACIONES:

El suministrador deberá identificar las necesidades internas de materia de verificación, prever los medios adecuados y asignar personal adiestrado para realizar las actividades de verificación. Estas actividades de verificación deberán incluir la inspección, el ensayo y el

seguimiento de los procesos y/o del producto en las etapas del diseño, de la producción, de la instalación y del servicio postventa; las revisiones del diseño y las auditorías del sistema de la calidad de los procesos y/o del producto, deberán llevarse a cabo por el personal independiente del que tiene la responsabilidad directa de las tareas realizadas

REPRESENTANTE DE LA DIRECCION:

El suministrador deberá designar un representante de la dirección que, con independencia de otras responsabilidades, tenga definida la autoridad y la responsabilidad para asegurar que se ponen en práctica permanentemente los requisitos de esta Norma Internacional.

REVISIONES POR LA DIRECCION:

El sistema de la calidad adopta para satisfacer los requisitos de esta Norma Internacional, deberá examinarse a intervalos apropiados por la dirección del suministrador con el fin de asegurar que mantiene constantemente su eficacia y su adecuación.

Cada una de estas revisiones deberá registrarse y archivarse.

1.8. CONTROL DE DISEÑO.

GENERALIDADES:

El suministrador deberá establecer y mantener al día los procedimientos para controlar y verificar el diseño del producto, con el fin de asegurar que se cumplan todos los requisitos especificados.

1.- PLANIFICACION DEL DISEÑO:

El suministrador deberá elaborar los planes que señalen la responsabilidad en cada actividad del desarrollo del diseño. Estos planes deberán describir o referenciar estas actividades y serán puestos al día a medida que evoluciona el diseño.

2.- ASIGNACION DE ACTIVIDADES:

Las actividades del diseño y de su verificación deberán planificarse y asignarse a un personal debidamente calificado y dotado de los medios adecuados.

3.- RELACIONES ORGANICAS Y TECNICAS:

Deberán definirse las relaciones orgánicas y técnicas entre los distintos grupos y poner por

4.- DATOS DE PARTIDA DEL DISEÑO:

Deberán establecerse documentalmente los requisitos de partida del diseño relacionados con el producto; el suministrador debe revisar que estos requisitos serán adecuados.

5.- PRODUCTOS SUMINISTRADOS POR EL CLIENTE:

El suministrador deberá establecer y mantener al día los procedimientos para la verificación, almacenamiento y mantenimiento de los productos suministrados por el cliente para incorporarlos a los suministros. Se deberá informar por escrito al cliente y archivar este informe de cualquier producto perdido, dañado o inutilizado o cualquier otra circunstancia que lo haga inaplicable.

6.- IDENTIFICACION Y TRAZABILIDAD DEL PRODUCTO:

Cuando se estime oportuno, el suministrador debe establecer y mantener al día los procedimientos que permitan identificar el producto a partir de los planos, de las especificaciones o de otros documentos aplicables, durante todas las etapas de la fabricación, la entrega y la instalación. Los requisitos incompletos, ambiguos o conflictivos deberán resolverse con los responsables de establecerlos.

7.- DATOS FINALES DEL DISEÑO:

Los datos finales del diseño deberán ponerse por escrito y expresarse en forma de requisitos, de cálculos y de análisis. Los datos finales del diseño deberán:

- a) Satisfacer los requisitos de los datos de partida del diseño.
- b) Contener o hacer referencia a los requisitos especificados.
- c) Satisfacer las disposiciones reglamentarias aplicables, tanto si han sido explicitadas, como si no, en la información de partida.
- d) Determinar qué características del diseño son críticas para que el producto funcione correctamente y con seguridad.

8.- VERIFICACION DEL DISEÑO:

El suministrador deberá preparar, establecer, documentar y asignar a un personal competente, las funciones de verificación del diseño.

La verificación deberá establecer que los datos finales del diseño satisfacen los requisitos de los datos de partida mediante medidas de control del diseño.

9.- MODIFICACIONES DEL DISEÑO:

El suministrador deberá establecer y mantener al día los procedimientos para la identificación, la documentación, las revisiones y aprobaciones adecuadas de todos los cambios y modificaciones del diseño.

10.- INSPECCION Y ENSAYO DE RECEPCION:

El suministrador deberá asegurarse de que los productos recibidos no serán utilizados o procesados hasta que hayan sido inspeccionados o se haya verificado de alguna otra forma

que cumplan los requisitos especificados. Esta verificación se llevará a cabo de acuerdo a lo establecido en el plan de la calidad o en los procedimientos escritos.

Si por razones de urgencia se pone en circulación un producto sin haber realizado la verificación indicada se deberá marcar y registrar de modo que sea posible recuperarlo inmediatamente y reemplazarlo en caso de no conformidad con los requisitos especificados.

11.- INSPECCION Y ENSAYOS DURANTE LA FABRICACION:

El suministrador deberá:

- a) Inspeccionar, ensayar e identificar los productos tal como se establece en el plan de la calidad o en los procedimientos escritos.
- b) Establecer la conformidad de los productos con los requisitos especificados utilizando métodos de control y supervisión del proceso.
- c) Conservar los productos hasta que se hayan completado las inspecciones y ensayos requeridos o hasta que se hayan recibido y verificado los informes necesarios, excepto cuando el producto se haya puesto en circulación siguiendo los procedimientos formales de recuperación.

12.- INSPECCION Y ENSAYOS FINALES:

El plan de la calidad o de los procedimientos escritos establecidos para la inspección y ensayos finales, deberán exigir que se hayan realizado todas las inspecciones y ensayos determinados, comprendiendo los especificados tanto para la recepción del producto como durante la fabricación, y que los datos satisfagan los requisitos establecidos.

El suministrador deberá realizar todas las inspecciones y los ensayos finales de acuerdo con lo previsto en el plan de la calidad o en los procedimientos escritos, para probar la conformidad del producto final con los requisitos estipulados. No se deberá autorizar la salida de ningún producto hasta que se hayan realizado satisfactoriamente todas las acciones especificadas en el plan de calidad o en los procedimientos escritos y hasta que la documentación y los datos derivados de estas acciones estén disponibles y sean autorizados.

Registros de inspección y ensayo, el suministrador deberá establecer y conservar los registros que prueben que los productos han superado satisfactoriamente las inspecciones y/o ensayos con los criterios de aceptación establecidos.

13.- CONTROL DE LOS EQUIPOS DE INSPECCION, MEDICION Y ENSAYO:

Para demostrar la conformidad de los productos con los requisitos establecidos, el suministrador deberá controlar, calibrar y realizar el mantenimiento de los equipos de inspección, medición y ensayo propios o facilitados por el cliente.

Debe conocerse la incertidumbre de medida de los aparatos utilizados y que ésta es compatible con la precisión requerida para las mediciones que deben realizarse. El suministrador deberá:

- a) Determinar que mediciones deben realizarse, la precisión de las mismas y los equipos adecuados de inspección, medición y ensayo.
- b) Identificar todos los equipos y dispositivos de inspección, medición y ensayo que puedan afectar a la calidad del producto y calibrarlos y ajustarlos a intervalos establecidos o antes de su utilización. La calibración se realizará por medio de instituciones certificadas.
- c) Establecer y mantener al día los procedimientos de calibración; éstos deben incluir los datos necesarios sobre: el tipo de equipo, su número de identificación localización, frecuencia y método de las verificaciones de criterios de aceptación y acciones que deben tomarse cuando los resultados no sean satisfactorios.
- d) Asegurar que los equipos de inspección, medición y ensayo tienen la exactitud y la precisión necesarias.
- e) Identificar los equipos de precisión, medición y ensayo con la marca apropiada o registro de identificación aprobado que indique su estado de calibración.
- f) Mantener vigentes los registros de calibración de los equipos de medición, precisión y ensayo.
- g) Evaluar y documentar la validez de los resultados obtenidos con anterioridad con los equipos de inspección, medición o ensayo que se compruebe estén fuera de calibración.
- h) Asegurar que las calibraciones, inspecciones, mediciones y ensayos se realizan en condiciones adecuadas, de acuerdo a nuestras necesidades.
- i) Asegurar que la manipulación, la protección y el almacenamiento de los equipos de inspección, medición y ensayo, no alteran su precisión para el uso.
- j) Proteger los medios de inspección, medición y ensayo incluyendo los elementos y los programas informáticos utilizados en los ensayos contra desajustes que invaliden las calibraciones realizadas.

Cuando un elemento (Calibres, tamices, plantillas, patrones, modelos, etc..) o un programa informático se utiliza como una forma adecuada de inspección, deberá comprobarse que es apto para verificar la aceptabilidad del producto antes de que sea utilizado para la producción y la instalación, además, estos dispositivos deben revisarse con una periodicidad preestablecida, el suministrador deberá establecer la amplitud y frecuencia de tales revisiones y tener al día los registros correspondientes como prueba de que se han realizado. El fundamento de los procedimientos utilizados para realizar las mediciones deberá estar disponible, cuando lo requiera el cliente, o su representante, para verificar que estos procedimientos son adecuados.

15.- ESTADO DE INSPECCION Y ENSAYO:

Deberá señalizarse en que estado de inspección y ensayo se encuentran los productos mediante marcas, estampillas autorizadas, etiquetas, hojas de ruta, registros de inspección, registros de ordenador, zonas señalizadas o cualquier medio adecuado que indique la conformidad o no conformidad de los productos, derivada de las inspecciones o ensayos realizados.

Durante todas las etapas de la producción y de la instalación deberá mantenerse esta señalización que indica en que estado se encuentran los productos en relación con su inspección y ensayo, de forma que se tenga la seguridad de que sólo se expiden, utilizan o instalan productos que han superado las inspecciones y ensayos previstos. (Bureau Veritas, 1992)

2.0. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

El presente manual se realizó con la finalidad de dar información adecuada acerca de la calidad de todos los productos, de acuerdo a lo exigido hoy en día por las autoridades sanitarias, utilizando métodos analíticos confiables, los cuales nos sirven como métodos de prueba en una serie de determinaciones presentes en la norma de nuestros productos. En el manual se describe una metodología técnico-administrativa, la cual permite establecer si el método analítico es confiable para los fines que se destina.

En el manual se presenta su objetivo, la terminología empleada, los alcances, la estructura organizacional para cumplir con el objetivo y alcances planteados, los procedimientos asociados a esta estructura, los documentos relacionados a los procedimientos, el formulario a utilizar dentro de los procedimientos y la bibliografía que lo apoya.

El aseguramiento de calidad en la industria es un requisito indispensable de aliciente al consumidor. Aseguramiento total significa que los procesos y productos son aceptables y en conformidad con los requerimientos de calidad. Este aseguramiento de calidad debe comenzar con niveles de alta administración, apoyando el concepto de calidad y tomándose el tiempo necesario para explicar a todo el personal la necesidad de controlar la calidad del producto.

El aseguramiento de calidad debe proveer la mejora en las instrucciones de trabajo para todos los empleados y las personas involucradas con el sistema, ya que pudieran desconocer las técnicas de trabajo verdaderamente efectivas. Lo más importante para una empresa es el manejo de calidad en la producción, la gerencia debe tomarse su tiempo para proporcionar entrenamiento a todo el personal en el concepto de aplicación de técnicas estadísticas a la línea de producción que maneja con el fin de ayudar a resolver los problemas de producción y para obtener productos de calidad.

Aseguramiento de calidad es un término moderno utilizado para describir la evaluación y verificación del sistema, para el proceso de los productos. Su función primaria es la de proveer confianza desde la dirección hasta el cliente.

La empresa está en el negocio de fabricar productos proyectados para la venta al consumidor, en dicho negocio, se espera por supuesto tener ganancias, la palabra clave es el consumidor, a quien se debe satisfacer y es quien al final, establece el nivel de calidad del producto que la empresa debe fabricar. El consumidor es la guía de la empresa hacia la calidad, fundamentando sus especificaciones y requerimientos de la marca. Ya que una vez satisfechas sus necesidades se convierte en cliente de la empresa.

Solamente a través de un programa planeado de abastecimiento de los productos solicitados por el cliente, la empresa podrá continuar desarrollándose. Y mantenerse en el mercado con las ganancias correspondientes.

La primera parte del programa de aseguramiento de calidad se edifica alrededor del control de calidad, lo que significa reglamentar algunos patrones asociados generalmente con la línea de producción, como son procesos y operaciones específicas, ésto dará

herramientas al trabajador de producción y le ayudará a fabricar el producto de acuerdo con los parámetros predeterminados para cualquier nivel de calidad.

La evaluación de calidad es la segunda parte de cualquier operación de aseguramiento de calidad, es el término moderno usado para describir o apreciar el valor de un producto. Esto generalmente significa tomar las medidas de calidad del producto en el laboratorio incluyendo la evaluación de todos los materiales, productos en proceso y/o productos terminados. Una tercera parte del programa de aseguramiento de calidad es revisar o verificar y examinar los productos y aún los procesos más allá del tiempo establecido, el cual es usado frecuentemente por las compañías que cuentan con múltiples plantas y deberá ser parte de cualquier programa de aseguramiento de calidad el verificar los productos en el almacén, en distribución y/o con producto de competidores en el lugar de mercado. (Tuley, 1991)

La relación entre el departamento de aseguramiento de calidad con el resto de los departamentos operativos en una típica compañía se muestra en el diagrama No. 1, el punto importante a resaltar en esta gráfica son las líneas de comunicación entre los departamentos y la Gerencia. Solamente trabajando en conjunto, la compañía puede progresar, el departamento clave para la realización de este propósito es de aseguramiento de calidad, quien debe de trabajar através de todas las líneas de departamentos, contribuyendo con su trabajo al crecimiento continuo de la compañía.

El personal de aseguramiento de la calidad debe tomar la iniciativa de comunicar a los respectivos departamentos, así como entrenar al departamento de producción para el control y garantía del producto.

ORGANIGRAMA DE UNA EMPRESA

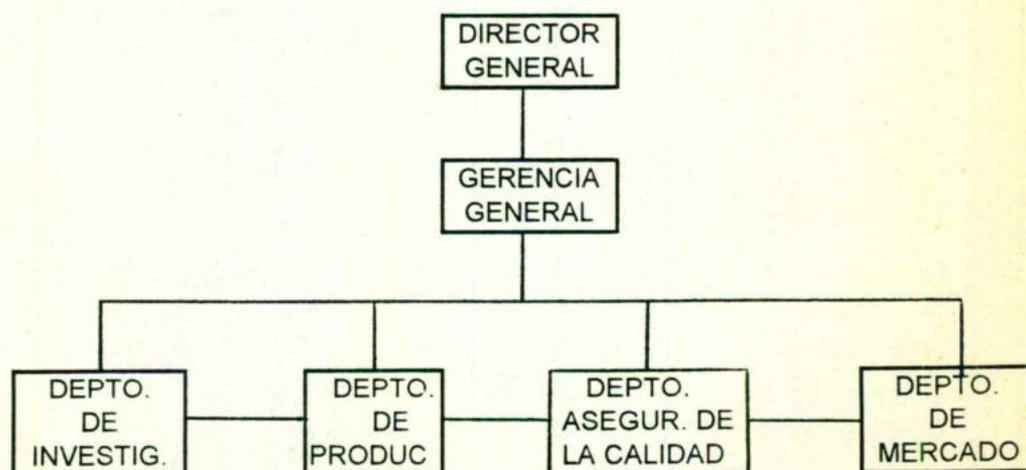


Diagrama No. 1

(Gould W.R. and Gould W.A., 1988)

2.1. REQUISITOS DEL SISTEMA DE CALIDAD

RESPONSABILIDAD DE LA DIRECCION

1.- POLITICA DE CALIDAD

El primer requerimiento para el establecimiento del sistema de aseguramiento de calidad es el director del programa de aseguramiento de calidad. La función o trabajo del director de planta consiste en dar consistencia y continuidad a la organización. El es el responsable de ver que sea un futuro firme, que el producto producido sea de la más alta calidad y al menor costo posible.

El director deberá definir y poner por escrito su política, sus objetivos y su compromiso en materia de calidad. El director deberá asegurarse de que esta política es entendida, aplicada y mantenida al día por todos los niveles de la organización.

2.- ORGANIZACION

Deberán definirse las responsabilidades, la autoridad y las relaciones entre todo el que dirige, realiza y verifica cualquier trabajo que incida en la calidad y en particular, en aquellos casos en que se precisa de libertad y autoridad organizativa para:

- a) Iniciar acciones para prevenir la aparición de no conformidades relativas al producto.
- b) Identificar y registrar cualquier problema de la calidad de los productos.
- c) Iniciar, recomendar o aportar soluciones a través de los canales establecidos.
- d) Comprobar que se ponen en práctica las soluciones.
- e) Controlar el tratamiento, la entrega o la instalación de un producto no conforme hasta que se haya corregido la deficiencia o la situación insatisfactoria.

EL SUPERVISOR

La llave para asegurar el éxito del círculo de calidad y la motivación de cada empleado radica en el supervisor, un buen supervisor necesita constante entrenamiento en relaciones humanas. Este entrenamiento deberá incluir un patrón establecido de incentivos, disciplina, adiestramiento sobre como solucionar quejas y enseñar a los demás a solucionarlas, además se requiere tener estudios en análisis de costos, principios de liderazgo, dirección, motivación y comunicación.

Un buen supervisor practica con el buen ejemplo, se muestra entusiasta, siempre ordenado y limpio, distribuye el trabajo y se interesa en su gente, sabe escuchar, siempre respetuoso y cortés, pero sobre todo hombre de mucha decisión.

El supervisor está entre la alta gerencia y el trabajador, es él quien tiene el contacto directo con cada empleado bajo su supervisión. Para los empleados, el supervisor es un Gerente, por lo tanto, el estado de ánimo del supervisor afecta el estado de ánimo del trabajo.

La filosofía en general, considerando la opinión y el pensamiento actual de una gran parte de las compañías que han sido exitosamente dirigidas, radica en el cambio que se está llevando a cabo entre los técnicos sobre aseguramiento del control de calidad y su laboratorio, a la línea del empleado, que ejerce con alto sentido de la responsabilidad su trabajo para producir bienes de calidad eficientemente.

El técnico es todavía una parte integral en el plan de la compañía para asegurar la calidad del producto, pero la actitud ha cambiado porque ahora el empleado comprende lo que significa estándares de calidad, sabe que su trabajo depende de la producción eficiente de productos de calidad y está conciente de que el laboratorio será en donde se evalúe y revise el trabajo que él está realizando.

En resumen, la operación efectiva de una planta incluye la obtención de gente preparada a quien se le debe dar el entrenamiento adecuado para ayudarlo a realizar lo que se espera de ella.

La persona indicada para la posición debe ser elegida correctamente através de comunicación apropiada para conocer su desempeño y disponibilidad para contribuir al éxito de la compañía. Los gerentes, incluyendo al supervisor deben colaborar con el personal para ayudarlos a que logren progresar, así como mantener al personal conciente de la responsabilidad de su trabajo, todos aquellos que se desempeñen más allá de lo esperado, deberán ser remunerados proporcionalmente. Lo más importante es que cada organización efectiva tenga un buen Gerente quien deberá planear cuidadosamente el trabajo através de su supervisor y a su vez éste con los trabajadores. Un buen gerente dirige el sistema, coordinando todas las actividades y ejerce el control para generar productos de calidad eficientemente. El Gerente es la llave para el futuro exitoso de cualquier compañía. (Gould W.R. and Gould W.A. 1988)

2.2. PRODUCTIVIDAD Y ASEGURAMIENTO TOTAL DE CALIDAD

Productividad es la llave para el futuro de una empresa, siendo las personas las que laboran en ella, En nuestros días a la gente se le debe dar más que un salario y beneficios con el fin de que sean productivos, lo que ellos desean es realización y desarrollo en el trabajo, quieren tener voz en las decisiones de procesos de producción de los productos en los cuales ellos están involucrados.

