

PLAN DE VALIDACIÓN DE CALIDAD: Evaluación de Sensores Analíticos y Modelos Predictivos

Metodología de validación frente a laboratorio para la ACQC en refinería

Mariano Millañanco Fernández

Puertollano. Ciudad Real, España

Universidad de Sevilla — Máster en Microelectrónica

UTAMED — Máster en Inteligencia Artificial

github.com/tangodelta217/ACQC

mariano.millananco@gmail.com

2026

Resumen

Se presenta un plan de validación de calidad para la solución *Autonomous Circular Quality Cell* (ACQC) en una refinería, cuyo propósito es verificar de forma defendible las estimaciones en línea de calidad frente a mediciones de laboratorio. Se definen las variables críticas de calidad (densidad, viscosidad, índice de acidez, cloro) y sus especificaciones objetivo, junto con un plan de muestreo representativo en planta. Por cada variable se establece el método de referencia de laboratorio (*ground truth*) y se calibra el sensor analítico en línea (espectroscopía NIR) con datos de laboratorio. El diseño experimental cubre diversos lotes y transitorios para asegurar la representatividad. Se proponen métricas de desempeño (error de predicción, R^2 , incertidumbre) y un procedimiento paso a paso para ejecutar la validación. Finalmente, se definen criterios cuantitativos de aceptación como pre-requisito para pasar el sistema al modo asesor, junto con la plantilla de informe de resultados esperados.

Abstract

A quality validation plan is presented for the *Autonomous Circular Quality Cell* (ACQC) solution in a refinery, aimed at defensibly verifying real-time quality estimates against laboratory measurements. Critical quality attributes (density, viscosity, acid number, chlorine content) and their target specifications are defined, along with a representative plant sampling plan. Each variable is assigned a laboratory reference method (*ground truth*) and the inline analytical sensor (NIR spectroscopy) is calibrated against lab data. The experimental design covers various batches and transients to ensure representativeness. Performance metrics (prediction error, R^2 , uncertainty) are proposed, as well as a stepwise procedure to execute the validation. Finally, quantitative acceptance criteria are defined as a prerequisite to transition the system into advisory mode, together with a results report template outlining expected outcomes.

Keywords: validación; PAT; sensor virtual; calidad; laboratorio

Resumen ejecutivo (entregables medibles)

- **Matriz de CQAs y especificaciones:** catálogo unificado de variables de calidad (densidad, viscosidad, acidez, cloro) con sus unidades y rangos objetivo.
- **Plan de muestreo validado:** definición de puntos de toma de muestra en planta, frecuencia óptima (ej. diaria) y protocolo de custodia para asegurar representatividad y trazabilidad.
- **Calibración de sensor PAT:** espectrómetro NIR ajustado con muestras de laboratorio, logrando correlaciones $R^2 > 0,9$ y error < 5 % respecto al laboratorio Dietrich2025, Stanisic2024.
- **Procedimiento de validación:** checklist paso a paso para ejecutar pruebas comparativas en paralelo (online vs. laboratorio) durante ~8 semanas.
- **Criterios de aceptación:** umbrales de desempeño cuantitativos (error medio, R^2 , disponibilidad) que deben cumplirse antes de activar el modo asesor.

1. Introducción

El objetivo de este plan es establecer un proceso riguroso para validar las estimaciones de calidad en línea proporcionadas por la ACQC frente a los resultados de laboratorio de referencia. Esto permitirá sustentar con evidencia la fiabilidad de los *soft sensors* y sensores analíticos antes de su despliegue operativo. En un contexto de refino con materias primas

derivadas de residuos plásticos, la variabilidad en la composición del *feedstock* reciclado (p.ej. aceites de pirólisis) dificulta mantener la calidad final del producto **Lim2025**. Propiedades críticas como la densidad, viscosidad o contenido de contaminantes pueden fluctuar ampliamente, introduciendo incertidumbre en el proceso. Los métodos tradicionales de control dependen de muestreos de lote y análisis de laboratorio ex situ, incidiendo en latencias elevadas para la toma de decisiones operativas **Sathyapriyan2025**.

