



Universidad
Complutense
Madrid

Proyecto de Innovación Educativa

Enseñanza de la Calidad en los laboratorios
del Dpto Química Analítica

Curso 2009-2010

Introducción

Un ejercicio de intercomparación es un proceso planificado por el que una serie de laboratorios analizan un material para comparar sus resultados entre sí

Los ejercicios de intercomparación ayudan a los laboratorios a mejorar la calidad de sus ensayos y a poder demostrar ante terceros su competencia técnica

Objetivos

- **Motivar a los alumnos sobre la necesidad de obtener resultados fiables en los laboratorios de Química Analítica**
- **Fomentar el espíritu crítico de los estudiantes para evaluar los resultados analíticos y proponer medidas correctoras si fueran necesarias**
- **Estudiar y aplicar una herramienta importante de los sistemas de calidad, fundamentales en un laboratorio químico**

Centros participantes

**IES Enrique Florez (Burgos)
Madrid**

IES Juan Carlos I (Murcia)

Escuela de Papel (Tolosa)

IES Narcís Monturiol (Barcelona)

IES SEP Montiliví (Girona)

IES Mateo Alemán (Alcalá)

Universidad de A Coruña

Universidad Complutense de Madrid

Universidad de Alcalá

Universidad de Cádiz

Universidad del País Vasco

Universidad Autónoma de

Universidad de Alicante

Universidad de Málaga

Universidad Jaume I

Universidad Rovira i Virgili

Universidad de Barcelona

Universidad de Extremadura

Universidad de Valladolid

Universidad Rey Juan Carlos I

Universidad de Salamanca

Universidad de Girona

ENSAYOS

- **Muestra de ostras (Ejercicio Intralaboratorio)**
- **Muestra de cerveza: Mismo lote y misma fecha caducidad (Moritz)**
- **Muestra de suelo y de extracto de suelo: suelo agrícola de Cardedeu (Barcelona) (Tamaño partícula < 90 um)**
- **Muestra de harina: harina comercial (Anfe Millorans Panaris, S.L., Barcelona)**

Estudio de Homogeneidad de las Muestras

- **Variabilidad entre botellas (between-bottles): 3 réplicas de 6 botellas distintas al azar**
- **Variabilidad dentro de cada botella (within-bottles): 3 réplicas de 6 alicuotas**
- **Análisis de la varianza (ANOVA): No existen diferencias significativas entre las variaciones obtenidas ($F, \alpha = 0.05$)**

$$Cv_{\text{between}} = 3.30 \pm 0.95$$

$$Cv_{\text{within}} = 4.77 \pm 1.94$$

$$\text{Incertidumbre} = CV / \sqrt{2n}$$

Estudio de Estabilidad de las Muestras

- Se estudia la estabilidad a tres temperaturas: -18°C, RT y 40°C a los 12 y 18 meses del envasado
- Comparación de los valores obtenidos
- Material estable si las relaciones obtenidas (R_t) igual a 1 (0.90-1.10) con 10% variabilidad

Tabla 8. Resultados del estudio de estabilidad del suelo y extracto de suelo

Parámetro	$R_T \pm U_R (T_{amb})$	$R_T \pm U_R (T_{40^\circ C})$	$R_T \pm U_R (T_{amb})$	$R_T \pm U_R (T_{40^\circ C})$
	12 meses	12 meses	18 meses	18 meses
pH en suspensión acuosa	0.99 ± 0.004	1.01 ± 0.004	1.00 ± 0.003	0.99 ± 0.07
K extraíble en suelo	0.99 ± 0.01	0.96 ± 0.01	0.99 ± 0.03	0.96 ± 0.02
K en extracto de suelo	0.98 ± 0.01	0.97 ± 0.01	0.95 ± 0.01	0.93 ± 0.02

Estabilidad de la Harina: 1.03 ± 0.01 1.02 ± 0.05

RT

40°C

ENSAYOS

- **Muestra de ostras (Ejercicio Intralaboratorio)**
- **Muestra de cerveza**
- **Muestra de suelo y de extracto de suelo**
- **Muestra de harina**