En muchos casos necesitan ayuda y se les debe dar a fin de resolver las asignaturas y actividades de su trabajo, requieren de conocimientos de lo que se requiere hacer y cómo hacerlo y, en cierta forma, para que es elaborado el producto. Requieren de entrenamiento en métodos estadísticos, conceptos de aseguramiento de calidad y medición, políticas de calidad y prevención de defecto, se les debe integrar al sistema. Stein describe las necesidades de la gente en su manual titulado "Calidad de vida en el trabajo" y enlista los siguientes elementos que conducen a la calidad de vida en el trabajo:

- 1.- Autonomía que significa en cierta forma libertad razonable de acción en el trabajo.
- 2.- Reconocimiento de que se le está considerando como individuo y contribuyente evidente por compañeros y supervisores.

- 3.- Pertener, tener metas y valores compartidos.
- 4.- Progreso, desarrollo y sentido de responsabilidad.
- 5.- Condiciones y remuneraciones externas más allá del salario como pudiera ser promoción, un mejor rango o cualquier otro tipo de beneficios visibles.
- 6.- Condiciones decentes de trabajo.
- 7.- Dignidad que quiere decir tratado con respeto.
- 8.- Involucramiento y formar parte del equipo de trabajo.

La calidad de vida en el trabajo nos lleva a la motivación que redundará en una mayor producción y lo mejor de todo es que se logra organización de la fuerza de trabajo. (Whittaker N.R. 1993)

La gente quiere crecer y demostrar progreso porque sin crecimiento, la gente se siente estancada, pierde el entusiasmo y toma actitudes de negligencia. A la gente le gusta verse involucrada en la solución de los problemas y demostrar el compromiso que tiene con la empresa y al producto que elabora, les gusta que se les asigne responsabilidades y se siente orgulloso de lo que se puede realizar. Una de las formas de ayudar a la gente a involucrarse en su trabajo es la de trabajar en equipos.

Cuando en ocasiones los problemas surgen con la gente en cualquier ambiente de trabajo, es muy importante que el supervisor y el director de personal conozcan como manejarlos. A continuación enlistamos algunos puntos sugeridos para el manejo de problemas con el personal:

- 1.- Reúna los hechos, reviselos, trate de establecer las reglas y derechos que se deban aplicar. Platique con los individuos involucrados, considerando opiniones e impresiones diferentes para reunir toda la historia del caso.
- 2.- Considere todas las evidencias y tome una decisión preliminar basada en los hechos y no tomen en cuenta los rumores. La decisión deberá basarse en las prácticas y políticas del grupo individual de trabajo y la relación de los mismos compañeros.
- 3.- Tome acciones y dé seguimiento a los resultados. Esté pendiente de cualquier cambio de actitudes o relación de trabajo y salida del producto.
- 4.- Documente el manejo del problema y las acciones tomadas por medio de un reporte por escrito. (Gould W.R. and Gould W.A., 1988)

inmediatamente precedentes. Con el fin de proporcionar una mayor probabilidad de aceptación de lotes de una calidad relativamente alta.

Los procedimientos para la aceptación de los productos de muestreo son generalmente utilizados para tomar la decisión si se debe aceptar o rechazar los lotes de productos ya procesados, opuestos al control de las especificaciones usadas durante la manufactura de los mismos.

El muestreo es el mayor factor limitante para el control exitoso de un producto de calidad. ¿Cuántas muestras habrán de seleccionarse?, ¿De dónde obtenerlas?, ¿Cuántas de éstas evaluar?. Estas son algunas de las preguntas que deben ser contestadas. Brevemente se establece que las muestras deben ser representativas de un lote de las mercancías en cuestión y que deben ser seleccionadas al azar. El punto a enfatizar es que una muestra insignificante e inadecuada no sirve para evaluación o inspección de la calidad de un producto si es que se intenta identificar la verdadera calidad de un lote.

El modelo típico utilizado en estos casos es el siguiente:

MODELO DE UN MUESTREO

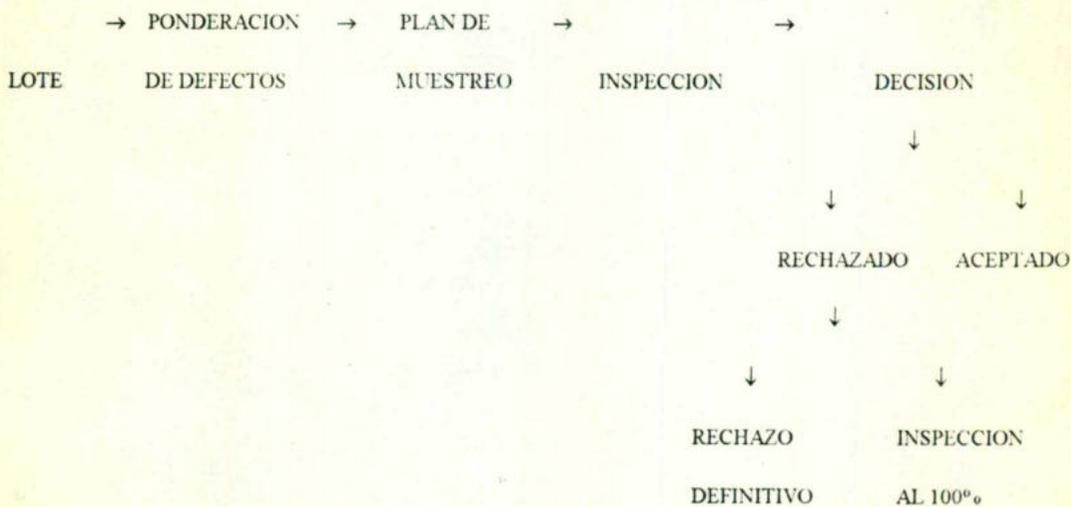


Diagrama No. 2

(Gould W.R. and Gould W.A., 1988)

Antes de establecer cualquier plan de muestreo el usuario debe definir el tipo y severidad del defecto, así como las pruebas utilizadas para medir la calidad. El lote es aceptado si los defectivos no exceden el número de errores aceptables. El lote es rechazado si los defectivos exceden el número de errores aceptables.

Existen errores de muestreo y/o riesgos, esto es, tipos de errores asociados con la decisión a tomar. Probablemente la ayuda más valiosa en la selección de cualquier plan de muestreo es la característica de curva operacional, ésta nos permite evaluar la operación del plan de

muestreo bajo las condiciones variadas de los materiales que llegan y de los bienes producidos. Es un método excelente de ilustrar los riesgos inherentes en todas las plantas donde se lleve a cabo el muestreo.

La curva operacional depende de dos parámetros que son: El porciento de defectivos y la probabilidad de aceptación. El nivel aceptable de calidad es el nivel de calidad que se desea acepte el plan en un alto porcentaje de tiempo. Esto generalmente lo establece la compañía de acuerdo a las políticas para balancear el costo.

- 1.- Corrección de unidad defectuosa encontrada.
- 2.- Pérdida en la que se incurre si una unidad defectuosa sale y,
- 3.- El contrato de compra.

Para hacer una curva operacional o plan más apegado a las necesidades de la empresa, el número de defectivos puede ser aumentado para ayudar al productor a tener una mayor aceptación del lote. Por otra parte si el consumidor desea un plan más conciso, el número de inspección de muestras aceptadas puede ser aumentado. Si se desea cambiar ambas, tanto como los riesgos lo permitan, aumente proporcionalmente el número de muestras con el número de éstas a aceptar. La curva operacional es más excesiva y el plan se torna discriminatorio. El índice utilizado para definir la calidad deberá reflejar las necesidades del consumidor y el productor y no deben ser elegidos primordialmente por conveniencia estadística. Los riesgos del muestreo deberán ser conocidos en forma cualitativa, el productor debe protegerse adecuadamente contra el rechazo de un lote en buenas condiciones y el consumidor deberá estar protegido contra la aceptación de un lote en malas condiciones. El plan debe minimizar el costo total de la inspección de todos los productos, ésto requiere una evaluación cuidadosa de los pros y los contras de los atributos y variabilidad de los planes, ya sean únicos, dobles o múltiples.

Los programas deberán ser más flexibles y reflejar cambios en el tamaño del lote y la calidad de los productos sometidos a otro tipo de pruebas.

Las ventajas de un plan de muestreo son las siguientes:

- a) Ahorro en costos lo que significa ahorro económico en la inspección de las muestras contra la inspección del 100% de éstas.
- b) Los planes de muestreo son necesarios e importantes sobre todo si se utilizan pruebas destructivas.
- c) Los planes de muestreo ahorran tiempo para la evaluación, mejor manejo del producto, se necesitan menos inspectores, un mejor nivel de aceptación de la calidad y lo que es más importante el logro de una mejor relación entre el vendedor y el comprador.
- d) Sin embargo los riesgos alfa y beta concernientes toma tiempo registrarlos a los procesos ya establecidos y existe menos información cuando se compara el 100% de la

inspección. El uso de planes de muestreo deben eliminar las predisposiciones sobre las medidas y las decisiones a tomar. (Gould W.R. and Gould W.A. 1988)

2.4. ESTANDAR DE ESPECIFICACIONES Y CALIDAD

Especificación:

Son los límites físicos, químicos, biológicos, microbiológicos, dentro de los cuales los resultados de los análisis deben localizarse, cuando son determinados por la metodología de prueba.

El aseguramiento de calidad y control de un producto sigue el establecimiento de especificaciones del mismo y sus procesos. Ninguna otra fase de aseguramiento de calidad es más importante que el establecimiento de especificaciones y desarrollo de estándares de calidad para la evaluación de un producto. Es importante recordar que antes de poder controlarlos debe estar capacitado para medir algunos de los estándares con la nueva información que se encuentra disponible sobre los métodos de evaluación de calidad y procedimientos de procesos específicos para los diferentes productos.

La Gerencia con el apoyo de los departamentos de producción, ventas y aseguramiento de calidad, deberá establecer procedimientos específicos de proceso, especificaciones para todos los materiales que ingresen y los patrones de calidad para todos los productos terminados, estas especificaciones y patrones deberán desarrollarse primeramente con el propósito de proveer información al personal de producción para la obtención deseable de calidad del producto terminado.

La función más importante para los técnicos de aseguramiento de calidad es evaluar los productos que se encuentran fuera de las especificaciones, y cuando sea necesario, hacer los cambios pertinentes para controlar la calidad del producto al nivel deseado, de manera que la gerencia está enterada de la calidad del producto que se está empacando. Obviamente el personal del departamento de producción y el departamento de aseguramiento de calidad deben cooperar a lo máximo para producir bienes de calidad. Se debe recordar que una compañía tiene como negocio la elaboración de un producto que es proyectado para la venta al cliente por lo que la compañía espera obtener ganancias.

La especificación es básicamente la herramienta de comunicación para definir expectativas razonables, una especificación sirve como símbolo de reglas para la manufactura y venta de los productos. La especificación debe ser establecida para satisfacer al cliente. Cualquier compañía debe esforzarse por elaborar productos que reúnan características más allá de lo especificado. La meta final debiera ser la de reducir la variabilidad de los procesos de producción a cero.

Jurán establece que el propósito de una especificación es definir y someter el asunto de materia de calidad, las especificaciones pueden incluirse para materiales, procesos, productos métodos de prueba, criterio para aceptación o rechazo y métodos de uso. (Gould W.R. and Gould W.A., 1988)

3.0. INTRODUCCION AL CONTROL DE CALIDAD ESTADISTICO

Hasta hace unos años, el Control de Calidad se reducía a una simple labor de inspección con objeto de ver que productos deberían aceptarse y cuales rechazarse.

En la actualidad, con la industrialización, el panorama ha cambiado. La calidad debe mantenerse a un nivel uniformemente aceptable, tanto para el proveedor como para el consumidor ya que la producción, la demanda y la competencia tan cerrada se ha incrementado por lo que en estas condiciones, el productor está obligado a mantener un control constante en los productos y que protegen al cliente de productos fuera de especificaciones.

Separar lo bueno de lo malo no es suficiente, no es conveniente ya que tiene el mismo costo un artículo aceptado que rechazado.

La meta de cualquier operación de manufactura es encontrar la forma más económica para elaborar productos consistentemente dentro de especificaciones. Esto significa evitar hacer partes que no será posible usar y una inspección innecesaria.

Para lograr esta meta cualquier persona de la organización, debe ser entrenado para la implementación y uso efectivo de los métodos estadísticos.

El propósito de los métodos estadísticos no es el de remediar cualquier problema de la empresa pero si el único camino racional, lógico y organizado para crear un sistema que pueda asegurar buenos resultados en calidad y productividad simultáneamente.

El concepto básico de la implementación y uso de la estadística es que pueda ser aplicado en cualquier área donde un trabajo se esté llevando a cabo que exista variación y un verdadero deseo y convencimiento de la utilidad de la implementación del Control de Calidad Estadístico. El real entendimiento involucra un profundo contacto con las situaciones del Control Estadístico y estar dispuestos a adquirir una nueva forma de pensar, esto en una forma diferente de observar los problemas ya que el esfuerzo de Control es dirigido al proceso no a las partes producidas y que através del Control Estadístico seamos capaces de aprender algunas cosas nuevas acerca de los productos.

3.1. CONTROL DE CALIDAD POR METODOS ESTADISTICOS

Cuando nos referimos al Control de Calidad por métodos estadísticos nos estamos refiriendo específicamente a las técnicas de Control de Calidad que comprenden el uso de métodos estadísticos. Es lamentable que los términos Control de Calidad y Control de Calidad Estadístico se confundan debido al desconocimiento estadístico.

Una persona debe tener cuidado al decir si el término Control de Calidad se emplea en su sentido amplio o específico. En este manual lo usaremos en su sentido específico, ésto es, nos ocuparemos del Control de Calidad Estadístico.

El vocablo estadístico "Ha causado consternación en la industria" y se le relaciona generalmente con altas matemáticas y complejas teorías. Debemos puntualizar que aunque

de muchas técnicas estadísticas se pueden derivar problemas muy complicados y matemáticas avanzadas, el uso de estos métodos se ha reducido a la aritmética elemental y puede ser comprendido por una simple deducción lógica. Si hay alguna técnica que particularmente caracterice el Control Estadístico de Calidad, ésta es la inspección de muestras. Los resultados de la inspección de muestras son analizados por sonados procedimientos matemáticos.

Estos análisis se basan en patrones de variación que generalmente se acercan a todas las condiciones en las que existe variación. Podríamos decir que la función del experto estadístico es similar a la de un médico que se dedica a llevar la historia de un determinado número de casos en el que se presentaron tal o cual enfermedad o por algunas otras personas que al acumular datos obtienen algunas conclusiones de ellos, de tal forma que a medida que el fenómeno que se estudia llega a ser más complejo, será necesario hacer uso de conceptos más especializados con objeto de llevar a cabo un verdadero estudio y es en estos casos donde se utilizan las técnicas estadísticas que nos indican la forma de coleccionar datos, analizarlos e interpretarlos de tal modo que se llegue a conclusiones satisfactorias.

Con base en lo anterior, podemos decir que el Control de Calidad Estadístico, es el control de la Calidad utilizando métodos estadísticos. Dicho en otras palabras, es un sistema de inspección, análisis y acción aplicado a un proceso de manufactura el cual mediante un estudio de una parte del producto, nos permita conocer el estado que guarda respecto a las especificaciones de diseño y poder mantenerlas dentro de los límites establecidos de tal forma que trabajando de una manera preventiva realmente minimice el desperdicio y se incremente la producción.

3.2. LA NECESIDAD DEL CONTROL DE CALIDAD ESTADISTICO

Unos de los principales problemas a los que se enfrenta cualquier industria en la actualidad, es la dura competencia que existe en el mercado, por lo que es objetivo de todas ellas elaborar sus productos lo suficientemente atractivos para el consumidor al menor costo posible.

Una de las mejores formas de hacer atractivo un producto es ofreciendo una adecuada calidad, lo cual es cada día más difícil de hacer debido al incremento de los volúmenes de producción, reducción de tolerancias y sofisticación de procesos.

De la misma forma, como los procesos se han ido complicando, así también otras técnicas se han desarrollado para facilitar su control. Tal es el caso de la estadística que actualmente es imprescindible en todas las industrias modernas que cuentan con buenos sistemas de control.

Analizando detenidamente la necesidad de la estadística, en Control de Calidad encontramos las siguientes interrogantes:

3.2.1.-¿PORQUE ES NECESARIO EL CONTROL DE CALIDAD ESTADISTICO?

Es útil porque por medio de técnicas estadísticas es más seguro, económico y práctico predecir la calidad de una población (lote), mediante muestras representativas de éste, porque también por medio de la estadística es posible predecir el comportamiento de una máquina, herramienta o un proceso.

3.2.2.- ¿COMO SE LLEVA ESTE CONTROL?

Por medio de las técnicas estadísticas aplicables al Control de Calidad, tales como: gráficas de control, tablas de muestreo, etc..

3.2.3.- ¿CUANDO LO DEBEMOS APLICAR?

1.- En cualquier etapa de un proceso productivo.

a.- Antes de entregar a producción una máquina nueva.

b.- Antes de aprobar un equipo nuevo o reconstruido.

c.- Al inicio de muestras de Pre-producción o Producción.

d.- Para conocer la confiabilidad de una máquina.

e.- Para puntos críticos o puntos que requieran control.

f.- Cuando ocurran problemas, tales como quejas de clientes, alto índice de deshecho, etc..

2.- Cuando se requiera la aceptación o rechazo de lotes suministrados por proveedores externos.

3.2.4.- ¿DONDE SE UTILIZA?

1.- En plantas industriales que requieran control de sus procesos.

2.- En plantas industriales o consumidores que requieran certificación de la calidad de productos comprados.

3.2.5.- ¿QUE DEBE CONTENER?

1.- Características críticas o mayores de un proceso.

2.- Características requeridas por los clientes.

3.- Características requeridas por calidad para asegurar un buen producto.

3.2.6.- ¿QUIEN LO APLICA?

Todos los involucrados directamente o indirectamente en los procesos de manufactura como Ingenieros, Manufactura, Calidad, Gerentes, Ventas y en general.

Para que un programa de Control de Calidad Estadístico de buenos resultados es imprescindible la participación abierta y decidida de las altas gerencias a fin de que sean éstas las responsables de hacer presión para lograr la implantación total y adecuada del programa. Mención especial para el logro de buenos resultados en un programa de Control Estadístico de Calidad lo merece el departamento de Producción, ya que será el responsable directo de llevar los controles en proceso, contando desde luego, con la asesoría de departamentos de servicio, tales como Control de Calidad, Procesos y Capacitación.

3.3. BENEFICIOS DEL CONTROL DE CALIDAD ESTADISTICO

3.3.1. INSPECCION PREVENTIVA

Uno de los grandes beneficios obtenidos con la implantación de un programa de Control de Calidad Estadístico es que da mayor importancia en la inspección de prevención que en la de detección, las inspecciones se realizan por medio de muestreos adecuados en las operaciones de tal modo que se localice y corrija un proceso defectuoso antes de producir demasiadas piezas fuera de especificaciones, o sea la inspección debe de mantenerse conforme se están produciendo las piezas. Alguna comprobación puede todavía necesitarse pero puede ser reducida al mínimo y comprender solamente el material producido entre inspecciones sobre la operación.

3.3.2. HECHOS CONTRA MEMORIA

El Control de Calidad Estadístico proporciona un método eficiente y sistemático de obtener y mantener información de las características de calidad de los productos. Ello permite tomar decisiones basadas en hecho de mejor manera que por la intuición o la memoria. ¿De que es capaz un proceso? ¿Qué tan buenos son nuestros proveedores? ¿Qué porcentaje de artículos de productos defectuosos se han reducido el mes pasado?

Todas estas preguntas buscan respuestas y las respuestas precisas se pueden dar en un mínimo de tiempo. Los registros requeridos por un programa de Control de Calidad Estadístico eficiente permiten respuestas rápidas exentas de opiniones personales.

3.3.3. METODOS DE INSPECCION MEJORADOS

Cuando se inicia un programa de Control de Calidad Estadístico, un repaso de los métodos de inspección y de los calibradores es necesario para estar seguro que los datos de inspección serán satisfactorios en su uso. Esto requiere un cuidadoso análisis de los calibradores existentes y del equipo de prueba. A menudo se encuentra que ciertas técnicas de inspección han sido ineficaces e inadecuadas. Siempre que esto suceda se deben buscar nuevas técnicas que proporcionen una información correcta.