La ACQC propone integrar sensores en línea (espectroscopía NIR/Raman) y modelos predictivos para estimar en tiempo real dichas propiedades de calidad **Dietrich2025**. Previo a su adopción, es imprescindible validar que tales predicciones concuerden con los valores de laboratorio dentro de tolerancias aceptables (idealmente error <5 % **Stanisic2024**). Las decisiones soportadas por esta validación incluyen autorizar el modo asesor (donde el sistema recomienda ajustes basados en las inferencias de calidad) y definir si se cumplen los requisitos de precisión y confiabilidad para prescindir parcialmente del análisis de laboratorio continuo. En suma, la validación proporciona la evidencia objetiva para confiar en que el sistema ACQC puede complementar o sustituir mediciones offline de manera segura y efectiva **Kadlec2009**.

2. Variables de calidad y especificaciones

Se consideran cuatro *Critical Quality Attributes* (CQAs) del producto refinado, identificadas previamente como variables objetivo de la ACQC. En la Tabla 1 se resumen dichas variables, con sus unidades y rangos o especificaciones operativas esperadas. Estos parámetros reflejan la calidad final del producto tras procesar el aceite de pirólisis y son críticos para su aceptación en procesos subsecuentes (p.ej. alimentación a un craqueo de nafta) **Lim2025**.

Tabla 1: Variables de calidad objetivo (CQAs) y especificaciones de referencia.

Variable	Unidad	Rango / Especificación
Densidad @ 15°C	kg/m ³	780–820 (aprox.)
Viscosidad @ 40°C	cSt	1.5–4.0 (objetivo ≤ 3.5)
Índice de acidez (TAN)	mg KOH/g	0.1–0.5 (máx. 0.5)
Contenido de Cloro	mg/kg (ppm)	<10 (preferible ≤ 5 ppm)

Densidad: Indica la consistencia del corte hidrocarburo; valores fuera de 780–820 kg/m³ podrían implicar desviaciones en composición. **Viscosidad:** Mide la resistencia al flujo a 40°C; una viscosidad elevada (por encima de 4 cSt) sugiere presencia de compuestos de alto peso molecular. **Índice de acidez (TAN):** Cuantifica ácidos orgánicos; un TAN >0.5 mg KOH/g indica contenido ácido significativo, potencialmente corrosivo. **Cloro:** Concentración total de cloruros; es crítico mantenerlo en ppm bajos para evitar corrosión y envenenamiento de catalizadores **Liu2025**. Cada variable tiene especificaciones límite definidas en función de estándares industriales o requisitos internos de proceso.

3. Plan de muestreo en planta

Para validar las predicciones, se implementará un plan de muestreo sistemático que garantice obtener datos representativos bajo diversas condiciones de operación. Se identificarán puntos de toma de muestra adecuados en la unidad de proceso: principalmente la corriente de producto hidrotratado donde se miden los CQAs finales. Los puntos específicos contarán con válvulas de muestreo siguiendo las prácticas estándar de seguridad y representatividad (p.ej. evitando arrastre de agua o sedimentos).

La frecuencia de muestreo inicial propuesta es diaria (una muestra cada 24 h) durante la campaña de validación, complementada con muestreos eventuales tras eventos significativos (p.ej. cambio de lote de aceite de pirólisis, ajustes drásticos de condiciones de proceso). Esto asegurará cubrir diferentes escenarios: operación estable, transitorios de arranque/parada, variaciones de composición entre lotes, etc. Cada muestra recolectada será etiquetada con fecha, hora, punto de origen y condiciones operativas asociadas (carga, temperatura de reactor, etc.), manteniendo una cadena de custodia rigurosa. Un operador de planta entrenado se encargará de la toma según el procedimiento ASTM D4057 **ASTM_D4057_2022**, empleando recipientes limpios y llenado correcto (purgado de línea, triple enjuague) para garantizar que la muestra sea representativa del fluido de proceso en ese momento.