3.3.4. FLUJO DE MATERIAL MEJORADO

Después que el proceso de inspección se ha iniciado se corrigen los procesos defectuosos, muchas plantas han experimentado un flujo más constante de material. Así se ayuda a encontrar problemas y se empieza a evitar la acumulación de grandes cantidades de material defectuoso.

3.3.5. CONCIENCIA DE CALIDAD

Un uso apropiado de las técnicas de Control de Calidad Estadístico provee al personal en producción, desde el operador al Gerente de la planta, con verdadera información de calidad.

Cada uno en su turno está en competencia para mejorar cualquier reporte que se refleje sobre su trabajo. El operador observa la gráfica de control de su estación de trabajo, una constante señal de la calidad de propia gráfica.

Debe notarse, sin embargo que de no encaminar y explicar cuidadosamente el programa, este puede ser contraproducente en el rendimiento del operador. Si el operador o su jefe malinterpretan las gráficas, o sienten que las técnicas son inútiles, puede malograr todas sus ventajas. Las gráficas deben ser una herramienta de control. Deben proporcionar información que sea benefica y útil, de lo contrario serán inactivas y sin aplicación.

3.3.6. BUENA VOLUNTAD DEL VENDEDOR

Un programa de muestreos de aceptación puede hacer mucho en la promoción en la buena voluntad entre el vendedor y el comprador. Ello proporciona un programa objetivo para la aceptación del material. También obliga a trabajar más próximos en la resolución de los problemas de los demás, y a menudo aumenta el mejor entendimiento mutuo. Se puede decir bien que promueve un respeto reciproco.

3.3.7. CALIDAD DEL PRODUCTO MEJORADO

La estrategia de Kaisen es el concepto de más importancia (la clave del éxito japonés) Kaisen significa mejoramiento. La administración tiene dos componentes principales: mantenimiento y mejoramiento. El mantenimiento se refiere a las actividades dirigidas a mantener los actuales estándares tecnológicos, administrativos y de operación; el mejoramiento se refiere a las actividades dirigidas a mejorar los estándares corrientes.

Bajo sus funciones de mantenimiento, la administración desempeña sus tareas asignadas de manera que todos en la compañía puedan seguir el PEO establecido (Procedimiento estándar de operación). Esto significa que la administración primero debe establecer políticas, reglas, directivas y procedimientos para todas las operaciones importantes y luego ver que todos sigan el PEO. Si la gente es capaz de seguir el estándar pero no lo hace, la administración debe de proporcionar entrenamiento o revisar el estándar de modo que la gente pueda seguirlo. El mejoramiento puede dividirse en Kaisen e innovación. Kaisen significa mejoras pequeñas realizadas en el statu quo como el resultado de los esfuerzos progresivos. La innovación implica una mejora drástica en el statu quo (se usa

para designar el estado de las cosas en un momento determinado) como resultado de una inversión más grande en nueva tecnología y/o equipo. (Massaki Imai, 1992). Como las correcciones mejoran las piezas componentes, la calidad total de ensamble también se mejora.

El mejor flujo de los materiales elimina la necesidad de aceptar piezas de bajo nivel con los consiguientes beneficios del producto al final. Finalmente, esto puede reflejarse en un aumento de las ventajas y mejores relaciones con el consumidor. Un resultado común es la gradual disminución de las quejas sobre defectos menores que anteriormente habían pasado desapercibidos.

3.3.8. CONOCIMIENTO DE LAS POSIBILIDADES DE UN PROCESO

La información obtenida y mantenida en varias máquinas y procesos permite hacer un cuidadoso análisis de los procesos o máquinas. Esto puede indicarnos que el equipo actual es incapaz de llenar los requisitos que se le habían impuesto o si es posible, que realice trabajos para que se le había considerado inadecuado. También se obtiene información que puede indicar equipo para reparar o substituir. Otro uso puede ser cambiar el recorrido de las operaciones actuales o fijar la ruta de nuevos trabajos cuando se presenten. Esto puede evitar mucho tiempo perdido al tratar de exigir de una máquina mayor precisión de la que es capaz.

3.3.9. REDUCCION DEL DESHECHO

Uno de los más significantes beneficios es la reducción del material de deshecho. La corrección de los procesos defectuosos lo más pronto posible evita la producción de muchas piezas defectuosas. Estos ahorros pueden reducirse en dinero, probablemente ninguna otra razón haya ayudado tan poderosamente el crecimiento del movimiento de Control de Calidad Estadístico. Hay menos trabajo de recuperación y menos desperdicio que material. Debe asentarse aquí que la reducción en el deshecho no es siempre un resultado inmediato. A menudo la mejora del equipo de calibración y un aumento en el énfasis de la calidad dan como resultado la detección de material defectuoso que anteriormente se había perdido. Muchas compañías han registrado un aumento en su deshecho durante el período siguiente de la implantación de su programa de Control de Calidad Estadístico, después que ese nivel baja, se comienza un descenso real.

EN RESUMEN

Muchos de los beneficios que pueden ser obtenidos por un programa de Control de Calidad Estadístico son intangibles y a menudo solo es posible lograr una parte de ellos. Cada aplicación debe ser juzgada de acuerdo con sus propios méritos. De lo que si se puede estar seguro es de que la planta, el departamento o el propio trabajo se beneficiarán con su empleo. (Tremec, 1990)

3.4. INTERPRETACION ESTADISTICA DE DATOS

A continuación se consideran algunos parámetros estadísticos que se emplean en la interpretación de datos analíticos y que resultan adecuados para la mayor parte de los requerimientos de un análisis práctico.

El primer paso en un análisis consiste en la selección de una muestra representativa. Esta operación se conoce como "MUESTREO" y tiene una importancia crítica que se refleja en los resultados del análisis.

Generalmente, el analista cuenta con una pequeña porción de un lote de producción, y del análisis de esa pequeña cantidad establece la potencia o la pureza del lote.

Es obvio que la pequeña porción seleccionada para el análisis debe ser representativa del lote, si los resultados han de ser válidos para la totalidad del mismo.

Cuando los lotes están formados por unidades discretas, por ejemplo: tambos de disolventes, paquetes de ampulas, frascos de cápsulas, etc., hay dos vías generales de muestreo:

1.- Muestreo al azar: Las unidades se numeran en serie y se seleccionan los números al azar. Los números señalados se toman como muestras, de esta manera todas las unidades de la población tienen la misma probabilidad de ser seleccionadas. La confiabilidad de las conclusiones extraídas concernientes a una población dependen de si la muestra se ha escogido apropiadamente de tal modo que represente la población lo suficientemente bien; uno de los problemas importantes de la inferencia estadística es cómo escoger una muestra. Una forma de hacer esto para poblaciones finitas es asegurarse de que cada miembro de la población tenga igual oportunidad de encontrarse en la muestra, lo cual se conoce como muestra aleatoria. El muestreo aleatorio puede efectuarse para poblaciones relativamente pequeñas extrayendo lotes o, en forma equivalente, utilizando una tabla de números aleatorios especialmente construida para tales propósitos.

2.- Muestreo sistemático: Es una técnica más empleada. Aquí se selecciona una unidad "X" cada "n" unidades para construir La Muestra. La selección de "n" se basa en una ruta crítica. En un análisis de rutina de control de calidad, el analista raramente colecta sus propias muestras; en cambio, en trabajos de investigación y desarrollo puede, y de hecho debe efectuar el muestreo.

Como segundo paso sería el análisis químico o físico de esas muestras. Y estos resultados del análisis son proporcionados generalmente como un bloque de números que representan las determinaciones efectuadas bajo condiciones idénticas, este bloque de números puede representar:

Porcentaje de pureza, normalidad, peso del compuesto, etc...

Como tercer paso es la recolección y organización de datos; para hacer una recolección de datos, se requiere tomar ciertas precauciones:

- a) Los valores que se registran deben de corresponder realmente a lo que hemos observado. Es necesario registrar fielmente los datos.
- b) Si los datos son continuos, es muy importante efectuar la medición con la mayor precisión posible, ésto es con el menor error posible.
- c) Se debe cuidar que los instrumentos de medición estén calibrados.
- d) Se deben usar adecuadamente los instrumentos de medición. (Ostle B. 1983)

3.5. LA ORGANIZACION DE DATOS EN DISTRIBUCION DE FRECUENCIAS

Para poder analizar los datos y obtener la información que deseamos a partir de ellos, necesitamos ordenarlos.

Se ordenan mediante una tabla llamada distribución de frecuencias. Para elaborar esta tabla se basa en organizar los datos por grupos, a fin de poder ver:

Que datos representan los valores más bajos y cuales los más altos.

Con que frecuencia se presentan estos valores. (ITESM, 1990)

3.5.1. PROCEDIMIENTO PARA ELABORAR LA DISTRIBUCION DE FRECUENCIAS

Para la construcción de la distribución de frecuencias supone dividir el consumo de datos en sub-grupos, generalmente iguales y determinar cuantos datos pertenecen a cada uno de ellos. El objetivo que persiguen es doble:

- 1.- Facilitar los cálculos
- 2.- Descubrir el patrón general de compartimiento de los datos.

El procedimiento para construir la distribución de frecuencias se describe a continuación:

El primer paso es el de calcular el RANGO de valores de la variable considerada.

Rango (R): Es la diferencia que existe entre el dato mayor (XM) y el menor (Xm) de un conjunto de datos:

$$R = XM - Xm$$

El valor así calculado indica cuanta distancia cubren los datos si se ordenan en una recta numérica.

En el segundo paso se determina el número de subgrupos que se formarán.

Clase (K): Es cada uno de los sub-grupos en los que se agrupan los datos.

Para determinar cuantas clases (K) conviene agrupar los datos, se acostumbra a tomar en cuenta la siguiente norma:

CANTIDAD DE DATOS (N)	CANTIDAD DE CLASES (k)
Menos de 50	5 a 7
50 a 100	6 a 10
100 a 250	7 a 12
Más de 250	10 a 20

En el tercer paso determinar la amplitud de cada clase (A). Esto es dividiendo el rango (R) obtenido del conjunto de datos entre el número de clases (K).

$$A = R / K$$

Cuando se manejan números enteros y el resultado de R/K incluye cifras decimales estas se suprimen y se redondea a la unidad.

Por ejemplo: si $R/K = 7.24$ entonces $A = 8.0$

Si se maneja con decimales y el resultado incluye 2 o más cifras decimales, se redondea en una única cifra decimal. La inmediata superior a la primera decimal expresado en el resultado. Por ejemplo: si $R/K = 0.2566$ entonces $A = 0.26$

Cuarto paso: establecer los valores límites de cada clase, que son llamados las fronteras interior (f_i) y superior (f_s) de cada una. La frontera inferior (f_i) de la primera clase se establece restando media unidad (u) al dato menor (X_m) de todo el conjunto.

Sea X^* la frontera inferior de la primera clase; tenemos entonces que $X^* = X_m - 1/2$

La frontera superior (f_s) de la primera clase es la (f_i) más la amplitud (A).

$$f_s = (X_m - 1/2) + A$$

$$f_s = X^* + A$$

La frontera inferior de la segunda clase se identifica con la frontera superior de la primera clase. La frontera superior de la segunda clase se obtiene añadiendo dos veces la cifra obtenida como amplitud, a la frontera inferior de la primera clase (X^*) así, la frontera superior de la segunda clase es $X^* + 2A$.

La frontera inferior de la tercera clase se identifica con la frontera superior de la segunda clase. La frontera superior de la tercera clase se obtiene añadiendo tres veces la cifra obtenida como amplitud ($3A$), a la frontera inferior de la primera clase (X^*). Y así sucesivamente.

DISTRIBUCION DE FRECUENCIAS

CLASE	FRONTERAS	
1	F_i	F_s
1	X^*	$X^* + A$
2	$X^* + A$	$X^* + 2A$
3	$X^* + 2A$	$X^* + 3A$
.	.	.
.	.	.
k	$X^* + (K + 1) A$	$X^* (KA)$

Quinto paso calcula el punto medio de cada clase, se denomina MARCA DE CLASE (X_i) (Con $i = 1, 2, 3, \dots, k$)

Sumar la frontera inferior (f_j) con la frontera superior (f_s), dividiendo entre 2, marca de clases (K) o punto medio es la semisuma de sus fronteras.

$$X_i = (F_{ji} + F_{Si}) / 2$$

Sexto paso, calcular las frecuencias absolutas (f_i).

La suma de frecuencias absolutas debe coincidir con el total de los datos manejados (N)

Séptimo paso, elaborar la tabla de frecuencias.

CLASE	FRONTERAS		MARCA DE CLASE	FRECUENCIA ABSOLUTA
i	F_j	F_s	X_i	F_i
1
2
.
.
K
TOTAL =			N	

(Mendenhall, 1979)

3.5.2. PRESENTACION GRAFICA DE LOS DATOS:

La distribución de frecuencias proporciona un resumen numérico de un conjunto de datos. Existen 3 tipos gráficos:

- a) El histograma
- b) El polígono de frecuencias
- c) La ojiva. (ITESM, 1992)

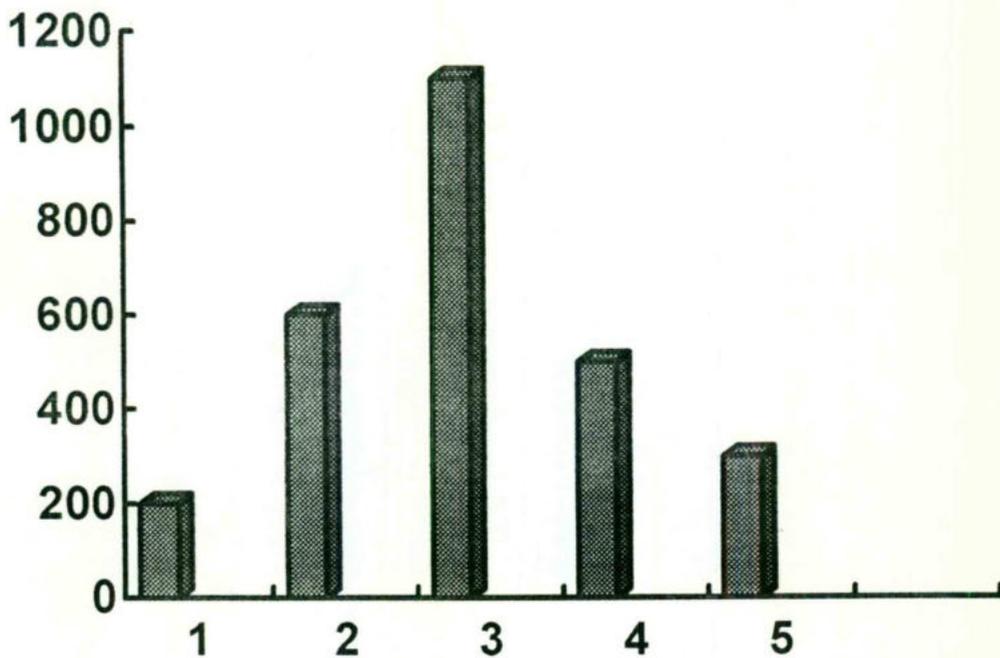
3.5.3. EL HISTOGRAMA

Es una gráfica integrada por un conjunto de barras que representan los intervalos o clases ubicadas en un sistema de coordenadas.

La línea vertical sirve para indicar la cantidad de datos que contiene cada clase (K). Se gradúa teniendo en cuenta el número de datos que corresponden a cada clase, como total de datos. La línea horizontal sirve para disponer las fronteras de todas las clases. Las barras corresponden a cada clase, y su altura es proporcional al valor de la frecuencia absoluta, como se puede observar en la figura No. 1.

FIGURA No 1

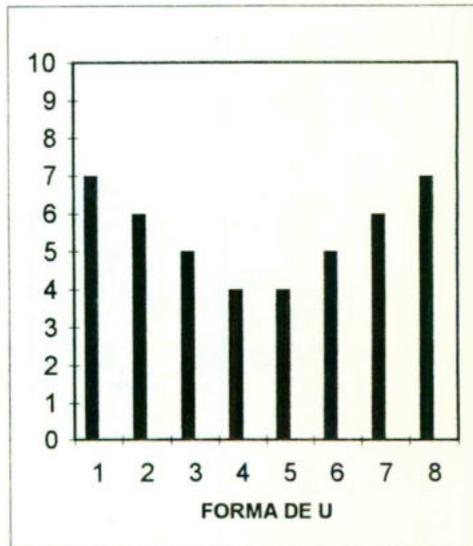
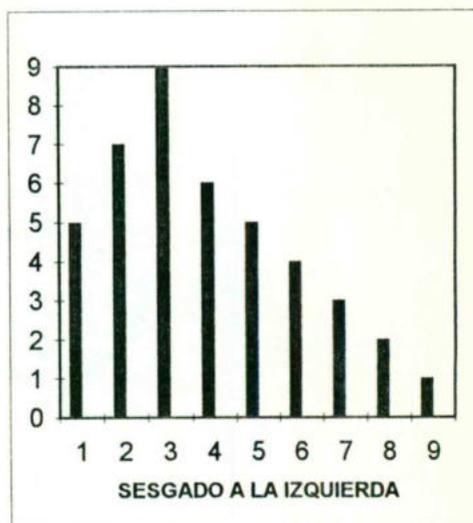
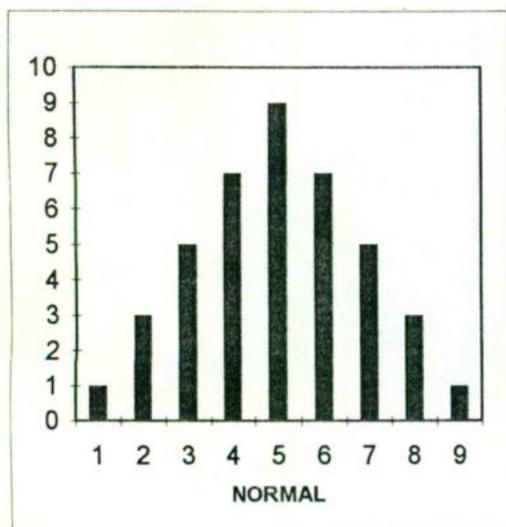
PRESENTACION DE UN HISTOGRAMA



La forma de un histograma depende de la distribución de las frecuencias absolutas de los datos. Algunas de las formas más comunes que puede adoptar un histograma son las presentadas en la figura No. 2 (ITESM 1992)

FIGURA No. 2

FORMAS MAS COMUNES QUE PUEDE ADOPTAR UN HISTOGRAMA

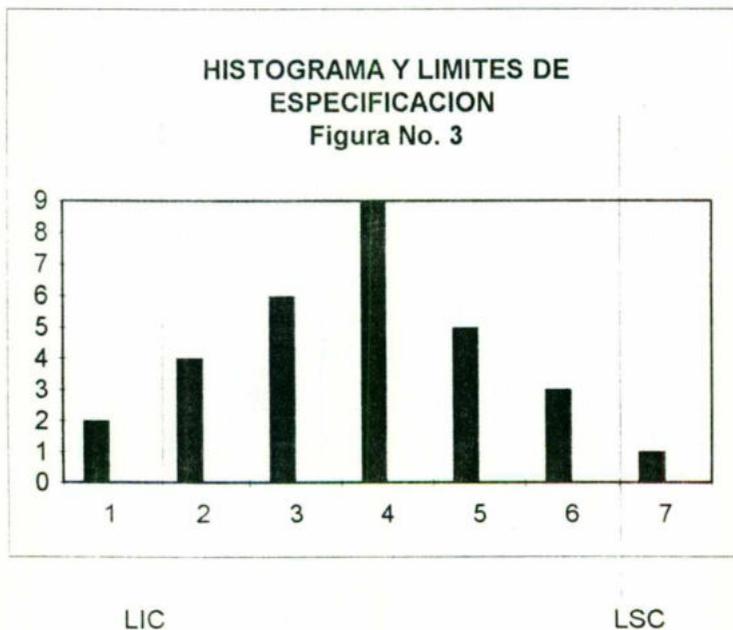


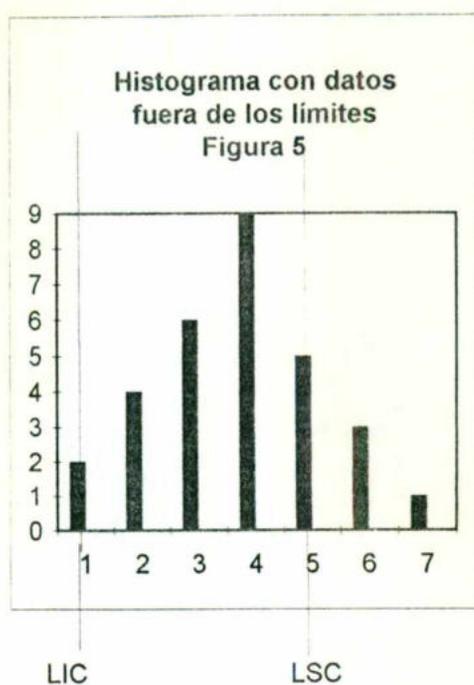
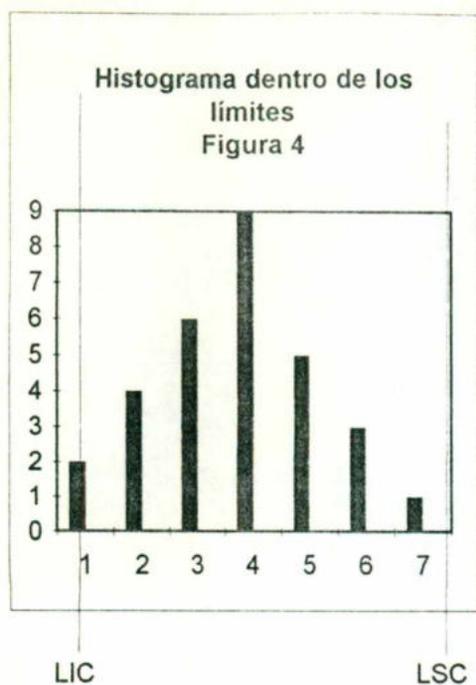
3.5.4. EL HISTOGRAMA Y LIMITES DE ESPECIFICACION

Es importante para marcar o reconocer la existencia de problemas en el comportamiento de la variabilidad en cuestión, o si se comparan 2 histogramas del mismo proceso ver si ha habido un cambio favorable o desfavorable en el mismo. (ITESM, 1992).

Nos sirve para ver si un producto está dentro de las especificaciones, todos los datos caen dentro de las especificaciones o entre los límites, o si algunos salen de tales límites, lo que significaría que se tiene productos con valores de la característica de calidad muy altos o muy bajos. La figura No. 3 es una presentación de un histograma dentro de sus límites de especificación. Donde LIC = Límite inferior de confianza y LSC = Límite superior de confianza.

En la figura (5) algunos valores exceden el límite superior de especificaciones, con los mismos datos sesgados hacia ese lado, y además el histograma es más bien ancho lo cual implica una variabilidad grande en el proceso. Después de llevar a cabo un proyecto de mejora, vemos en la figura (4) el histograma más estrecho, menor variabilidad en los datos y que el centro del histograma coincide aproximadamente con el de los límites de especificaciones, el proceso está centrado (Walpole R.E, 1985)





3.5.5. EL POLIGONO DE FRECUENCIAS

Es la figura que resulta de relacionar entre sí, mediante líneas rectas, las marcas de clase, tomando como base el histograma. El polígono debe partir de la base; por consiguiente, es necesario añadir una marca de clase antes de la primera barra y otra después de la última barra. Cuando el polígono es de frecuencias absolutas, la línea vertical se gradúa de acuerdo con los números de las frecuencias absolutas; cuando es de frecuencias relativas, la línea vertical lleva entonces los números de las frecuencias relativas.

3.5.6. LAS OJIVAS

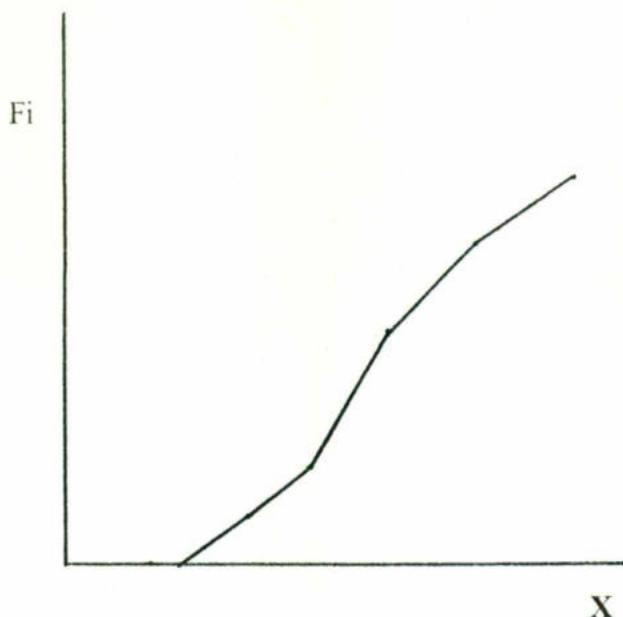
Son gráficas que involucran las frecuencias absolutas acumuladas a las relativas acumuladas.

La línea vertical se gradúa teniendo en cuenta, según el caso, o bien las frecuencias absolutas acumuladas, o bien las frecuencias relativas acumuladas.

En la línea horizontal se anotan las fronteras de las clases. Se identifican, enseguida, los puntos que interceptan los números que representan las frecuencias acumuladas, anotadas en la línea vertical, los números que representan las fronteras de cada clase; y se dibujan curvas que unan entre sí a dichos puntos. Ver la figura No. 6. (ITESM, 1992).

Figura No. 6

Ojiva de las frecuencias absolutas acumuladas



3.6. LAS MEDIDAS DE TENDENCIA CENTRAL

Cuando tenemos un conjunto de datos referentes a un mismo asunto, los agrupamos en forma natural torno a un dato central, que en alguna forma representa al conjunto. Hablar de un dato central significa que hay cifras mayores y menores que dicha cantidad; el dato central, sin embargo, los representa a todos. Dos son las formas de determinar este dato central:

- 1.- O bien sacamos el promedio de todos los datos en conjunto,
- 2.- O bien escogemos la cifra que ocupa el lugar central de nuestros datos, una vez que los hemos ordenado de menor a mayor o viceversa.

En el primer caso se trata de la media aritmética, media o promedio (\bar{x}). En el segundo de la mediana (\tilde{X}).

3.6.1. LA MEDIA ARITMETICA, MEDIA O PROMEDIO (\bar{x}):

Al resultado de sumar losvalores y de dividir esta suma entre el número de valores sumados (N).

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^N x_i}{N} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_N}{N}$$

x_i = marca de clases del intervalo
 N = Número de datos

(Freud J. E. and Manning S., 1988)

3.6.2. MEDIANA (\tilde{X}):

Es el valor que ocupa la posición central dentro de un conjunto de datos ordenados por su magnitud.

La definición anterior se cumple cuando se tiene un número impar de datos. Si el número de datos es par, entonces la mediana es el promedio de los dos datos centrales.

Característica de la mediana (\tilde{X}) es que divide exactamente en dos partes iguales al conjunto de datos ordenados. Debido a esto, cuando en el conjunto de datos algunos de ellos se alejan demasiado de la mayoría, la mediana (\tilde{X}) representa de una manera más correcta que la media aritmética (\bar{x}), la tendencia central. (ITESM, 1992)

3.7. LAS MEDIDAS DE DISPERSION

Para tener una idea exacta de la forma como se relacionan entre sí los datos de un conjunto, no es suficiente identificar su tendencia central; es necesario, además examinar que tanto difieren entre sí, esto es, que grado de dispersión existe entre ellos. Por eso, se establecen indicadores cuantitativos de la variación de los datos. Tales indicadores se conocen como medidas de dispersión.

Las medidas de dispersión más comunes para un conjunto de datos son:

- 1.- El rango (R)
- 2.- La varianza (S^2)
- 3.- La desviación estandar (S)

3.7.1. RANGO (R):

Es la diferencia que existe entre el dato mayor (X_M) y el menor (X_m) de un conjunto de datos:

$$R = X_M - X_m$$

3.7.2. VARIANZA (S^2)

Es la medida de dispersión que proporciona el promedio de desviación de un conjunto de datos con respecto a un valor central. El valor central es generalmente la media.

$$S^2 = \frac{(X_1 - \bar{x})^2 + (X_2 - \bar{x})^2 + \dots + (X_n - \bar{x})^2}{n - 1}$$

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

Donde:

\bar{X} = Media aritmética

X_i = Datos

n = Número de datos

Esta medida de dispersión tiene el inconveniente de quedar expresada en el cuadrado de las unidades en las que fueron registrados los datos. Por esta razón es conveniente usar la desviación estandar, que es la raíz cuadrada de la varianza y que se representa con la letra S.

3.7.3. DESVIACION ESTANDAR (S):

Es la raíz cuadrada de la varianza.

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

3.8. DISTRIBUCION NORMAL

Una distribución poblacional tiene una media o promedio, que se denota por la letra griega (μ) el cual tiene un significado equivalente al que tiene el promedio (\bar{x}) dentro de un conjunto de datos. La media poblacional (μ) es un número que representa el centro de todas las posibles mediciones; esto es, (μ) es a la población, lo que (\bar{x}) es a la muestra.

De igual manera, podemos hablar de una medida de dispersión poblacional que se representa por la letra griega (σ). También en este caso, (σ) es a la población lo que (s) es a la muestra (siendo σ^2 la varianza poblacional).

Para el caso de mediciones de datos continuos es importante considerar la forma que tiene la distribución poblacional. La distribución poblacional puede adquirir la forma de una distribución simétrica, de una distribución sesgada o alguna otra forma.

La distribución simétrica es cuando el 50% de los datos de la población están a la izquierda de μ , y el otro 50% a su derecha y con la misma distribución. Tiene distribución sesgada cuando el mayor porcentaje de los datos se concentra hacia la derecha o hacia la izquierda de μ .

Las características de la distribución normal son las siguientes:

- a) Su gráfica es de tipo campana.
- b) La media poblacional (μ) y la desviación estandar poblacional (σ) describen totalmente a esta distribución.
- c) La curva se aproxima asintóticamente al eje horizontal a medida que se aleja a ambos lados de su media. Si un punto está muy alejado de la media (μ), la curva está más próxima al eje horizontal, esto es, pierde altura.
- d) Las mediciones tienden a concentrarse alrededor de la media (μ), sobre todo si la desviación estandar (σ) es pequeña.
- e) El 100% de las frecuencias de las mediciones está representado mediante el área bajo la curva normal, lo cual equivale a decir que el área bajo la curva es igual a uno.
- f) El área bajo la curva sobre un intervalo de valores de X, equivale al porcentaje de mediciones en dicho intervalo.
- g) Cuando una variable tiene distribución normal, con $\mu=0$ y $\sigma=1$, se dice entonces que tiene una distribución normal estandar y se habla de la variable tipificada Z. (ITESM, 1992)

3.9. COMO CALCULAR Z EN LA TABLA DE t DE STUDENT

Un primer problema concerniente a la distribución normal es el del cálculo de áreas bajo la curva para algún intervalo de valores de Z. Para determinar el área bajo la curva de la distribución normal estandar, se puede utilizar la tabla de t de Student.

La primera columna de la tabla No.1 que se muestra en el apendice, muestra el valor entero y la primera decimal de Z, en tanto que el renglón que encabeza la tabla muestra la segunda decimal del valor de Z. Para un valor dado de Z, el numero que se ofrece en el cruce de la hilera y de la columna correspondiente muestra el valor del área debajo de la curva, a la izquierda de dicho valor de Z.

Para una mejor comprensión del cálculo del valor de Z, lo demostraremos con ejemplos.

Ejemplo (1): Encontrar el área a la izquierda de $Z = -1.14$

Se localiza en la primera columna (la de Z) el valor de -1.1, y en renglón superior de la tabla, el valor de 0.04

Z	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	...
-1.1					0.1271	

En donde se cruzan el renglón de -1.1 y la columna de 0.04 se muestra el valor del área bajo la curva a la izquierda de -1.14, la cual, como se puede observar es de 0.1271. Luego, el valor del área a la izquierda de -1.14 es de 0.1271.

Ejemplo (2): Encontrar el área a la derecha de $Z=3.02$ dado que la tabla proporciona el valor del área a la izquierda de Z , y tomando en cuenta que el valor total del área debajo de la curva es igual a 1, se tiene que:

$$\text{Area } (Z > 3.02) = 1 - \text{área a la izquierda de } 3.02$$

Como podemos observar en la tabla No.1 del apéndice, en el cruce del renglón 3.0 y la columna 0.02 se encuentra el valor 0.99874. Por lo tanto el valor del área a la derecha de 3.02 es:

$$\text{Area } (Z > 3.02) = 1 - 0.99874 = 0.00126$$

Ejemplo (3): Encontrar el área entre $Z = -3.27$ y $Z = 3.27$

Se busca primero en la tabla el valor del área hasta $Z=-3.27$:

$$\text{Area } (Z < -3.27) = 0.00054$$

Luego se busca en el renglón correspondiente de la tabla el valor del área hasta $Z = 3.27$

$$\text{Area } (Z < 3.27) = 0.99946$$

El valor del área entre $Z = -3.27$ y $Z = 3.27$ es:

$$\text{Area} = 0.99946 - 0.00054 = 0.99892$$

Ejemplo (4): Encontrar el área hasta antes de $Z = 1.5$

En el renglón correspondiente de la tabla Z , de la tabla No. 1 del apéndice observamos que el área hasta antes de $Z = 1.5$ es 0.9332

Ejemplo (5): Encontrar el área después de $Z = 1.01$

En la tabla No.1 del apéndice, se observa que el área hasta antes de $Z = 1.01$ es igual a 0.8438. Para obtener el área después de $Z = 1.01$, se resta 0.8438 de la unidad. Así que:

$$\text{Area a la derecha de } Z = 1.01 = 1.000 - 0.8438 = 0.1562$$

3.10. LIMITES DE CONTROL

Los límites de control son calculados en base a los datos recopilados; ellos reflejan la cantidad de variación de periodo a periodo que pueden ser esperados si únicamente la variación de causas comunes estuvieran presentes. Los límites de control no son los límites de especificación u objetivos, pero son reflejo de la variabilidad natural del proceso.

Los límites de control están calculados para mostrar la extensión en la cual los promedios y los rangos de los subgrupos estarán variando si únicamente causas comunes de variación estuvieran presentes.

Los límites de control están basados en el tamaño de la muestra del subgrupo y la cantidad de variabilidad dentro de cada subgrupo reflejada en los rangos. (TREMEC, 1990)

3.11. GRAFICAS DE CONTROL

Las gráficas de control muestran la forma en la cual se comporta un proceso en un determinado intervalo de tiempo. Estas gráficas fueron desarrolladas y en ocasiones llevan su nombre, por el Dr. Shewart.

Las gráficas contienen una línea central o media, una línea superior que marca el límite de control superior (LSC), y una línea inferior que marca el límite de control inferior (LIC).



En los espacios entre estas líneas se transcriben los resultados de las observaciones hechas a determinados intervalos de tiempo acerca del comportamiento del proceso con respecto a una variable especificada.

Las gráficas de control proporcionan información acerca de:

Del nivel medio en el que opera un determinado proceso.

Del grado de variación que posee dicho proceso.

Y de su consistencia.

Debido a la información que las gráficas de control proporcionan, éstas se usan entre otras cosas, para:

1.- Observar cómo se comporta el proceso productivo, lo cual nos va a permitir juzgar si dicho proceso es normal o no, y en qué grado.

2.- Verificar si los datos obtenidos poseen consistencia.

La elaboración de una gráfica de control se inicia con las mediciones. Hay que tener en cuenta, sin embargo, que las mediciones dependen tanto de los instrumentos, como de las personas que miden y de las circunstancias del medio ambiente. Por eso, siempre es muy conveniente anotar en las gráficas de control observaciones tales como el cambio de turno, la temperatura, etc..

Las gráficas de control más frecuentemente utilizadas son las siguientes:

Para las variables:

\bar{x} - R Promedios y rangos.

\bar{x} - S Medias y desviación estandar.

\tilde{x} - R Medianas y rangos.

X - R Lecturas individuales.

Para los atributos:

p Porcentaje de unidades defectuosas

n p Cantidad de unidades defectuosas

c Número de defectos por unidad

u Proporción de defectos por unidad

3.11.1. GRAFICAS DE PROMEDIOS Y RANGOS

Antes de elaborar una gráfica de promedios y rangos, es necesario establecer con claridad los siguientes puntos:

El propósito de la gráfica.

La variable a considerar.

El criterio a adoptar en la selección de los datos.

El tamaño de la muestra.

La construcción de una gráfica de promedios y rangos resulta de la presentación simultánea, ésto es, formando una unidad, tanto de la gráfica de promedios como la de rangos.

Consta, pues, de dos secciones: la de la parte superior, que se dedica a los promedios, y la parte inferior, que se dedica a los rangos.

En el eje vertical, se establece la escala; en la parte superior, para las magnitudes de los promedios, y en la parte inferior, para la de los rangos. Abajo, a lo largo del eje horizontal, se enumeran las muestras.

La línea central de los promedios es una línea de trazo continuo; los límites se suelen expresar con líneas discontinuas.

La gráfica de promedios es la representación de los promedios en el tiempo. En la gráfica se relacionan estos promedios con los intervalos durante los cuales se tomaron las

muestras. En el eje vertical se indican los valores correspondientes a los promedios de las muestras. En el eje horizontal se señalan los períodos de tiempo en los que se toman las muestras.

A semejanza de la de promedios, la gráfica de rangos es la representación gráfica de los rangos relacionados con el tiempo.

El procedimiento para su elaboración es similar al de la gráfica de promedios.

El procedimiento para elaborar la gráfica de promedios y rangos es entonces el siguiente:

PASO 1: Cálculo de promedios y rangos de cada subgrupo.

PASO 2: La línea central se traza a la altura que corresponde al de promedio de los promedios.

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\bar{X}_1 + \bar{X}_2 + \bar{X}_3 + \dots + \bar{X}_n}{n}$$

PASO 3: Se calculan los límites superior ($LSC_{\bar{X}}$) e inferior ($LIC_{\bar{X}}$) de control para promedios. El límite superior de control se determina de acuerdo con la fórmula siguiente:

$$LIC_{\bar{X}} = \bar{\bar{X}} - A_2 \bar{R}$$

El límite superior de control se determina de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$LSC_{\bar{X}} = \bar{\bar{X}} + A_2 \bar{R}$$

Donde A_2 = es una constante que variará dependiendo de la frecuencia/tamaño de muestras de cada subgrupo.

El valor de la constante A_2 depende del tamaño de la muestra, y se da en la tabla No.2 del apéndice y \bar{R} es el promedio de los rangos.

PASO 4: Cálculo similar de la línea central y de los límites de control para los rangos. Se utilizan las siguientes fórmulas:

$$\bar{R} = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} R_i}{n} = \frac{R_1 + R_2 + \dots + R_n}{n}$$

$$LSC_R = D_4 \bar{R}$$

$$LIC_R = D_3 \bar{R}$$

Donde: \bar{R} = promedio de los rangos

D_4 y D_3 = Son constantes que se han determinado de acuerdo al tamaño de cada subgrupo, y los podemos encontrar en la tabla No. 2 del apéndice.

LSC_R = Límite superior de confianza de los rangos

LIC_R = Límite inferior de confianza de los rangos

PASO 5: Graduación de los ejes verticales de acuerdo con los promedios y los rangos, y anotación de los periodos de tiempo en el eje horizontal.

PASO 6: Graficación de los promedios y de los rangos: se grafican también las líneas centrales y de control correspondientes.

3.11.2. GRAFICA DE MEDIAS Y DESVIACIONES ESTANDAR

La gráfica de medias y desviaciones estandar es el instrumento estadístico que sirve para estudiar el comportamiento de un proceso de manufactura, considerando como indicador de la variabilidad la desviación estandar.

La estructura general, igual que la que representa la gráfica de medias y rangos, está constituida por dos porciones: una, que se destina al registro de los promedios de la característica de calidad en consideración y otra para controlar la variabilidad del proceso.