Tras la recolección, las muestras se enviarán al laboratorio central (LIMS) en un plazo breve (idealmente <2 h) para minimizar cambios compositacionales. En laboratorio se registrará cada muestra en el sistema LIMS con su identificador único, enlazándola a los análisis solicitados de densidad, viscosidad, TAN y cloro. Se controlará la integridad de las muestras durante el transporte (p.ej. en contenedores sellados y si es necesario refrigerados para evitar degradación). Toda la trazabilidad (quién tomó la muestra, hora de llegada a lab, resultados) quedará documentada.

4. Métodos de laboratorio (ground truth)

Cada CQA será medido en laboratorio usando métodos analíticos de referencia reconocidos, que constituyen el *ground truth* para la validación. A continuación se detallan los métodos por variable, junto con su principio y precisión típica:

Densidad @ 15°C: Se medirá mediante densímetro digital de tubo vibratorio, siguiendo ASTM D4052 **ASTM_D4052_2024**. Este método determina la densidad líquida con exactitud de ±0.0005 g/cm³, compensando la temperatura a 15°C (valor de

referencia comercial). Es rápido (~5 min por muestra) y adecuado para hidrocarburos claros u oscuros.

Viscosidad cinemática @40°C: Se utilizará el método ASTM D445 **ASTM_D445_2024** con viscosímetros capilares de vidrio en baño termostatado a 40.0°C. El laboratorio medirá el tiempo de flujo de un volumen conocido por el capilar, calculando la viscosidad cinemática en centistokes. La precisión típica es ±1–2 % del valor medido para viscosidades en el rango 1–5 cSt.

Índice de acidez (TAN): Método por titración potenciométrica conforme a ASTM D664 **ASTM_D664_2024**. Se disuelve una alícuota de muestra en solvente titrable y se titula con solución de hidróxido de potasio en isopropanol hasta punto final determinado por cambio de potencial eléctrico. El TAN se calcula en mg de KOH necesarios por gramo de muestra para neutralizar los ácidos presentes. La repetibilidad típica es del orden de 0.02 mg KOH/g.

Contenido de cloro total: Dado que los cloruros pueden presentarse como compuestos orgánicos o sales inorgánicas, el laboratorio empleará la técnica de combustión oxidativa con detección coulométrica (ASTM D5808): la muestra se quema en presencia de oxígeno, convirtiendo cloro en HCl, el cual se mide por titulación coulométrica. Este método alcanza límites de detección de ~1 ppm de Cl con alta exactitud **Liu2025**.

Todos los equipos de laboratorio estarán calibrados y sujetos al control de calidad rutinario. Se incluirán muestras de control o patrones certificados en cada lote de análisis para verificar que no haya sesgos significativos. Los resultados de laboratorio se registrarán en el LIMS con su timestamp, listos para compararse con las predicciones en línea correspondientes.

5. Calibración y mantenimiento del sensor PAT

El sistema ACQC incorpora un sensor analítico de proceso (tecnología NIR) instalado en línea para obtener espectros del producto en tiempo real **Dietrich2025**. La calibración adecuada de este instrumento es fundamental para que sus lecturas puedan correlacionarse confiablemente con los valores de laboratorio descritos. Se abordará tanto la calibración física del equipo como la calibración quimiométrica del modelo de inferencia.

Inicialmente, el espectrómetro NIR será sometido a calibración de longitud de onda y absorbancia según las recomendaciones del fabricante (p.ej. usando estándares de poliestireno para verificar posición de bandas, y filtros neutros certificados para linealidad de absorbancia). Estas verificaciones aseguran que el instrumento opera dentro de especificaciones metrológicas. Además, antes de cada jornada de muestreo se realizará un chequeo con un estándar interno para detectar derrivas instrumentales. De identificarse alguna desviación significativa se procederá a recalibrar o ajustar el instrumento antes de continuar con la adquisición de datos.