La efectividad de esta gráfica está estrechamente relacionada con el tamaño de los subgrupos y valores apropiados son los de $n > 10$. La ventaja de usar esta gráfica de medias y rangos, es que para estos valores de n la desviación estandar es más sensible a cambios pequeños que el rango. Cabe señalar que tanto la gráfica de medias y rangos como la de medias y desviaciones estandar presentan las mismas desventajas. En particular la desviación de S es, al igual que la de R , también asimétrica cuando la distribución de los valores individuales es normal, aunque límites de 3 -sigma son comunmente usados.

Es típico al tratar la gráfica de medias y desviaciones estandar distinguir dos casos generales concernientes a los tamaños de los subgrupos: tamaños iguales o tamaños diferentes.

A) SUBGRUPOS DE IGUAL TAMAÑO:

Consideremos primeramente el caso donde los subgrupos son del mismo tamaño (o aproximadamente iguales). La desviación estandar de cada subgrupo se calcula mediante la expresión.

$$S = \sqrt{\frac{\sum X^2 - (\sum X)^2 / n}{n - 1}}$$

Donde: n = tamaño del subgrupo

La línea central de la gráfica \bar{S} está indicada por el promedio de las desviaciones estandar calculadas.

$$\bar{s} = \sqrt{\frac{n_1 (S_1)^2 + n_2 (S_2)^2 + \dots + n_k (S_k)^2}{n_1 + n_2 + \dots + n_k}}$$

Y sirve para estimar la desviación estandar del proceso σ' :

$$\sigma' = \frac{\bar{s}}{c_4}$$

Donde c_4 es un factor que depende del tamaño del subgrupo, este factor lo podemos encontrar en la tabla No.2 del apendice. Al sumar y restar tres veces la desviación estandar de s de la línea central se obtienen los límites de control para \bar{S} . La distribución muestral de la desviación estandar para un proceso bajo control y normal tiene un error estandar.

$$\sigma_{\sigma} = \sigma' \sqrt{1 - c_4^2}$$

De aquí el límite superior de control para $LSC_{\bar{S}}$ es:

$$LSC_s = \bar{s} + 3 \sigma' \sqrt{1 - c_4^2}$$

Utilizando s/c_4 para estimar σ' resulta que

$$LSC_{\bar{s}} = \bar{s} + 3 \bar{s} \sqrt{1 - c_4^2} / c_4 = \bar{s} (1 + 3 \sqrt{1 - c_4^2} / c_4)$$

Una expresión simple para el límite superior de control \bar{S} es

$$LSC_s = B_4 \bar{s}$$

$$\text{Donde } B_4 = 1 + 3 \sqrt{1 - c_4^2} / c_4$$

De modo similar, el límite inferior de S está dado por la expresión

$$LIC_s = B_3 \bar{s}$$

$$\text{Donde } B_3 = 1 - 3 \sqrt{1 - c_4^2} / c_4$$

Tanto B_3 como B_4 dependen del valor n , el tamaño del subgrupo, y sus valores se muestran en la tabla No. 2 del apendice.

La línea central de la gráfica \bar{x} es el promedio de los promedios de los subgrupos

$$\bar{\bar{X}} = \frac{n_1 \bar{x}_1 + n_2 \bar{x}_2 + \dots + n_k \bar{x}_k}{n_1 + n_2 + \dots + n_k}$$

Los límites de control se obtienen sumando y restando a la línea central tres veces la desviación estandar de los promedios:

$$LSC_x = \bar{\bar{X}} \pm 3 \sigma' / \sqrt{n}$$

El estimado de la desviación estandar del proceso es

$$\bar{s} = \frac{\sigma'}{c_4}$$

De modo que los límites de control se convierten en

$$\bar{\bar{X}} \pm 3 (s / c_4) / \sqrt{n}$$

Sea la constante $A_3 + 3 / (c_4 \sqrt{n})$: los límites de control para x están dados por

$$LSC_x = \bar{\bar{X}} + A_3 \bar{s}$$

$$LIC_x = \bar{\bar{X}} - A_3 \bar{s}$$

Los valores de A_3 , que dependen del valor de n, se dan en la tabla No.2 del apéndice

B) SUBGRUPOS DE TAMAÑOS DIFERENTES:

Si las muestras son de tamaño diferentes los cálculos de la desviación estandar promedio y del promedio de los promedios se realizarán con ponderación:

$$\bar{s} = \sqrt{\frac{n_1 S_1^2 + n_2 S_2^2 + \dots + n_k S_k^2}{n_1 + n_2 + \dots + n_k}}$$

Las expresiones para los límites de control de las desviaciones estandar y de los promedios se mantienen iguales, y los valores de los factores A_3 , B_3 y B_4 se consultan tomando como n el valor redondeado del tamaño promedio de los subgrupos.

Como el cálculo tanto de la media como de la desviación estandar con ponderación es laborioso, podemos hacer una estimación de estos números basándonos en la siguiente regla: Si el subgrupo más grande no supera al más pequeño en más de dos veces su tamaño, el cálculo con media y desviación estandar no ponderadas se considera suficientemente correcto. (ITESM, 1990)

3.11.3. GRAFICA DE MEDIANAS Y RANGOS

Esta gráfica es la herramienta estadística que permite evaluar el comportamiento del proceso a partir de la mediana y el rango, la parte superior registra el valor medio de la característica de calidad en estudio, y la parte inferior indica la variabilidad de la misma. La mediana proporciona la medida de tendencia central y el rango mide la variabilidad del proceso.

Para la elaboración de la gráfica de medias y rangos es conveniente trabajar con subgrupos de igual tamaño. Se sugiere que éstos sean de 5, 7 ó 9 observaciones cada uno, para reforzar la idea clave de simplicidad de esta gráfica. El usar tamaños pares o muy grandes ocasionaría cálculos aritméticos engorrosos, los cuales se pretende evitar.

La distribución muestral de las medianas de una serie de subgrupos tiene un valor medio igual al promedio de las medianas, y un error estandar que puede ser estimado usando un factor, A_6 (ver tabla No. 2), que se basa en el tamaño del subgrupo, asumiendo que la característica crítica sea estable y se distribuya normal:

$$\sigma_{Me} = (A_6/3) \bar{R}$$

Donde el valor medio de los rangos proporciona la ecuación de la línea central de rangos:

$$\bar{R} = \frac{\sum_{i=1}^n R_i}{n}$$

Como se vió antes, los límites de control para los rangos están dados por

$$LSC_{\bar{R}} = D_4 \bar{R}$$

$$LIC_{\bar{R}} = D_3 \bar{R}$$

Los valores de los factores D_3 y D_4 dependen de n , el tamaño del subgrupo, y se dan en la tabla No. 2 del apéndice de tablas.

La línea central de la gráfica de medianas corresponde a la media aritmética de las medianas:

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\sum_{i=1}^n \tilde{X}_i}{n}$$

Utilizando la relación del error estándar mostrada arriba podemos formar los límites de control para medianas:

$$LSC_{\bar{X}} = \bar{\bar{X}} + A_6 \bar{R}$$

$$LIC_{\bar{X}} = \bar{\bar{X}} - A_6 \bar{R}$$

Al elaborar la gráfica de medianas (con n impar), se recomienda graficar para cada subgrupo todos los valores de la variable, que incluyen, naturalmente, la mediana. De esta manera, el usuario tiene a su disposición ventajas tales como percibir la amplitud de la variable de calidad en estudio y ver el comportamiento dinámico del proceso: se puede, además, comparar el rendimiento de procesos similares o de un solo proceso por etapas.

3.11.4. GRAFICA DE CONTROL DE LECTURAS INDIVIDUALES

En los casos referidos la gráfica de control de lecturas o mediciones individuales es el instrumento estadístico adecuado para controlar un proceso.

La distribución muestral de las mediciones individuales para un proceso con distribución normal y en estado de control estadístico, tenemos :

$$\mu = \bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + \dots + X_n}{n}$$

(esto es la media aritmética de los datos, que determina la línea central de la gráfica de las lecturas) y desviación estandar dada por

$$\sigma' = \frac{\bar{R}}{d_2}$$

Donde R es la media de los rangos, y constituye la línea central de la gráfica de rangos:

$$\bar{R} = \frac{R_1 + R_2 + \dots + R_{n-1}}{n-1}$$

La distribución muestral del rango, para una variable normal, y subgrupos de tamaño sugerido entre 2 y 9, tiene un valor medio expresado por

$$\mu_R = \bar{R} = d_2 \sigma'$$

y desviación estandar (o error estandar del rango)

$$\sigma_R = d_3 \sigma'$$

donde σ es la desviación estandar del proceso.

Los valores de las constantes d_2 y d_3 se dan en la tabla No. 2 del Apéndice de tablas, y dependen del tamaño de los subgrupos (aunque se ha mencionado que el rango usado es el rango móvil, en algunos casos se definen subgrupos de tamaño diferente a $n = 2$).

El usuario de la gráfica de lecturas individuales debe tener cuidado al interpretar las tendencias, pues los rangos no son independientes, sino están correlacionados.

Los límites de control, para un nivel de confianza de 99.73%, corresponden a una variación de ± 3 -sigma del estadístico en cuestión. Para la variable misma, las lecturas individuales, se tienen los límites de control de \bar{X} :

$$LSC_{\bar{X}} = \bar{X} + 3 \sigma = \bar{X} + 3 (R/d_2) = \bar{X} + E_2 R$$

$$LIC_{\bar{X}} = \bar{X} - 3 \sigma = \bar{X} - 3 (R/d_2) = \bar{X} - E_2 R$$

Los límites de control para la parte de rangos son los siguientes:

$$LSC_R = R + 3 \sigma_R = d_2 \sigma + 3 d_3 \sigma = R D_4$$

$$LIC_R = R - 3 \sigma_R = d_2 \sigma - 3 d_3 \sigma = R D_3$$

Donde $D_4 = 1 + 3(d_3/d_2)$ y $D_3 = 1 - 3(d_3/d_2)$. Los valores de las constantes D_3 y D_4 aparecen en la tabla No. 2 del Apéndice (debe recordarse que la variabilidad del proceso debe estar dentro de control antes de construir la parte correspondiente a las lecturas).

E_2 = Es la cantidad de desviaciones estándar deseadas divididas entre el factor d_2 el cual es un valor dado de acuerdo al tamaño de la muestra. Por lo tanto si deseamos $\pm 3\sigma$ de confiabilidad :

$$E = \frac{3}{d_2}$$

4.0. ASEGURAMIENTO DE METODOS ANALITICOS

ASEGURAMIENTO DE METODOS ANALITICOS: Es el proceso por el cual se demuestra de manera prospectiva o retrospectiva que la capacidad de un método satisface los requisitos para las aplicaciones analíticas deseadas. Cuando se aplica a métodos nuevos se denomina validación de métodos analíticos.

VALIDACION PROSPECTIVA: Evidencia documentada de que un método analítico cumple su propósito basado en un protocolo preplaneado.

VALIDACION RETROSPECTIVA: Evidencia documentada de que un método analítico cumple su propósito, basado en la revisión y análisis de información histórica.

4.1. OBJETIVO DEL ASEGURAMIENTO DE METODOS ANALITICOS

El objetivo del presente procedimiento es describir la forma operativa de validar un método analítico.

4.2. REQUISITOS MINIMOS PARA EL ASEGURAMIENTO DE METODOS ANALITICOS

Debido al gran incremento de nuevos productos y la gran competitividad comercial, se requiere que el producto que salga a la venta sea de la más alta calidad, es por ello que el laboratorio de Control de Calidad debe garantizar la buena calidad del producto y para ello requiere de un laboratorio en óptimas condiciones de funcionamiento (equipos calibrados y todas sus técnicas analíticas validadas).

Una parte integral del desarrollo de un método analítico es la validación del mismo, es decir, el método debe probarse para determinar su efectividad. La validación generalmente incluye una evaluación de la precisión, linealidad y exactitud, y proporciona una medida del comportamiento del método.

La validación del método puede definirse como el proceso por el cual queda establecido, por estudios de laboratorio, que la capacidad del método satisface los requisitos para las aplicaciones analíticas deseadas.

La capacidad se expresa en este caso en términos de parámetros analíticos.

El proceso de validación de un método en particular está basada en principios científicos adecuados y ha sido optimizado para propósitos prácticos de medición, (Midgley D., 1977)

4.3. TECNICAS ANALITICAS

En general, los análisis practicados en los laboratorios industriales pueden dividirse en:

- 1.- Análisis de materias primas
- 2.- Análisis de productos intermedios

3.- Análisis de productos terminados.

En los tres casos las técnicas utilizadas en los análisis podrán ser de tipo físico, químico, físico-químico, microbiológico y biológico. Todo análisis que se practique deberá estar convenientemente identificado y registrado en forma permanente, indicando con toda claridad el origen del método utilizado, a fin de que si se desea, se pueda examinar con facilidad la fuente original consultada.

4.4. METODOS ANALITICOS

En general los métodos analíticos que se llevan a cabo pueden comprender identificación, determinación de impurezas y valoración cuantitativa. Las características fundamentales que deben poseer los métodos analíticos son especificidad, sensibilidad, exactitud y precisión. Estas características deberán comprobarse empleando las técnicas estadísticas adecuadas. Los métodos analíticos pueden dividirse por su origen en cinco grupos:

1.- Métodos analíticos Farmacopéicos: Son aquellos que aparecen en la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. Si por alguna razón éstos no pudieran aplicarse, se utilizarán los métodos consignados en las Farmacopeas de otros países. Cuando estos métodos se utilizan para el análisis de materias primas, no es indispensable comprobarlos estadísticamente. Sin embargo, cuando se trata de formas farmacéuticas se debe tener presente que debido a la gran variedad de formulaciones existentes, los resultados pueden no ser satisfactorios y entonces es deseable comprobar la validez de método en el caso particular que se está analizando.

2.- Métodos analíticos Oficiales: Se consideran métodos oficiales aquellos que aparecen consignados en textos como A.O.A.C (Association of Official Analytical Chemists), ASTM (American Society for testing and materials), Códex, etc.. Como estos métodos generales son sometidos a estudios estadísticos antes de ser incluidos en estos textos, no es indispensable comprobarlos antes de su empleo para el análisis de materias primas. Para productos terminados valen las mismas consideraciones que para los métodos farmacopéicos.

3.- Métodos analíticos no Oficiales: Estos métodos son aquellos que aparecen en la literatura técnica, algunas veces como métodos tentativos o propuestos para su inclusión en farmacopeas y demás textos oficiales. Tanto para su empleo en el análisis de materias primas como en el de productos terminados, estos métodos deberán ser comprobados previamente a su utilización verificando su especificidad, sensibilidad, exactitud y precisión, aplicando en cada caso los métodos estadísticos necesarios.

4.- Métodos analíticos desarrollados internamente en el laboratorio para Materias primas Intermedios y Productos terminados: Cuando no existan métodos analíticos correspondientes a los métodos oficiales y no oficiales o bien cuando por alguna razón

particular éstos no puedan utilizarse. Estos métodos deben ser comprobados internamente por el laboratorio.

5.- Métodos analíticos Desarrollados por el solicitante del análisis: En algunos casos, el solicitante del análisis proporcionará su propio método analítico (como en el caso de un método particular enviado con la solicitud del registro del medicamento ante la SS). En estos casos el método se considerará como ya comprobado, el laboratorio lo aplicará al análisis de la muestra y se limitará a reportar los resultados obtenidos con dicho método. (Rampazo P., 1990)

4.5. SISTEMAS DE MEDICION EN EL ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO

El análisis químico puede ser definido como la aplicación de los procedimientos de la química analítica cuantitativa para:

- a) El análisis y determinación de la pureza y calidad de los principios activos, especialmente los que se señalan en las farmacopeas oficiales.
- b) El análisis de los constituyentes químicos encontrados en el cuerpo humano cuyas concentraciones son alteradas durante las enfermedades, sirve como una ayuda de diagnóstico en la medicina.
- c) El análisis de agentes medicinales y sus metabolitos encontrados en sistemas biológicos.

Los métodos de análisis en la química cuantitativa pueden ser subdivididos de acuerdo al siguiente procedimiento cada uno de los cuales requieren una técnica especial:

1.- TECNICAS ESPECTROSCOPICAS:

Espectrofotometría de visible y ultravioleta

Espectrofotometría de fluorescencia y fosforescencia

Espectrometría atómica (emisión y absorción)

Espectrofotometría de infrarrojo

Espectroscopia raman

Espectroscopia de rayos X

Técnicas radioquímicas, incluyendo el análisis por activación

Espectroscopia de resonancia magnetica nuclear

Espectroscopia de resonancia de espin electronico

2.- TECNICAS ELECTROQUIMICAS

Potenciometría

Voltamperometria

Técnicas voltamperométricas

Técnicas de redisolución
Técnicas amperométricas
Coulombimetría
Electrogravimetría
Técnicas de conductancia

3.- TECNICAS CROMATOGRAFICAS

Cromatografía de gases
Técnicas de cromatografía líquida de alta resolución

4.- TECNICAS DIVERSAS

Análisis térmico
Espectrometría de masas
Técnicas cinéticas

5.- TECNICAS CONJUNTADAS O ACOPLADAS

CG-EM (cromatografía de gases-espectrometría de masas)
PAI-EM (plasma con acoplamiento inductivo-espectrometría de masas)
CG-IR (cromatografía de gases-espectrometría de infrarrojo)
EM-EM (espectrometría de masas-espectrometría de masas)

(Willard H.H., 1988)

4.6. ERROR DE UN METODO ANALITICO

El error de un método analítico debe evaluarse para determinar la exactitud y establecer la precisión del método analítico.

Error de un método analítico = Error Sistemático + Error Aleatorio.

ERROR SISTEMATICO. Los errores que pueden ser atribuidos, por lo menos en teoría a causas definidas se llaman errores determinados o sistemáticos. Un error sistemático por lo general es unidireccional con respecto al valor verdadero, en contraste con los errores indeterminados. Estos errores a menudo son reproducibles y en muchos casos se pueden predecir por una persona que entienda por completo todos los aspectos de la medición. Ejemplos del origen de errores sistemáticos son: una pesa corroída, una bureta mal calibrada, una impureza en el reactivo, la solubilidad apreciable de un precipitado.

ERROR ALEATORIO: La fuente del error aleatorio está en la naturaleza intrínsecamente incierta de las técnicas de medición, este tipo de error se presenta en cada análisis. Los ruidos térmico de golpeteo y fluctuación, son fuente de error aleatorio. La magnitud del

error citado es pequeña, generalmente, y por lo tanto puede minimizarse por métodos de filtrado (Ya sea por equipo o por programas).

El error sistemático se divide en:

1.- Constante o absoluto: Algunas veces, la magnitud de un error determinado es casi constante en una serie de análisis, sin considerar el tamaño de la muestra. Por ejemplo, el volumen consumido en una prueba en blanco que no se corrige durante una serie de titulaciones. Algunos autores han utilizado el término aditivo para este tipo de error. La significancia de un error constante en general en general disminuye conforme aumenta el tamaño de la muestra, ya que por lo común no estamos tan interesados en el valor absoluto de un error como lo estamos en su valor relativo a la magnitud de la cantidad medida.

2.- Proporcional o relativo: El valor absoluto de este tipo de errores varía con el tamaño de la muestra en tal forma que el error relativo permanece constante. Una substancia que interfiere en un método analítico puede conducir a este error si se encuentra presente en la muestra. Por ejemplo, en la determinación yodométrica de un oxidante como el clorato, otro agente oxidante como el yodato o el bromato podría ocasionar resultados altos si su presencia no se sospechara y no se corrigiera. El tomar una muestra más grande incrementaría el error absoluto, pero el error relativo permanecería constante siempre y cuando la muestra fuera homogénea. Se pueden encontrar errores que varían con el tamaño de la muestra, pero no de una manera exactamente lineal.

Las fuentes de error sistemático pueden ser:

- 1.- Errores instrumentales
- 2.- Errores de método
- 3.- Errores operativos.
- 4.- Errores personales

PROCEDIMIENTOS PARA EVALUAR EL ERROR SISTEMATICO:

1.- RECOBRO EXPERIMENTAL A UN PORCENTAJE FIJO (Para evaluar el error constante).

2.- LINEALIDAD (Para evaluar el error proporcional) : La linealidad del método de medición permite detectar el error proporcional de un método analítico. Los tipos de error proporcional son :

- 1.- Consistente: cuando $y = mx$ $m \neq 1$
- 2.- Constante : cuando $y = x + b$
- 3.- Curvilínea : cuando $y \neq mx + b$

4.- Sin error proporcional : cuando $y = x$

$$\% \text{ RECOBRO EXPERIMENTAL} = \frac{\text{CANTIDAD RECUPERADA}}{\text{CANTIDAD ADICIONADA}} * 100$$

(Alcantara A., 1993)

4.7. EXACTITUD Y REPETIBILIDAD DE METODO

4.7.1. DEFINICION DE EXACTITUD

La exactitud de un método analítico es la concordancia entre un valor obtenido experimentalmente y el valor de referencia. Se expresa como el porcentaje de recobro obtenido del análisis de muestras a las que se les ha adicionado cantidades conocidas de la substancia (Taylor J.K., 1983)

4.7.2. DETERMINACION DE EXACTITUD:

Se debe cuando menos analizar 6 muestras cargadas con el 100% del principio activo, de manera independiente, por un mismo analista y en las mismas condiciones de análisis.

Un analista debe preparar de manera independiente, por lo menos 6 muestras adicionadas al 100% de la cantidad del principio activo indicada en la fórmula unitaria y recuperar la substancia de interés mediante el método de medición, bajo las mismas condiciones de análisis (Dols T.J. and Armbrecht B., 1964)

4.7.3. CRITERIO DE EXACTITUD:

El intervalo de confianza (IC) para la media, debe incluir el 100%.

$$IC = y \pm t (n-1, 0.975)$$

El coeficiente de variación (CV) del método debe cumplir con el propósito para el cual va a ser empleado.

$$CV = \frac{S}{X} * 100$$

NOTA: Si en el momento de hacer la linealidad del método (ver punto 4.8.) se trabajan diferentes concentraciones cuando menos por quintuplicado, la exactitud del método se puede determinar de los valores de linealidad, estos valores los podemos obtener del protocolo de calculo para evaluar la linealidad del punto 4.8.7. en el inciso No. 7 podemos saber si hay una relación significativa entre la cantidad adicionada y la propiedad

medida. O si existe una falta de ajuste a la relación lineal simple entre cantidad adicionada y propiedad medida. (Mc Arthur D.S., 1964)

4.7.4. DEFINICION REPETIBILIDAD DE METODO:

Repetibilidad: se refiere a la precisión de un método analítico expresado como la concordancia entre determinaciones independientes realizadas por un solo analista, usando los mismos aparatos y equipos.

Reproducibilidad: Es la precisión de un método analítico expresado como la concordancia entre determinaciones independientes realizadas por diferentes analistas, en diferentes días, en el mismo y/o diferentes equipos.

Reproducibilidad + Repetibilidad = Precisión

El término precisión se refiere a la concordancia que tienen entre sí un grupo de resultados experimentales, no tienen relación con el valor real. Los valores precisos pueden ser inexactos, ya que un error que causa desviación del valor real puede afectar todas las mediciones en igual forma y por consiguiente no perjudicar su precisión. Un error determinado que lleva a la inexactitud puede no afectar la precisión, dependiendo de que tan constante permanezca a lo largo de una serie de mediciones. La precisión se expresa por lo general en términos de la desviación estándar, la desviación media o el rango. (Wilson T.M.)

4.7.5. DETERMINACION REPETIBILIDAD DE METODO:

El 95% de la información analítica se localiza en el intervalo Donde:

μ = Media

σ = Desviación estándar poblacional

s = Desviación estándar.

$$\mu \pm 1.96 \sigma$$

El valor de 1.96 se obtiene de la tabla de t de Student, de la siguiente forma:

Se requiere que el 95% de los datos se encuentre en el intervalo, por lo tanto nos queda un 5% fuera del intervalo (100-95=5). Como es una distribución binomial con 2 colas, este 5% se divide entre 2 y obtenemos $0.05/2=0.025$ y $1-0.025=0.975$. Buscamos estos valores en la tabla de t de Student y obtenemos una $Z=1.96$

El estimador de σ es S , por lo que el intervalo se convierte en: $\mu \pm 1.96 S$

$$\text{Repetibilidad (R)} = \pm 1.96 S$$

La amplitud máxima (A) permitida de las determinaciones analíticas es: $A = 2 * 1.96 S$

Y en términos relativos es: $A = 2 * 1.96 CV$

Intervalo de confianza (IC) para el coeficiente de variación poblacional (CV). Donde:

PR = Porcentaje de recuperación

t = t de Student

CV = Coeficiente de variación

n = Número de recobros.

$$PR \left(cv - \frac{t_{0.975} \cdot c \cdot v}{2\sqrt{n}} < CV < cv + \frac{t_{0.975} \cdot c \cdot v}{2\sqrt{n}} \right) = 0.95$$

4.7.6. CRITERIO DE REPETIBILIDAD DE METODO:

El coeficiente de variación (CV) dependerá del tipo de método :

METODO	CV
Cromatograficos	< 2 %
Quimicos y espectrofotometricos	< 3 %
Microbiologicos	< 5 %

$$CV = \frac{S}{\bar{X}} \times 100$$

(Mitchell J.A., 1947)

4.7.7. IMPORTANCIA:

La exactitud es importante de acuerdo al uso o aplicación que esta tenga como fin. Porque deberá cumplir con ciertos parámetros de referencia los cuales sirven de apoyo para asegurarnos que el porciento de recobro de algún producto está cumpliendo con la especificación establecida.

4.7.8. APLICACIONES:

Se usa de manera ilimitada con fines prácticos en métodos de prueba y de verificación. En la calibración estandar de equipos y de instrumentos, en la determinación de un recobro experimental en el cual usamos un estandar de referencia que se compara con el experimental.

4.7.9. PROTOCOLO DE CALCULO PARA EVALUAR EXACTITUD AL 100%

1) Tabular los resultados de porciento recuperado (Y).

$$\% \text{ DE RECUPERADO} = \frac{\text{ABSORCION DEL PROBLEMA}}{\text{ABSORCION DEL PATRON}} * 100$$

$$\text{CANTIDAD RECUPERADA} = \frac{\text{ABSORCION DEL PROBLEMA}}{\text{ABSORCION DEL PATRON}} * \text{CANTIDAD ADICIONADA}$$

% Recuperado (Y)

2) Calcular la suma del por ciento recuperado (Σy), la suma de cuadrados del por ciento recuperado (Σy^2) y determinar suma de cuadrados del número de recobros (n).

$$\Sigma y = \underline{\hspace{10em}}$$

$$\Sigma y^2 = \underline{\hspace{10em}}$$

$$n = \underline{\hspace{10em}}$$

3) Calcular la media aritmética (\bar{x}) y la desviación estandar (s) del por ciento recuperado, con la siguiente ecuación:

Donde:

Σy = Suma del por ciento recuperado

Σy^2 = Suma de cuadrados del por ciento recuperado

n = Número de recobros.

$$\bar{x} = \frac{\Sigma y}{n}$$

$$s = \sqrt{\frac{n * \Sigma y^2 - (\Sigma y)^2}{n(n-1)}}$$

4) Determinar en la tabla de distribución de "t" de Student (ver tabla No. 1 del apéndice) el valor de t (n-1, 0.975):

INTERVALO DE CONFIANZA PARA PORCIENTO DE RECOBRO

5) Calcular el intervalo de confianza para el porcentaje recuperado (IC (M)) con la siguiente ecuación:

$$IC (M) = y \pm t (n-1, 0.975) \frac{s}{\sqrt{n}}$$

PROCEDIMIENTO PARA EVALUAR LA REPETIBILIDAD DEL METODO DE MEDICION

6) Calcular la repetibilidad del método de medición (R) con la siguiente ecuación:

Donde:

R = Repetibilidad

S = Desviación estandar.

$$Repetibilidad (R) = \pm 1.96 * s$$

4.7.10. CASO ESPECIFICO

(Tomado de bibliografía sin indicar el tipo de determinación)

EXACTITUD DEL METODO AL 100%

CANTIDAD ADICIONADA	ABSORCION
80	0.525
80	0.526
80	0.523
80	0.529
80	0.520
80	0.526
80	0.521
80	0.525
80	0.524
80	0.525

CANTIDAD DEL PATRON80 mg

ESTANDAR REFERENCIA ... 100 %

ABSORCION DEL PATRON0.526

$$\% \text{ DE RECUPERADO (Y)} = \frac{\text{ABSORCION DE LA MUESTRA}}{\text{ABSORCION DEL PATRON}} * 100$$

$$\text{CANTIDAD RECUPERADA (Y)} = \frac{\text{ABSORCION DE LA MUESTRA}}{\text{ABSORCION DEL PATRON}} * \text{CANTIDAD ADICIONADA}$$

PROCEDIMIENTO DE CALCULO PARA EVALUAR EXACTITUD AL 100 %

1) Tabular los resultados de porciento recuperado (Y).

Cantidad Recuperada (Y)	Porciento Recuperado (% Y)
79.8479	99.81
80.0000	100.00
79.5437	99.43
80.4562	100.57
79.0874	98.86
80.000	100.00
79.2395	99.05
79.8479	99.81
79.6958	99.62
79.8479	99.81

2) Calcular la suma del porciento recuperado (Σy), la suma de cuadrados del porciento recuperado (Σy^2) y determinar suma de cuadrados del número de recobros (n).

$$\Sigma y = 996.9582$$

$$\Sigma y^2 = 99394.7483$$

$$n = 10$$

3) Calcular la media aritmética (\bar{x}) y la desviación estandar (s) del porcentaje recuperado (PR), con la siguiente ecuación:

$$\bar{x} = \frac{\sum y}{n} = \frac{996.9582}{10} = 99.6958$$

$$s = \sqrt{\frac{n * \sum y^2 - (\sum y)^2}{n(n-1)}} = \sqrt{\frac{10(99394.7483) - (996.9582)^2}{10(10-1)}}$$

$$s = 0.4925$$

4) Determinar en la tabla de distribución de "t" de Student (ver tabla No. 1, apendice) el valor de t ($t_{(n-1, 0.975)}$):

$$t_{(n-1, 0.975)} = 2.2622$$

INTERVALO DE CONFIANZA PARA PORCIENTO DE RECOBRO

5) Calcular el intervalo de confianza para el porcentaje recuperado (IC (M)) con la siguiente ecuación:

$$IC (M) = y \pm t_{(n-1, 0.975)} \frac{s}{\sqrt{n}} = 99.6958 \pm 2.2622 (0.4925) / \sqrt{10}$$

$$IC (M) = 99.3435 \text{ y } 100.0481$$

PROCEDIMIENTO PARA EVALUAR LA REPETIBILIDAD DEL METODO DE MEDICION

6) Calcular la repetibilidad del método de medición (R) con la siguiente ecuación:

$$\text{Repetibilidad (R)} = \pm 1.96 * s = 1.96 * 0.4925 = 0.9653$$

$$\% \text{ de Repetibilidad (R)} = 0.9653 * 100 = 96.53 \%$$

CV = Coeficiente de Variación

$$CV = s / \bar{Y} * 100 = (0.4925 / 99.6958) * 100$$

$$CV = 0.4940$$

4.7.11. CONCLUSION DEL CASO ESPECIFICO

* Dado que el intervalo de confianza IC (M) de la pendiente incluye al 100%.

$$IC (M) = y \pm t_{(n-1, 0.975)} \frac{s}{\sqrt{n}} = 99.6958 \pm 2.2622 (0.4925) / \sqrt{10}$$

$$(100.0481 > 100 > 99.3435)$$

Se concluye que el método es exacto, ya que el intervalo de confianza de la pendiente IC(M) incluye al 100.

* El % de repetibilidad (R) = $\pm 1.96 * s * 100$

$$R = \pm 1.96 * 0.4925$$

$$R = \pm 96.53 \%$$

Este valor de repetibilidad (R) nos quiere decir que el 96.53% de nuestros datos son precisos. Por lo tanto concluimos que el método es preciso, tomando en cuenta que requerimos una confianza del 95% para decir que nuestro método es confiable.

$$96.53 > 95.00$$

* El coeficiente de variación (CV) establecido en el criterio para la determinación de la precisión del método es obtener un $CV < 1.5\%$

$$CV = 0.4940$$

$$0.4940 < 1.5$$

Por lo tanto se concluye que el método de medición es preciso. (Alcantara P.A., 1993)

4.8. LINEALIDAD DEL SISTEMA DE MEDICION

4.8.1. DEFINICION

Es la relación que se establece mediante un modelo lineal entre una propiedad física, química y/o biológica con la cantidad de estandar de referencia.

4.8.2. DETERMINACION

Un analista debe preparar por lo menos 3 diluciones como minimo por duplicado, de manera independiente, a partir de una solución patrón, midiendo su propiedad bajo las mismas condiciones de medición. La linealidad debe incluir por lo menos el intervalo de la especificación del método analítico.

4.8.3. CRITERIOS:

A) La relación entre la concentración y la propiedad medida, debe ser altamente significativa.

B) El coeficiente de determinación de la relación lineal (R) simple debe ser mayor a 0.98 y/o la falta de ajuste a la relación lineal simple, no debe ser estadísticamente significativa.

$$r^2 > 0.98$$

Donde:

b = Ordenada al origen

r = Correlación lineal

C) La ordenada al origen de la relación lineal simple, (r) concentración, propiedad medida, debe ser estadísticamente igual a cero. $b = 0$

4.8.4. LINEALIDAD DEL SISTEMA:

Se determina construyendo, una curva de calibración de una misma solución patrón utilizando cuando menos 5 diluciones y haciendo análisis por duplicado para cada dilución.

El intervalo entre las concentraciones a analizar dependerá del propósito del método; para propósitos de control de calidad y de seguimiento de la estabilidad de un estándar, deberá ser incluido el 100% de la fórmula unitaria. (Mandel J. and Linnio F.J., 1957)

4.8.5. IMPORTANCIA

La linealidad del sistema de medición es importante porque gracias a ella nos damos cuenta del grado de pureza de los productos, también podemos conocer que potencia tiene algunos fármacos, ya que si no se usan adecuadamente algunos pueden ser tóxicos o dañinos a la salud o por el contrario algunos pueden venir bajos en su potencia del principio activo y no se obtendrían resultados favorables. También se usa para conocer la respuesta del instrumento de medición.

4.8.6. APLICACIONES:

Se usa en el análisis y determinación de la pureza y calidad de los estándares de referencia usados en los laboratorios, sirve también como una ayuda de diagnóstico en la medicina.

4.8.7. PROTOCOLO DE CALCULO PARA EVALUAR LA LINEALIDAD DEL SISTEMA DE MEDICION

1.- Tabular los resultados con base al siguiente formato:

CANTIDAD ADICIONADA (x)	PROPIEDAD MEDIDA (y)	TOTAL (Yi)
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

2.- Calcular la suma de la cantidad adicionada (Σx), la suma de cuadrados de la cantidad adicionada (Σx^2), la suma de la propiedad medida (Σy), la suma de cuadrados de la propiedad medida (Σy^2), la suma del producto de la cantidad adicionada por la propiedad medida (Σxy), la suma de cuadrados de los totales (ΣYi^2) y determinar el número de replicaciones por concentración

(r) y el número de pares ordenados (n = r t).

$$\Sigma x = \underline{\hspace{2cm}} \qquad \Sigma y = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$\Sigma x^2 = \underline{\hspace{2cm}} \qquad \Sigma y^2 = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$\Sigma xy = \underline{\hspace{2cm}} \qquad \Sigma Yi^2 = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$t = \underline{\hspace{2cm}} \qquad r = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$n = r t = \underline{\hspace{2cm}} \qquad \bar{x} = \underline{\hspace{2cm}}$$

3.- Calcular el valor de la pendiente (m) y el valor de la ordenada al origen (b), con las siguientes ecuaciones:

$$m = \frac{n * \Sigma xy - \Sigma x * \Sigma y}{n * \Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}$$

$$b = \frac{\Sigma y - m * \Sigma x}{n}$$

CONSTRUCCION DE LA TABLA DEL ANALISIS DE LA VARIANZA.

4.- Calcular la suma de cuadrados de regresión (SCr) y la suma de cuadrados del error de regresión (SCer) con las siguientes ecuaciones:

$$SCr = m * \Sigma xy + b (\Sigma y) - ((\Sigma y)^2) / n)$$

$$SCer = \Sigma y^2 - m (\Sigma xy) - b (\Sigma y)$$

5.- Calcular la suma de cuadrados del error puro (SCep) y la suma de cuadrados de la falta de ajuste (SCfa) con las siguientes ecuaciones:

Donde:

SCer = suma de cuadrados de error de regresión.

r = Número de replicaciones.

$$SCep = \Sigma y^2 - ((\Sigma Yi^2) / r)$$

$$SCfa = SCer - SCep$$

6.- Construir la tabla del análisis de la varianza con base a la siguiente tabla:

TABLA DEL ANALISIS DE LA VARIANZA

FUENTE DE VARIACION	GRADOS DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	MEDIA DE CUADRADOS	F CAL.
REGRESION	1	SCr	SCr	fr = SCr / MCer
ERROR DE REGRESION	n - 2	SCer	SCer / gler	
FALTA DE AJUSTE	(n-2)-t(r-1)	Scfa	Scfa / glfa	ffa = MCfa / MCep
ERROR PURO	t(r-1)	SCep	Scpe / glep	

• F CAL. = f calculada en la tabla

7- Determinar en la tabla de distribución de Fisher "F" (ver tabla No. 3 del apéndice) los valores para:

$$F_{(gl\ r, gl\ er, 0.01)} \text{ y } F_{(gl\ fa, gl\ ep, 0.05)}$$

$$F_{(1, n-2; 0.01)} = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$F_{((n-2)-(r-1); (r-1); 0.05)} = \underline{\hspace{2cm}}$$

8.- Establecer la decisión con base a la siguiente regla:

Si $fr \geq F_{(gl\ r, gl\ er, 0.01)}$: Existe una relación altamente significativa entre la cantidad adicionada y la propiedad medida.

Si $fr < F_{(gl\ r, gl\ er, 0.01)}$: No existe una relación altamente significativa entre la cantidad adicionada y la propiedad medida.

Si $ffa \geq F_{(gl, r, gl\ er, 0.05)}$: Existe falta de ajuste a la relación lineal simple cantidad adicionada propiedad medida.

Si $ffa < F_{(gl, r, gl\ er, 0.05)}$: No existe falta de ajuste a la relación lineal simple cantidad adicionada propiedad medida.

Donde :

fr = f calculada de la regresión

ffa = f calculada de la falta de ajuste

9.- Calcular el coeficiente de determinación (r^2) através de la siguiente ecuación:

$$r = \sqrt{\frac{(n(\sum xy) - (\sum x)(\sum y))^2}{(n(\sum x^2) - (\sum x)^2)(n(\sum y^2) - (\sum y)^2)}}$$

CONSTRUIR DEL INTERVALO DE CONFIANZA PARA LA ORDENADA AL ORIGEN

10.- Calcular desviación estandar de la regresión ($S_{y.x}$) con la siguiente ecuación:

Donde:

SCer = Suma de cuadrados de error de regresión.

gler = Grados de libertad de error de regresión.

$$S_{y.x} = \sqrt{(SC_{\text{regresión}} / \text{glor})}$$

11.- Calcular la desviación estandar de la ordenada al origen (Sb):

$$S_b = S_{y.x} \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{\bar{x}^2}{(\sum x^2) - (\sum x)^2 / n}}$$

12.- Determinar en la tabla de distribución "t" de Student, el valor para $t_{(n-2, 0.0975)}$

$$t_{(n-2, 0.0975)} = \underline{\hspace{2cm}}$$

13.- Calcular el intervalo de confianza para la ordenada al origen (IC(B)), por medio de la siguiente ecuación:

$$IC(B) = b \pm t_{(n-2, 0.0975)} * (S_b)$$

$$IC(B) = \underline{\hspace{2cm}}$$

4.8.8. CASO ESPECIFICO

(Tomado de bibliografía sin indicar el tipo de determinación)

LINEALIDAD DEL SISTEMA DE MEDICION

CONCENTRACION (mg/100 ml)	%	ABSORBANCIA		
0.963	60	0.315	0.314	0.314
1.284	80	0.417	0.417	0.418
1.605	100	0.522	0.521	0.521
1.926	120	0.629	0.629	0.629

PROCEDIMIENTO DE CALCULO PARA EVALUAR LA LINEALIDAD DEL SISTEMA DE MEDICION.