La calibración quimiométrica consiste en construir modelos multivariados que relacionen los espectros NIR con los valores de las variables de calidad obtenidos en laboratorio. Para ello, se recopilará un conjunto de muestras representativas abarcando variabilidad en densidad, viscosidad, TAN y cloro. Por cada muestra se obtiene su espectro NIR (absorbancia vs. número de onda) y sus valores de laboratorio. Con esos datos se entrenarán modelos de regresión multivariante (p.ej. PLS, *Partial Least Squares*) para cada CQA. Los modelos se ajustarán buscando minimizar el error de predicción mediante validación cruzada. La meta es lograr coeficientes de correlación R^2 elevados (>0.9) y errores de calibración < 5 % respecto al rango de cada propiedad **Stanisic2024**.

Tras la calibración inicial, se establecerá un plan de mantenimiento que incluye recalibraciones periódicas del modelo con nuevas muestras (p.ej. mensualmente o tras cambios significativos en el feedstock). También se programará una limpieza y verificación rutinaria del punto de medición (ventanas de celda NIR) para evitar ensuciamiento que degrade la señal.

6. Diseño experimental de validación

Para obtener una evaluación robusta del desempeño de los soft sensors y del sistema en su conjunto, el plan experimental de validación está diseñado para cubrir la mayor amplitud posible de condiciones operativas y composición del feed. Se adoptará un enfoque de *validación prospectiva*, donde los datos recolectados se dividen temporalmente en conjuntos de calibración (entrenamiento) y prueba (validación) sin solapamiento, simulando la aplicación futura del modelo sobre datos no vistos **Kadlec2009**.

En la práctica, las primeras semanas de muestreo servirán para calibrar y ajustar los modelos, mientras que las semanas posteriores se dedicarán a la validación estricta. Por ejemplo, de una campaña total de 8 semanas, las primeras 4 se usan para recopilar 30–40 muestras calibración y refinar los modelos, y las siguientes 4 semanas para recolectar otras ~30 muestras de validación independiente. Este esquema temporal evita sobreajuste y permite evaluar el modelo en condiciones futuras simuladas.

El diseño experimental también se asegurará de incluir:

- **Variabilidad de lotes:** Si el aceite de pirólisis se recibe en lotes diferenciados, se procurará tomar muestras de producto correspondientes a cada lote para capturar sus diferencias composicionales **Lim2025**.
- **Transitorios operativos:** Además de muestras en régimen estacionario, se programarán tomas durante transientes relevantes.
- **Condiciones extremas dentro de límites seguros:** Si es posible, se explorarán los extremos del espacio operativo normal para verificar la robustez del modelo en dichos bordes.

- **Repetibilidad:** Se tomarán muestras duplicadas ocasionalmente para evaluar la variabilidad intrínseca del muestreo y análisis.

El número total de muestras a recolectar se estima en ~60–80, en línea con recomendaciones para calibración robusta de modelos espectroscópicos multivariados. Este tamaño permite obtener estimaciones confiables de métricas de error con intervalos de confianza estrechos.

7. Métricas de evaluación

Para cuantificar objetivamente el desempeño del sistema de estimación de calidad, se empleará un conjunto de métricas estándar, abarcando diferentes aspectos: precisión de predicción (regresión), capacidad de detección de condiciones (clasificación), calibración de incertidumbre, y rendimiento operativo del sistema.

Métricas de regresión: Para cada variable continua (densidad, viscosidad, TAN, cloro) se calculará el error medio absoluto (MAE) y el error cuadrático medio (MSE/RMSE) entre las predicciones del sistema y los valores de laboratorio correspondientes. Asimismo se obtendrá el coeficiente de determinación (R^2) como indicador de la proporción de varianza explicada por el modelo. Un R^2 cercano a 1 y un RMSE bajo (idealmente <5 % del rango de la variable) evidenciarán alta fidelidad predictiva **Stanisic2024**. Se reportarán también sesgo promedio (error medio) para detectar desviaciones sistemáticas.

Métricas de clasificación: Aunque las salidas de los soft sensors son continuas, puede ser útil definir un criterio binario de "dentro vs. fuera de especificación" para ciertas variables. En ese caso, se pueden derivar métricas de clasificación como la tasa de verdaderos positivos y falsos negativos. Los falsos negativos deben minimizarse (idealmente cero) dado que implican no detectar un problema real de calidad.

Métricas de incertidumbre: Si el modelo proporciona estimaciones de incertidumbre, se evaluará la fiabilidad de dichas incertidumbres. Una medida será el *índice de contención*: porcentaje de casos en que el valor real de laboratorio cae dentro del intervalo de confianza pronosticado (p.ej. 95 %).

Métricas operativas: Más allá de la precisión, se medirán indicadores de rendimiento del sistema en condiciones reales: *latencia de inferencia* (tiempo desde la adquisición de datos hasta la emisión de una predicción, que debería ser de segundos o sub-segundo), *disponibilidad* (porcentaje del tiempo que el sistema está operativo; se espera >99 %), y *tasa de fallos* (número de caídas, reinicios o desconexiones durante la prueba).

8. Procedimiento paso a paso

Para asegurar una ejecución ordenada y reproducible de la validación, se ha elaborado un procedimiento en forma de lista de verificación:

1. **Preparación inicial:** Confirmar que el sistema ACQC se encuentra operativo en modo lectura y sincronizado con el historiador de planta. Verificar que el sensor NIR esté calibrado.
2. **Ejecución del muestreo:** Cada día, en el horario acordado, el operador toma la muestra de producto siguiendo el plan de muestreo.
3. **Análisis de laboratorio:** Entregar la muestra al laboratorio. Técnicos de calidad realizan los ensayos según protocolos descritos en sección 4.
4. **Registro de datos:** Cuando los resultados de laboratorio estén listos, introducirlos en la base de datos de validación junto con la predicción en línea asociada.
5. **Monitoreo diario de desvíos:** Calcular preliminarmente el error de cada predicción y verificar que esté dentro de rangos razonables.
6. **Recalibración (si necesaria):** Tras las primeras semanas, realizar un análisis intermedio. Si ciertos patrones de error sistemático emergen, considerar recalibrar el modelo correspondiente.
7. **Continuación de muestreo/validación:** Seguir tomando muestras hasta completar la cantidad planificada.
8. **Cierre de campaña:** Compilar el dataset completo de pares predicción vs. laboratorio.
9. **Análisis de resultados:** Aplicar los cálculos de métricas definidos (sección 7) sobre el conjunto de validación.
10. **Informe y revisión:** Elaborar el informe de validación documentando procedimientos, resultados, hallazgos y conclusiones. Si todos los criterios se cumplen, se recomendará avanzar al siguiente *gate* del proyecto (activar modo asesor) **Krishnamoorthy2025**.

9. Criterios de aceptación

Los resultados de la validación se compararán con criterios objetivos para decidir si el sistema ACQC cumple los requisitos mínimos para su despliegue en modo asesor. Estos criterios de aceptación actúan como un *gate* de aprobación:

- **Precisión de predicción:** Error promedio absoluto (MAPE) menor al 5 % para cada variable crítica **Stanisic2024**. Además, se exige $R^2 \geq 0,90$ en densidad y viscosidad, y $R^2 \geq 0,80$ en TAN y cloro.
- **Sesgo nulo:** Sesgo global (promedio de predicciones menos valor real) dentro de $\pm 0,5\%$ del valor real para todas las variables.

- **Detección de fuera de especificación:** En caso de presentarse alguna muestra fuera de las especificaciones de calidad, el sistema debe haberla identificado correctamente. Se requiere 100 % de sensibilidad en la detección de violaciones de especificación.
- **Confiabilidad de incertidumbre:** Si el modelo emite intervalos de confianza, al menos el 95 % de las mediciones de laboratorio debe caer dentro del intervalo de $\pm 2\sigma$ reportado por el modelo.
- **Latencia y disponibilidad:** La latencia promedio del sistema debe ser <5 s. La disponibilidad efectiva del sistema durante la campaña debe ser >99 %.
- **Integridad y seguridad:** No deben haberse producido incidentes de ciberseguridad ni impactos adversos en la operación de planta por la presencia del sistema ACQC en modo monitoreo.