1.- Tabular los resultados con base al siguiente formato:

CANTIDAD ADICIONADA (x)	PROPIEDAD MEDIDA (y)	TOTAL (Yi)
0.963	0.315	
0.963	0.314	
0.963	0.314	0.943
1.284	0.417	
1.284	0.417	
1.284	0.418	1.252
1.605	0.522	
1.605	0.521	
1.605	0.521	1.564
1.926	0.629	
1.926	0.629	
1.926	0.629	1.887

2.- Calcular la suma de la cantidad adicionada (Σx), la suma de cuadrados de la cantidad adicionada (Σx^2), la suma de la propiedad medida (Σy), la suma de cuadrados de la propiedad medida (Σy^2), la suma del producto de la cantidad adicionada por la propiedad medida (Σxy), la suma de cuadrados de los totales (ΣYi^2) y determinar el número de replicaciones por concentración (R) y el número de pares ordenados ($n = r t$).

$$\Sigma x = 17.334$$

$$\Sigma y = 5.646$$

$$\Sigma x^2 = 26.5846$$

$$\Sigma y^2 = 2.82121$$

$$\Sigma xy = 8.6602$$

$$\Sigma Yi^2 = 8.4636$$

$$t = 4$$

$$r = 3$$

$$n = r t = 12$$

$$\bar{x} = 1.4444$$

3.- Calcular el valor de la pendiente (m) y el valor a la ordenada al origen (b), con las siguientes ecuaciones:

$$m = \frac{n * \sum xy - \sum x * \sum y}{n * \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$m = \frac{12 * 8.6602 - 17.334 * 5.646}{12 * 26.5846 - (17.334)^2}$$

$$m = 0.3264$$

$$b = \frac{\sum y - m * \sum x}{n}$$

$$b = \frac{5.646 - 0.3264 * 17.334}{12}$$

$$b = -0.0011$$

CONSTRUCCION DE LA TABLA DEL ANALISIS DE LA VARIANZA

4.- Calcular la suma de cuadrados de regresión (SCr) y la suma de cuadrados del error de regresión (SCer) con las siguientes ecuaciones:

$$SCr = m * \sum xy + b (\sum y) - ((\sum y)^2 / n)$$

$$SCr = 0.3264 * 8.6602 - 0.0011 (5.646) - ((5.646)^2 / 12)$$

$$SCr = 0.1640$$

$$SCer = \sum y^2 - m (\sum xy) - b (\sum y)$$

$$SCer = 2.82121 - (0.3264) (8.6602) - (-0.0011) (5.646)$$

$$SCer = 0.000811$$

5.- Calcular la suma de cuadrados del error puro (SCep) y la suma de cuadrados de la falta de ajuste (SCfa) con las siguientes ecuaciones:

Donde:

r = número de repeticiones.

$$SCep = \sum y^2 - ((\sum Yi)^2 / r)$$

$$SCep = (2.82121) - ((8.4636)^2 / 3)$$

$$SCep = 0.000010$$

$$SCfa = SCer - SCep$$

$$Scfa = 0.000811 - 0.000010$$

$$Scfa = 0.000811$$

6.- Construir la tabla del análisis de la varianza con base a la siguiente tabla:

TABLA DEL ANALISIS DE LA VARIANZA

FUENTE DE VARIACION	GRADOS DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	MEDIA DE CUADRADOS	f
REGRESION ERROR DE	1	0.1640	0.1640	2050.00
REGRESION FALTA DE	10	0.00081	0.00008	
AJUSTE ERROR PURO	2	0.00081	0.00040	40.00

7.- Determinar en la tabla de distribución de Fisher "F" los valores para:

$$F_{(gl\ r, gl\ er; 0.01)} \text{ y } F_{(gl\ fa, gl\ ep; 0.05)}$$

$$F_{(1, n-2; 0.01)} = 10.04$$

$$F_{((n-2)-(r-1); 0.05)} = 4.46$$

8.- Establecer la decisión con base a la siguiente regla:

$$fr = 2050.00$$

$$ffa = 40.00$$

Si $fr \geq F_{(gl\ r, gl\ er, 0.01)}$: Existe una relación altamente significativa entre la cantidad adicionada y la propiedad medida.

Si $fr < F_{(gl\ r, gl\ er, 0.01)}$: No existe una relación altamente significativa entre la cantidad adicionada y la propiedad medida.

Si $ffa \geq F_{(gl\ r, gl\ er, 0.05)}$: Existe falta de ajuste a la relación lineal simple cantidad adicionada propiedad medida.

Si $ffa < F_{(gl\ r, gl\ er, 0.05)}$: No existe falta de ajuste a la relación lineal simple cantidad adicionada propiedad medida.

9.- Calcular el coeficiente de determinación (r^2) através de la siguiente ecuación:

$$r = \sqrt{\frac{(n(\sum xy) - (\sum x)(\sum y))^2}{(n(\sum x^2) - (\sum x)^2)(n(\sum y^2) - (\sum y)^2)}}$$

$$r^2 = \frac{(12(8.6602) - (17.334)(5.646))^2}{(12(26.5846) - (17.334)^2)(12(2.82121) - (5.646)^2)}$$

$$r^2 = 0.9998$$

$$r^2 = 0.9999 > 0.98 \text{ por lo tanto } y \neq mx + b \text{ y } b \neq 0$$

CONSTRUIR DEL INTERVALO DE CONFIANZA PARA LA ORDENADA DEL ORIGEN

10.- Calcular desviación estandar de la regresión ($S_{y.x}$) con la siguiente ecuación:

$$S_{y.x} = \sqrt{(Scer/gler)}$$

$$S_{y.x} = \sqrt{(0.000811 / 10)}$$

$$S_{y.x} = 0.0090$$

11.- Calcular la desviación estandar de la ordenada al origen (Sb):

$$S_b = S_{y.x} \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{\sum x^2 - (\sum x)^2 / n}{(26.5846) - (17.334)^2 / 12}}$$

$$S_b = 0.0090 \sqrt{\frac{1}{12} + \frac{1.4444}{(26.5846) - (17.334)^2 / 12}}$$

$$S_b = 1.1972$$

12.- Determinar en la tabla de distribución "t" de Student, el valor para $t_{(n-2, 0.975)}$

$$t_{(n-2, 0.975)} = 2.2281$$

13.- Calcular el intervalo de confianza para la ordenada al origen (IC (B)), por medio de la siguiente ecuación:

$$IC (B) = b \pm t_{(n-2, 0.975)} * (S_b)$$

$$IC (B) = -0.0011 \pm 2.2281 (1.1972)$$

$$IC (B) = -2.6686 \text{ y } 2.6663$$

4.8.9 CONCLUSION DEL CASO ESPECIFICO:

* Dado que el coeficiente de determinación (r), de la relación lineal simple es mayor a 0.98

$$r = 0.9998$$

$$0.9998 > 0.98$$

Se concluye que el sistema de medición es lineal.

* Como el intervalo de confianza (IC) B incluye al cero se concluye que el sistema de medición es lineal para la ordenada al origen (B).

$$IC (B) = b \pm t_{(n-2, 0.975)} * (S_b)$$

$$IC (B) = -0.0011 \pm 2.2281 (1.1972)$$

$$IC(B) = -2.6686 \text{ Y } 2.6663$$

* Dado que el $F_r > F_{(glr, gler, 0.01)}$

$$2050.99 > 10.04$$

Esto nos indica, que existe una relación altamente significativa entre la cantidad adicionada y la propiedad medida.

* Dado que el $F_a > F_{(glr, gler, 0.05)}$

$$40.00 > 4.46$$

Nos indica que existe falta de ajuste a la relación lineal simple cantidad adicionada propiedad medida. (Alcantara P.A., 1993)

TERMINOLOGIA:

ASEGURAMIENTO DE CALIDAD: Conjunto de actividades planeadas y sistemáticas, que lleva a cabo una empresa con el objeto de brindar la confianza apropiada, de que un producto o servicio cumple con los requisitos de calidad especificados.

CALIBRACION: Verificación documentada de que un instrumento de medición produce resultados entre los límites específicos, de los producidos por un instrumento patrón de referencia, en un intervalo apropiado de mediciones.

CALIDAD: Conjunto de propiedades y características de un producto o servicio que le confieren la aptitud para satisfacer las necesidades explícitas o implícitas preestablecidas.

CERTIFICACION: Testimonio documentado por una autoridad calificada, que la calificación, calibración, validación, revalidación ha sido realizada apropiadamente y los resultados son aceptables.

CICLO DE LA CALIDAD: Método conceptual de las actividades interdependientes que influyen sobre la calidad de un producto o servicio a lo largo de todas sus fases, desde la identificación de las necesidades del cliente, hasta la evaluación del grado de satisfacción de éstas.

COMPARACION DE METODOS: Cuando se proponen métodos nuevos para reemplazar los que ya están establecidos, se lleva a cabo la comparación de ellos, utilizando los parámetros mencionados: exactitud, precisión, etc., determinados de la forma descrita.

CONTROL DE CALIDAD: Es un sistema completo de actividades cuyo propósito es controlar la calidad de un producto o servicio, que debe proveer una calidad que sea satisfactoriamente adecuada, confiable y económica.

DOCUMENTACION: Manuales, procedimientos, escritos, protocolos, reportes o informes, que proporcionan evidencia concerniente a la validación de un método analítico.

ESPECIFICACIONES: Son los límites físicos, químicos, biológicos, microbiológicos, dentro de los cuales los resultados de los análisis deben de localizarse, cuando son determinados por la metodología de prueba.

ESPECIFICIDAD: Es la medida del grado de interferencia (o ausencia de), en el análisis de mezclas complejas. Es la habilidad de un método analítico para obtener una respuesta debida unicamente a la sustancia de interés y no a otros componentes de la muestra.

ESTABILIDAD DE LA MUESTRA: Es la propiedad de una muestra preparada para su cuantificación, de conservar su integridad fisicoquímica y la concentración de la sustancia de interés después de almacenarse durante un tiempo determinado bajo condiciones específicas.

ESTABILIDAD ESPECIFICA: Tipo de especificidad en la cual, las otras sustancias son aquellas que pueden formarse durante el almacenamiento del material bajo condiciones normales o específicas de temperatura, luz, humedad, etc..

ESTADISTICA: Ciencia que se encarga de recopilar, organizar, representar y analizar un conjunto de datos, con el fin de inferir y generalizar la información contenida en ellos.

EXACTITUD: La exactitud de un método analítico es la concordancia entre un valor obtenido experimentalmente y el valor de referencia. Se expresa como el % de recobro obtenido del análisis de muestras a las que se les ha adicionado cantidades conocidas de la sustancia.

INTERVALO: El intervalo de un método analítico está definido por las concentraciones comprendidas entre los niveles de concentración superior e inferior de la sustancia (incluyendo estos niveles), en el cual se ha demostrado que el método es preciso, exacto y lineal.

ISO: Es The International Organization for Standardization.

LIMITE DE CUANTIFICACION: Es la menor concentración de la sustancia en una muestra que puede ser determinada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones de operación establecidas.

LIMITE DE DETECCION: Es la mínima concentración de una sustancia en una muestra la cual puede ser detectada, pero no necesariamente cuantificada, bajo las condiciones de operación establecidas.

LINEALIDAD: La linealidad de un sistema o método analítico es su habilidad para asegurar que los resultados analíticos, los cuales pueden ser obtenidos directamente o por medio de una transformación matemática bien definida, son proporcionales a la concentración de la sustancia dentro de un intervalo determinado.

LINEARIDAD: La linealidad de un sistema o método analítico es su habilidad para asegurar que los resultados analíticos, los cuales pueden ser obtenidos directamente o por medio de una transformación matemática bien definida, son proporcionales a la concentración de la sustancia dentro de un intervalo determinado.

METODOLOGIA DE PRUEBA: Es el procedimiento o grupo de procedimientos empleados por el laboratorio, para asegurar si un producto o materia prima cumplen con las especificaciones establecidas.

PLACEBO: Muestra de constitución conocida que se emplea en la validación prospectiva de métodos analíticos, que contienen todos los componentes de la fórmula unitaria a excepción de la sustancia de interés.

PLACEBO ADICIONADO: Muestra de constitución conocida que se emplea en la validación prospectiva de métodos analíticos, que contiene además de los componentes de la fórmula unitaria una cantidad conocida de la sustancia de interés.

PRECISION: La precisión de un método analítico es el grado de concordancia entre resultados analíticos individuales cuando el procedimiento se aplica repetidamente a diferentes muestreos de una muestra homogénea del producto. Usualmente se expresa en términos de desviación estandar o del coeficiente de variación. La precisión es una medida del grado de reproducibilidad y/o repetibilidad del método analítico bajo las condiciones normales de operación.

PROCEDIMIENTO: Directriz general específica y actividades para cumplirla.

PROGRAMA DE VALIDACION: Conjunto de actividades que incluye y se relaciona específicamente con la propia validación.

PROTOCOLO: Documento de un plan prospectivo experimental o retrospectivo que, cuando es llevado a cabo, produce una evidencia documentada.

PROTOCOLO DE VALIDACION: Documento de un plan retrospectivo o prospectivo experimental que, cuando es llevado a cabo, es encaminado a producir evidencia documentada de que una metodología analítica ha sido validada.

RANGO: El rango de un método analítico es el intervalo entre los niveles superiores e inferiores de la sustancia (incluyendo estos niveles), el cual se ha demostrado que es preciso, exacto y lineal utilizando el método descrito.

RECOBRO: Cuantificación de la cantidad conocida de la sustancia de interés, determinada en el placebo adicionado, empleando la metodología analítica de interés.

REPETIBILIDAD: Es la precisión de un método analítico expresado como la concordancia obtenida entre determinaciones independientes realizadas por un solo analista, usando los mismos aparatos y técnicas.

REPORTE: Documento que expone los resultados obtenidos de la validación de un método analítico, así como el análisis e interpretación de los mismos.

REPRODUCIBILIDAD: Es la precisión de un método analítico expresado como la concordancia entre determinaciones independientes realizadas por diferentes analistas, en diferentes días, en el mismo y/o diferentes laboratorios utilizando el mismo y/o diferentes equipos.

REVALIDACION: Repetición de la validación de una metodología analítica o una parte de ésta.

SENSITIVIDAD: Es la capacidad del sistema de medición para responder a un cambio en la concentración de la sustancia de interés.

SISTEMA DE CALIDAD. Estructura organizacional, conjunto de recursos, responsabilidades y procedimientos establecidos para asegurar que los productos, procesos o servicios cumplan satisfactoriamente con el fin a que están destinados y que están dirigidas hacia la gestión de la calidad.

TOLERANCIA: La tolerancia de un método analítico es el grado de reproducibilidad de los resultados analíticos obtenidos por el análisis de la misma muestra bajo modificaciones de las condiciones normales de operación, tales como diferentes temperaturas, lotes de reactivos, columnas, sistema de elución, tipo de empaque (soporte, fase estacionaria, etc.), condiciones ambientales, etc..

VALIDACION DE METODOS ANALITICOS: Es el proceso por el cual se demuestra de manera prospectiva o retrospectiva que la capacidad de un método satisface los requisitos para las aplicaciones analíticas deseadas.

VALIDACION PROSPECTIVA: Evidencia documentada de que un método analítico cumple su propósito basado en un protocolo preplaneado.

VALIDACION RETROSPECTIVA: Evidencia documentada de que un método analítico cumple su propósito, basado en la revisión y análisis de información histórica.

BIBLIOGRAFIA CONSULTADA

- 1.- ALCANTARA P.A.: Material de apoyo para el curso de validación de métodos analíticos. Querétaro, México. Marzo 1993. pp.57-61, 76-82, 88-92 y 116-117.
- 2.- AYRES G. H.: Análisis químico cuantitativo. Principios fundamentales. Harla. 1970. pp. 16-18.
- 3.- BOLTON S.: Practical and clinical applications. In: pharmaceutical Statistics. Marcel Dekker. Inc. New York, 1990, pp. 89-97.
- 4.- CAVENAGHI L.: GALLO G.G. & LEAL G.M.: Statistical evaluation of the results obtained with the analytical methods used for the quality control medicines drug development. In: Industry pharmacy. John Wiley & Sons. Inc. New York. 1987 pp. 2571-2615
- 5.- CONCLUSIONES DE LA MESA REDONDA SOBRE REQUISITOS MINIMOS PARA LAS PRUEBAS DE ESTABILIDAD. In: Revista mexicana de ciencias farmacéuticas. Tomo 18, Capítulo 3, 1987, pp. 20-24.
- 6.- DOLS T.J. & ARMBRECHT B.H.: In: Statistical techniques, journal of the ADAC. New York, 1977, pp. 940-945.
- 7.- EMMOTT J.: In: Standar requeriments, Dairy Industries International, 1992. pp. 12.
- 8.- FEIGENBAUM A.U.: In: Control total de calidad. La calidad de los productos y servicios en el control total de la calidad. Tablas de muestreo. CECSA. 1992, pp. 36-40, 550-555.
- 9.- GOULD. W.R. and GOULD W.A.: Introduction total quality Assurance, Modern concepts of quality assurance. Productivity and total quality assurance. Sampling for product evaluation and line control. Specification and quality standars. In: Total quality assurance for the food industries. (Baltimore, M.) CTI publications. Inc. 1988. pp. 1, 2, 5-7, 35, 36, 40, 41, 46, 47, 100, y 101.
- 10.- ITESM, En: Herramientas básicas V: Tecnológico de Monterrey Campus Monterrey. Querétaro, México, Nov. 1992. (20 hrs.) pp. 21-23.
- 11.- ISHIKAWA K.: Qué es el control total de la calidad?. Control de Calidad en el mercadeo. Edit. Norma. 1986. Cap. 10. pp. 165-166.
- 12.- JAKOBSEN M.: Quality management-Iso-9000. Infofish-International. No. 2. 1993. pp. 31-32.
- 13.- LARK P.D.: Aplication of statistical analysis to analytical data analytical chemistry. In: Analytical chemistry. Marcel Dekker Inc. New York. 1954. pp. 1714-1715.

- 14.- LINNELL R.E.: Curso serie de normas ISO-9000. Technology training SA de CV, Guadalajara, Jalisco. México. 12 y 13 de Mayo de 1992. pp. 5-7, 28-29, 108-118
- 15.- LINNING F.J.: MANDEL J. & PETERSON J.M.: A plan for studying the accuracy and precision of the analytical procedures. Study of accuracy in chemical analysis using linear calibration curves In: Analytical chemistry. The IOWA State University press. USA. 1978. pp. 1102-1110, 743-749.
- 16.- MASSART D.L.: DIJKTRA A. and KAUFMAN L.: Evaluation and optimization of laboratory methods and analytical procedures. In: The Netherlands, Elsevier Scientific publishing company. USA. 1978. pp. 22-26.
- 17.- McARTHUR D.S.: BALDESCHWIELER E.L.: WHITW W.H. & ANDERSON J.S.: Evaluation of test procedures. In: Analytical chemistry. USA. 1964. pp. 1012-1028.
- 18.- MENDENHALL W.: Que es la estadística? Descripción de la distribución de observaciones. En: Introducción a la probabilidad y la estadística., Wadsworth International Iberoamericana. Massachusetts. 1979. pp. 30-37.
- 19.- MIDGLEY D.: Criterion for judging the acceptability of analytical methods. In: analytical Chemistry. Duxbury press. Massachusetts. 1978. pp. 510-512.
- 20.- MITCHELL J.A.: Control of the accuracy and precision of industrial test and analyses. In: Journal chemical society, Vancouver, 1947. pp. 961-967.
- 21.- MONTGOMERY D.L.: In: Design and analysis of experiments, 2a. edition John Wiley and Sons Inc. USA. 1970. pp. 232-240.
- 22.- MURRAY S.P.: Teoría de muestreo. En: probabilidad y estadística. Mc Graw Hill. 1987. Cap. 5 pp. 156-160.
- 23.- OSTLE B.: Interpretación estadística de datos. En: Estadística aplicada. Limusa. México, 1983 pp. 40.
- 24.- PROGRAMA FORD ITESM: En: Herramientas básicas 1 y 11 módulo 3. Tecnológico Campus Monterrey. Querétaro, México, Agosto 1992, (20 hrs.) pp. 13-22, 32-36, 38-42, 45-46, 52, 59-65, 103-107, 109-112.
- 25.- RAMPAZO.- P.: Standardization and validation of analytical methods in the pharmaceutical industry. In: 11 farmaco, (supplement to No. 6). New York. 1990. pp.807-815.
- 26.- SPIEGEL R.M.: Distribuciones de probabilidad con nombre propio. En: Probabilidad y estadística. Mc Graw Hill, México, 1987 pp. 117.
- 27.- TAYLOR J.K.: Validation of analytical Methods. In: Analytical Chemistry, Marcel Dekker, Inc. New York, Vol. 55, No. 6 May. 1983, pp. 101-103.