Todos los criterios han sido acordados con las áreas de Calidad y Producción para asegurar que reflejan las exigencias reales del proceso. De este modo, el cumplimiento de los criterios implicará que el sistema ACQC es tan confiable como los métodos tradicionales dentro de los márgenes aceptados, habilitando su uso operativo en complementación (o sustitución parcial) del laboratorio.

10. Plantilla de informe de resultados

Al finalizar la campaña de validación, se emitirá un informe técnico detallado. La estructura del informe de resultados incluirá:

- **Resumen ejecutivo:** Síntesis breve de los objetivos, alcance, resultados principales y conclusión.
- **Introducción:** Contexto del proyecto ACQC, descripción del sistema y por qué se realiza la validación.
- **Metodología:** Detalle del plan seguido: cómo se tomó muestras, qué métodos de laboratorio se usaron, calibración del sensor, etc.
- **Resultados:** Presentación de los datos obtenidos. Para cada variable se proveerá un gráfico comparativo de las predicciones vs. valores de laboratorio (Figura 1), junto con una tabla resumen de métricas.
- **Discusión:** Interpretación de los resultados. Se analiza si se cumplieron los criterios.
- **Conclusiones de validación:** Declaración explícita de si el sistema es apto para pasar a modo asesor.
- **Recomendaciones:** Puntos a considerar al implementar en producción.
- **Anexos:** Datos brutos, cálculos detallados, lista de chequeo firmada, certificados de calibración, etc.

11. Conclusiones

Se ha desarrollado un plan exhaustivo para validar el sistema ACQC en términos de calidad de predicción y desempeño operacional antes de su despliegue en modo asesor. Dicho plan cubre la definición clara de las variables críticas y sus tolerancias, asegurando consistencia con los criterios de calidad de la refinería. Mediante un muestreo estructurado y comparaciones rigurosas con métodos de laboratorio reconocidos, se obtendrá evidencia cuantitativa de la precisión de los soft sensors. Las métricas y umbrales fijados, alineados con la literatura y estándares industriales, permitirán juzgar objetivamente si el error alcanzado (p.ej. <5 %) es aceptable **Stanisic2024, Kadlec2009**. Asimismo, la inclusión de métricas de incertidumbre y robustez operativa garantiza que no solo se evalúe la exactitud, sino también la confiabilidad bajo condiciones reales.

Como resultado de esta validación, se espera demostrar que el ACQC puede estimar en tiempo real la calidad del producto con un nivel de fidelidad comparable al laboratorio, pero con mayor rapidez. Si todos los criterios se cumplen, la organización contará con sustento para confiar en las recomendaciones del sistema en la operación diaria, manteniendo siempre al operador en el bucle para decisiones finales. Por el contrario, si se identifican desviaciones o limitaciones, el plan contempla retroalimentar esos hallazgos para optimizar los modelos o procedimientos antes de una nueva evaluación. En última instancia, el proceso descrito refuerza la cultura de toma de decisiones basada en datos y la integración segura de tecnología analítica avanzada en el entorno industrial.

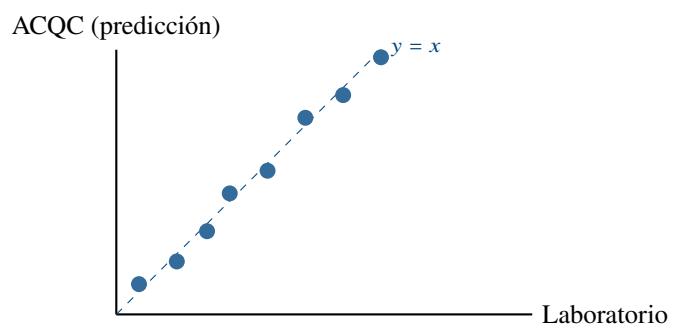


Figura 1: Ejemplo de gráfico de paridad para viscosidad: cada punto compara la predicción ACQC vs el valor de laboratorio para una muestra. La línea discontinua $y = x$ indica el ideal de predicción perfecta.