- 28.- TREMEC; Curso de calidad al control estadístico. Querétaro, México, Junio 1991, pp. 1-6. 27-31, 51-55.
- 29.- TULEY L.: Measuring quality in the 1990 s. Food Manufacture. 1991. Vol. 9. pp. 57.
- 30.- VANDERWIELEN A.J.: Guidelines for Assay validation. In: pharm technology. USA March 1982. pp. 25-28.
- 31.- WAYNE W.D.: Base para el análisis de las ciencias de la salud, En: Bioestadística. Limusa. México. 1978, pp. 129-138.
- 32.- WERNIMONT G.H.: Uses os Statistics to develop and evaluate analytical methods Design and interpretation of interlaboratory studies of test methods, In: Association of Official analytical chemists. Arlington. 1985. pp. 68-72. 1572, 1576.
- 33.- WERNIMONT A.: Statistics applied to analysis. In: Analytical Chemistry. Chicago, 1949. pp. 115-120.
- 34.- WHITTAKER N.R.: Mannaging for quality food Science & Technology today. Vol. 2. 1993. pp. 110.
- 35.- WILSON T.M.: Introduction to Quality Assurance, CEACA, Querétaro, México. pp. 12.
- 36.- YA-LUN CHOU: El problema analitico y su importancia. En: Análisis estadístico. Interamericana. México. 1978. pp. 39.
- 37.- YAMANE T.: In: Estadística. 3a. edición. Harla, México. 1979. pp. 88-90, 93-95.

COMENTARIOS Y CONCLUSIONES

Podemos decir que esta guía tiene la intención de ser usada como manual de apoyo en lo que se refiere a Aseguramiento de la Calidad. Como se puede observar la guía consta de 4 capítulos donde se abarcan los siguientes temas:

- 1.- Introducción a las normas ISO-9000
- 2.- Aseguramiento de la calidad
- 3.- Estadística
- 4.- Aseguramiento de métodos analíticos

En lo que se refiere al capítulo No. 1 nos sirve para conocer los principios de este sistema de calidad que es ISO-9000, ya que actualmente el mercado internacional pide que las empresas estén certificadas bajo este sistema de calidad, por ese motivo considero apropiado incluir un capítulo donde se hable de ISO-9000.

En el capítulo No. 2 hablo de que es el Aseguramiento de la calidad. Considero que es importante saber que es el Aseguramiento de la calidad ya que la guía se denomina Aseguramiento de la calidad. ¿qué es la calidad? , ¿cómo se hace la calidad?, ¿quién hace la calidad?, etc...

En el capítulo No. 3 hablo de las herramientas estadísticas más importantes para la validación de un método, ya que la estadística es una rama importante de las matemáticas, ya que los métodos estadísticos nos ayudan para determinar las propiedades de la población total, para estudiar las variaciones entre las mediciones individuales y las variaciones entre los valores de dichas mediciones y los valores promedio del conjunto, y también para reducir una gran cantidad de datos a una forma más fácilmente comprensible.

En el capítulo No. 4 hablo de los métodos analíticos, ¿cuáles son los métodos analíticos?, como se pueden clasificar, que tipos de errores se pueden presentar y lo más importante como determinar si mi método analítico es bueno y en que medida. Para esto demuestro como determinar la repetibilidad del método, exactitud del método y linealidad del sistema de medición.

Estos no son todos los parámetros que se pueden determinar, pero desafortunadamente esta guía está dividida en 2 partes y la 2ª parte se refiere a los otros parámetros como son límites de detección, límites de cuantificación, precisión del método analítico, exactitud del sistema de medición, etc..

Espero que esta guía pueda cumplir el propósito para el cual fue hecha que es establecer una metodología para comprobar que los procedimientos de operación y los procesos a los que se someten las muestras y los sistemas, instrumentos y equipos utilizados son capaces de cumplir los fines para lo que fueron diseñados.

DISTRIBUCION t DE STUDENT

df	$t_{0.90}$	$t_{0.95}$	$t_{0.975}$	$t_{0.99}$	$t_{0.995}$
1	3.078	6.3138	12.706	31.821	63.6570
2	1.886	2.9200	4.3027	6.965	9.9248
3	1.638	2.3534	3.1825	4.541	5.8409
4	1.533	2.1318	2.7764	3.747	4.6041
5	1.476	2.0150	2.5706	3.365	4.0321
6	1.440	1.9432	2.4469	3.143	3.7074
7	1.415	1.8946	2.3646	2.998	3.4995
8	1.397	1.8595	2.3060	2.896	3.3554
9	1.383	1.8331	2.2622	2.821	3.2498
10	1.372	1.8125	2.2281	2.764	3.1693
11	1.363	1.7959	2.2010	2.718	3.1058
12	1.356	1.7823	2.1788	2.681	3.0545
13	1.350	1.7709	2.1604	2.650	3.0123
14	1.345	1.7613	2.1448	2.624	2.9768
15	1.341	1.7530	2.1315	2.602	2.9467
16	1.337	1.7459	2.1199	2.583	2.9208
17	1.333	1.7396	2.1098	2.567	2.8982
18	1.330	1.7341	2.1009	2.552	2.8784
19	1.328	1.7291	2.0930	2.539	2.8609
20	1.325	1.7247	2.0860	2.528	2.8453
21	1.323	1.7207	2.0796	2.518	2.8314
22	1.321	1.7171	2.0739	2.508	2.8188
23	1.319	1.7139	2.0687	2.500	2.8073
24	1.318	1.7109	2.0639	2.492	2.7969
25	1.316	1.7081	2.0595	2.485	2.7874
26	1.315	1.7056	2.0555	2.479	2.7787
27	1.314	1.7033	2.0518	2.473	2.7707
28	1.313	1.7011	2.0484	2.467	2.7633
29	1.311	1.6991	2.0452	2.462	2.7564
30	1.310	1.6973	2.0423	2.457	2.7500
35	1.3062	1.6896	2.0301	2.438	2.7239
40	1.3031	1.6839	2.0211	2.423	2.7045
45	1.3007	1.6794	2.0141	2.412	2.6895

* TOMADO DEL MATERIAL DE APOYO PARA EL CURSO DE VALIDACION DE METODOS ANALITICOS. ALEJANDRO ALCANTARA PINEDA.(1993).

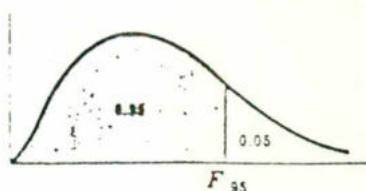
df	$t_{0.90}$	$t_{0.95}$	$t_{0.975}$	$t_{0.99}$	$t_{0.995}$
50	1.2987	1.6759	2.0086	2.403	2.6778
60	1.2959	1.6707	2.0003	2.390	2.6603
70	1.2938	1.6669	1.9945	2.381	2.6480
80	1.2922	1.6641	1.9901	2.374	2.6388
90	1.2910	1.6620	1.9867	2.368	2.6316
100	1.2901	1.6602	1.9840	2.364	2.6260
120	1.2887	1.6577	1.9799	2.358	2.6175
140	1.2876	1.6558	1.9771	2.353	2.6114
160	1.2869	1.6545	1.9749	2.350	2.6070
180	1.2863	1.6534	1.9733	2.347	2.6035
200	1.2858	1.6525	1.9719	2.345	2.6006
∞	1.282	1.645	1.96	2.326	2.5760

* TOMADO DEL MATERIAL DE APOYO PARA EL CURSO DE VALIDACION DE METODOS ANALITICOS. ALEJANDRO ALCANTARA PINEDA (1993).

Percentila 95 (niveles 0.05), $F_{.95}$,
para la
distribución F

ν_1 grados de libertad en el numerador

ν_2 grados de libertad en el denominador



$\nu_1 \backslash \nu_2$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20	24	30	40	60	120	∞
1	161	200	216	225	230	234	237	239	241	242	244	246	248	249	250	251	252	253	254
2	18.5	19.0	19.2	19.2	19.3	19.3	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.5	19.5	19.5	19.5	19.5	19.5
3	10.1	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.74	8.70	8.66	8.64	8.62	8.59	8.57	8.55	8.53
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.91	5.86	5.80	5.77	5.75	5.72	5.69	5.66	5.63
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.68	4.62	4.56	4.53	4.50	4.46	4.43	4.40	4.37
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	4.00	3.94	3.87	3.84	3.81	3.77	3.74	3.70	3.67
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.57	3.51	3.44	3.41	3.38	3.34	3.30	3.27	3.23
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.28	3.22	3.15	3.12	3.08	3.04	3.01	2.97	2.93
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.07	3.01	2.94	2.90	2.86	2.83	2.79	2.75	2.71
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.91	2.85	2.77	2.74	2.70	2.66	2.62	2.58	2.54
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85	2.79	2.72	2.65	2.61	2.57	2.53	2.49	2.45	2.40
12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75	2.69	2.62	2.54	2.51	2.47	2.43	2.38	2.34	2.30
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67	2.60	2.53	2.46	2.42	2.38	2.34	2.30	2.25	2.21
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60	2.53	2.46	2.39	2.35	2.31	2.27	2.22	2.18	2.13
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.48	2.40	2.33	2.29	2.25	2.20	2.16	2.11	2.07
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.66	2.59	2.54	2.49	2.42	2.35	2.28	2.24	2.19	2.15	2.11	2.06	2.01
17	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.61	2.55	2.49	2.45	2.38	2.31	2.23	2.19	2.15	2.10	2.06	2.01	1.96
18	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.58	2.51	2.46	2.41	2.34	2.27	2.19	2.15	2.11	2.06	2.02	1.97	1.92
19	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.54	2.48	2.42	2.38	2.31	2.23	2.16	2.11	2.07	2.03	1.98	1.93	1.88
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.28	2.20	2.12	2.08	2.04	1.99	1.95	1.90	1.84
21	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.49	2.42	2.37	2.32	2.25	2.18	2.10	2.05	2.01	1.96	1.92	1.87	1.81
22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34	2.30	2.23	2.15	2.07	2.03	1.98	1.94	1.89	1.84	1.78
23	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.53	2.44	2.37	2.32	2.27	2.20	2.13	2.05	2.01	1.96	1.91	1.86	1.81	1.76
24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30	2.25	2.18	2.11	2.03	1.98	1.94	1.89	1.84	1.79	1.73
25	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.49	2.40	2.34	2.28	2.24	2.16	2.09	2.01	1.96	1.92	1.87	1.82	1.77	1.71
26	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.39	2.32	2.27	2.22	2.15	2.07	1.99	1.95	1.90	1.85	1.80	1.75	1.69
27	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.46	2.37	2.31	2.25	2.20	2.13	2.06	1.97	1.93	1.88	1.84	1.79	1.73	1.67
28	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.45	2.36	2.29	2.24	2.19	2.12	2.04	1.96	1.91	1.87	1.82	1.77	1.71	1.65
29	4.18	3.33	2.93	2.70	2.55	2.43	2.35	2.28	2.22	2.18	2.10	2.03	1.94	1.90	1.85	1.81	1.75	1.70	1.64
30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.09	2.01	1.93	1.89	1.84	1.79	1.74	1.68	1.62
40	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.25	2.18	2.12	2.08	2.00	1.92	1.84	1.79	1.74	1.69	1.64	1.58	1.51
60	4.00	3.15	2.76	2.53	2.37	2.25	2.17	2.10	2.04	1.99	1.92	1.84	1.75	1.70	1.65	1.59	1.53	1.47	1.39
120	3.92	3.07	2.68	2.45	2.29	2.18	2.09	2.02	1.96	1.91	1.83	1.75	1.66	1.61	1.55	1.50	1.43	1.35	1.25
∞	3.84	3.00	2.60	2.37	2.21	2.10	2.01	1.94	1.88	1.83	1.75	1.67	1.57	1.52	1.46	1.39	1.32	1.22	1.00

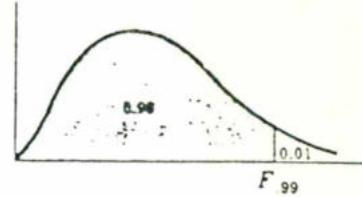
Fuente: E. S. Pearson y H. O. Hartley, *Biometrika Tables for Statisticians*, Vol. 2 (1972), Tabla 5, página 178, con permiso de los autores y editores.

Percentila 99 (niveles 0.01), $F_{.99}$,

para la
distribución F

v_1 grados de libertad en el numerador

v_2 grados de libertad en el denominador



$v_1 \backslash v_2$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20	24	30	40	60	120	∞
1	4052	5000	5403	5625	5764	5859	5928	5981	6023	6056	6106	6157	6209	6235	6261	6287	6313	6339	6366
2	98.5	99.0	99.2	99.2	99.3	99.3	99.4	99.4	99.4	99.4	99.4	99.4	99.4	99.5	99.5	99.5	99.5	99.5	99.5
3	34.1	30.8	29.5	28.7	28.2	27.9	27.7	27.5	27.3	27.2	27.1	26.9	26.7	26.6	26.5	26.4	26.3	26.2	26.1
4	21.2	18.0	16.7	16.0	15.5	15.2	15.0	14.8	14.7	14.5	14.4	14.2	14.0	13.9	13.8	13.7	13.7	13.6	13.5
5	16.3	13.3	12.1	11.4	11.0	10.7	10.5	10.3	10.2	10.1	9.89	9.72	9.55	9.47	9.38	9.29	9.20	9.11	9.02
6	13.7	10.9	9.78	9.15	8.75	8.47	8.26	8.10	7.98	7.87	7.72	7.56	7.40	7.31	7.23	7.14	7.06	6.97	6.88
7	12.2	9.55	8.45	7.85	7.46	7.19	6.99	6.84	6.72	6.62	6.47	6.31	6.16	6.07	5.99	5.91	5.82	5.74	5.65
8	11.3	8.65	7.59	7.01	6.63	6.37	6.18	6.03	5.91	5.81	5.67	5.52	5.36	5.28	5.20	5.12	5.03	4.95	4.86
9	10.6	8.02	6.99	6.42	6.06	5.80	5.61	5.47	5.35	5.26	5.11	4.96	4.81	4.73	4.65	4.57	4.48	4.40	4.31
10	10.0	7.56	6.55	5.99	5.64	5.39	5.20	5.06	4.94	4.85	4.71	4.56	4.41	4.33	4.25	4.17	4.08	4.00	3.91
11	9.65	7.21	6.22	5.67	5.32	5.07	4.89	4.74	4.63	4.54	4.40	4.25	4.10	4.02	3.94	3.86	3.78	3.69	3.60
12	9.33	6.93	5.95	5.41	5.06	4.82	4.64	4.50	4.39	4.30	4.16	4.01	3.86	3.78	3.70	3.62	3.54	3.45	3.36
13	9.07	6.70	5.74	5.21	4.86	4.62	4.44	4.30	4.19	4.10	3.96	3.82	3.66	3.59	3.51	3.43	3.34	3.25	3.17
14	8.86	6.51	5.56	5.04	4.70	4.46	4.28	4.14	4.03	3.94	3.80	3.66	3.51	3.43	3.35	3.27	3.18	3.09	3.00
15	8.68	6.36	5.42	4.89	4.56	4.32	4.14	4.00	3.89	3.80	3.67	3.52	3.37	3.29	3.21	3.13	3.05	2.96	2.87
16	8.53	6.23	5.29	4.77	4.44	4.20	4.03	3.89	3.78	3.69	3.55	3.41	3.26	3.18	3.10	3.02	2.93	2.84	2.75
17	8.40	6.11	5.19	4.67	4.34	4.10	3.93	3.79	3.68	3.59	3.46	3.31	3.16	3.08	3.00	2.92	2.83	2.75	2.65
18	8.29	6.01	5.09	4.58	4.25	4.01	3.84	3.71	3.60	3.51	3.37	3.23	3.08	3.00	2.92	2.84	2.75	2.66	2.57
19	8.18	5.93	5.01	4.50	4.17	3.94	3.77	3.63	3.52	3.43	3.30	3.15	3.00	2.92	2.84	2.76	2.67	2.58	2.49
20	8.10	5.85	4.94	4.43	4.10	3.87	3.70	3.56	3.46	3.37	3.23	3.09	2.94	2.86	2.78	2.69	2.61	2.52	2.42
21	8.02	5.78	4.87	4.37	4.04	3.81	3.64	3.51	3.40	3.31	3.17	3.03	2.88	2.80	2.72	2.64	2.55	2.46	2.36
22	7.95	5.72	4.82	4.31	3.99	3.76	3.59	3.45	3.35	3.26	3.12	2.98	2.83	2.75	2.67	2.58	2.50	2.40	2.31
23	7.88	5.66	4.76	4.26	3.94	3.71	3.54	3.41	3.30	3.21	3.07	2.93	2.78	2.70	2.62	2.54	2.45	2.35	2.26
24	7.82	5.61	4.72	4.22	3.90	3.67	3.50	3.36	3.26	3.17	3.03	2.89	2.74	2.66	2.58	2.49	2.40	2.31	2.21
25	7.77	5.57	4.68	4.18	3.86	3.63	3.46	3.32	3.22	3.13	2.99	2.85	2.70	2.62	2.54	2.45	2.36	2.27	2.17
26	7.72	5.53	4.64	4.14	3.82	3.59	3.42	3.29	3.18	3.09	2.96	2.82	2.66	2.58	2.50	2.42	2.33	2.23	2.13
27	7.68	5.49	4.60	4.11	3.78	3.56	3.39	3.26	3.15	3.06	2.93	2.78	2.63	2.55	2.47	2.38	2.29	2.20	2.10
28	7.64	5.45	4.57	4.07	3.75	3.53	3.36	3.23	3.12	3.03	2.90	2.75	2.60	2.52	2.44	2.35	2.26	2.17	2.06
29	7.60	5.42	4.54	4.04	3.73	3.50	3.33	3.20	3.09	3.00	2.87	2.73	2.57	2.49	2.41	2.33	2.23	2.14	2.03
30	7.56	5.39	4.51	4.02	3.70	3.47	3.30	3.17	3.07	2.98	2.84	2.70	2.55	2.47	2.39	2.30	2.21	2.11	2.01
40	7.31	5.18	4.31	3.83	3.51	3.29	3.12	2.99	2.89	2.80	2.66	2.52	2.37	2.29	2.20	2.11	2.02	1.92	1.80
60	7.08	4.98	4.13	3.65	3.34	3.12	2.95	2.82	2.72	2.63	2.50	2.35	2.20	2.12	2.03	1.94	1.84	1.73	1.60
120	6.85	4.79	3.95	3.48	3.17	2.96	2.79	2.66	2.56	2.47	2.34	2.19	2.03	1.95	1.86	1.76	1.66	1.53	1.38
∞	6.63	4.61	3.73	3.32	3.02	2.80	2.64	2.51	2.41	2.32	2.18	2.04	1.88	1.79	1.70	1.59	1.47	1.32	1.00

Fuente: E.S. Pearson y H.O. Hartley, *Biometrika Tables for Statisticians*, Vol. 2 (1972),
Tabla 5, página 180, con permiso de los autores y editores.