Determinación de Se en Ostras

TURNO GR. UCM

1M 1 1

1M 2 2

1M 3 3

1M 4 4

1M 5 5

1M 6 6

1M 7 7

1M 8 8

TURNO GR. UCM

1T 1 11

1T 2 12

1T 3 13

1T 4 14

1T 5 15

1T 6 16

1T 7 17

1T 8 18

TURNO GR. UCM

2M 1 21

2M 2 22

2M 3 23

2M 4 24

2M 5 25

2M 6 26

2M 7 27

2M 8 28

TURNO GR. UCM

2T 1 31

2T 2 32

2T 3 33

2T 4 34

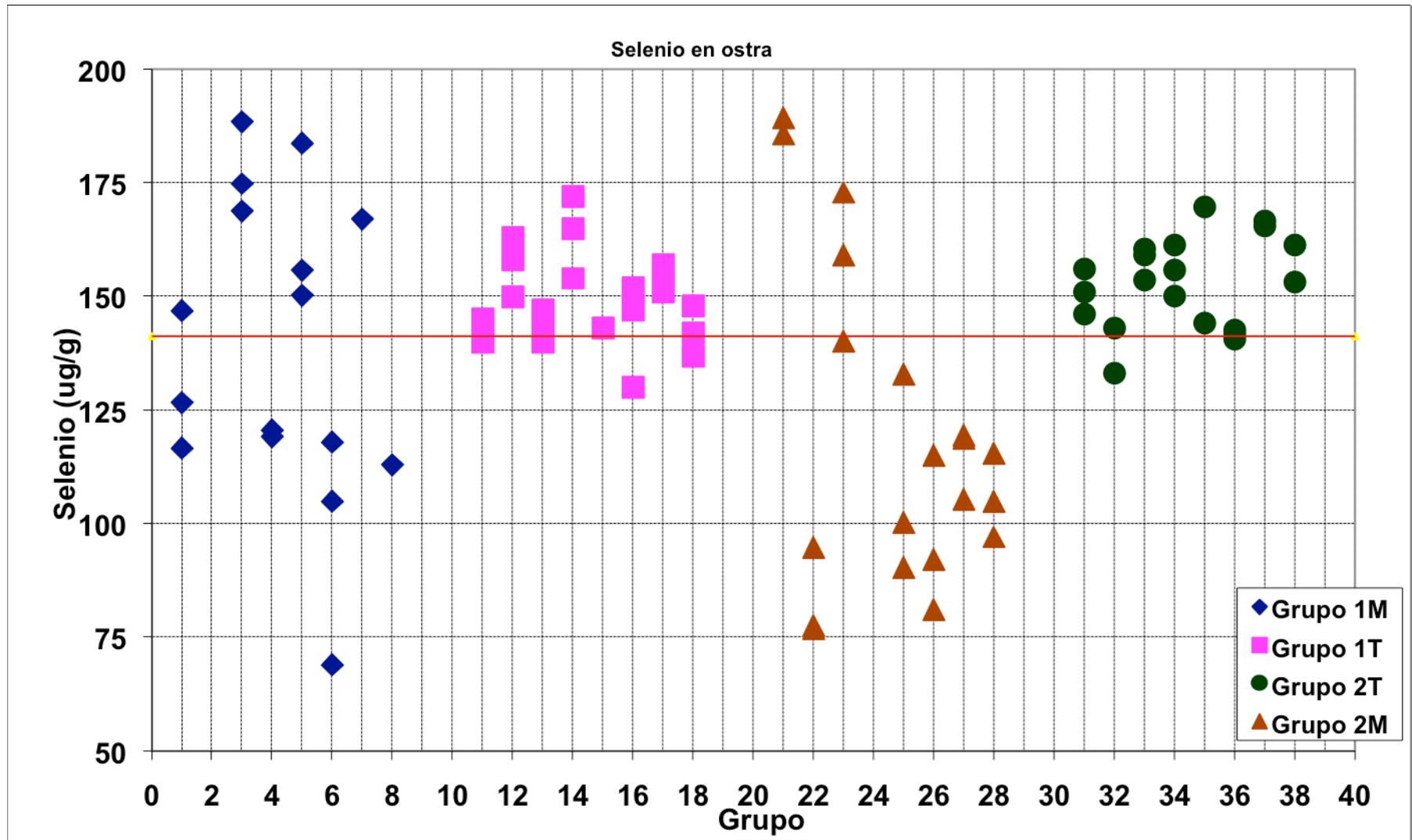
2T 5 35

2T 6 36

2T 7 37

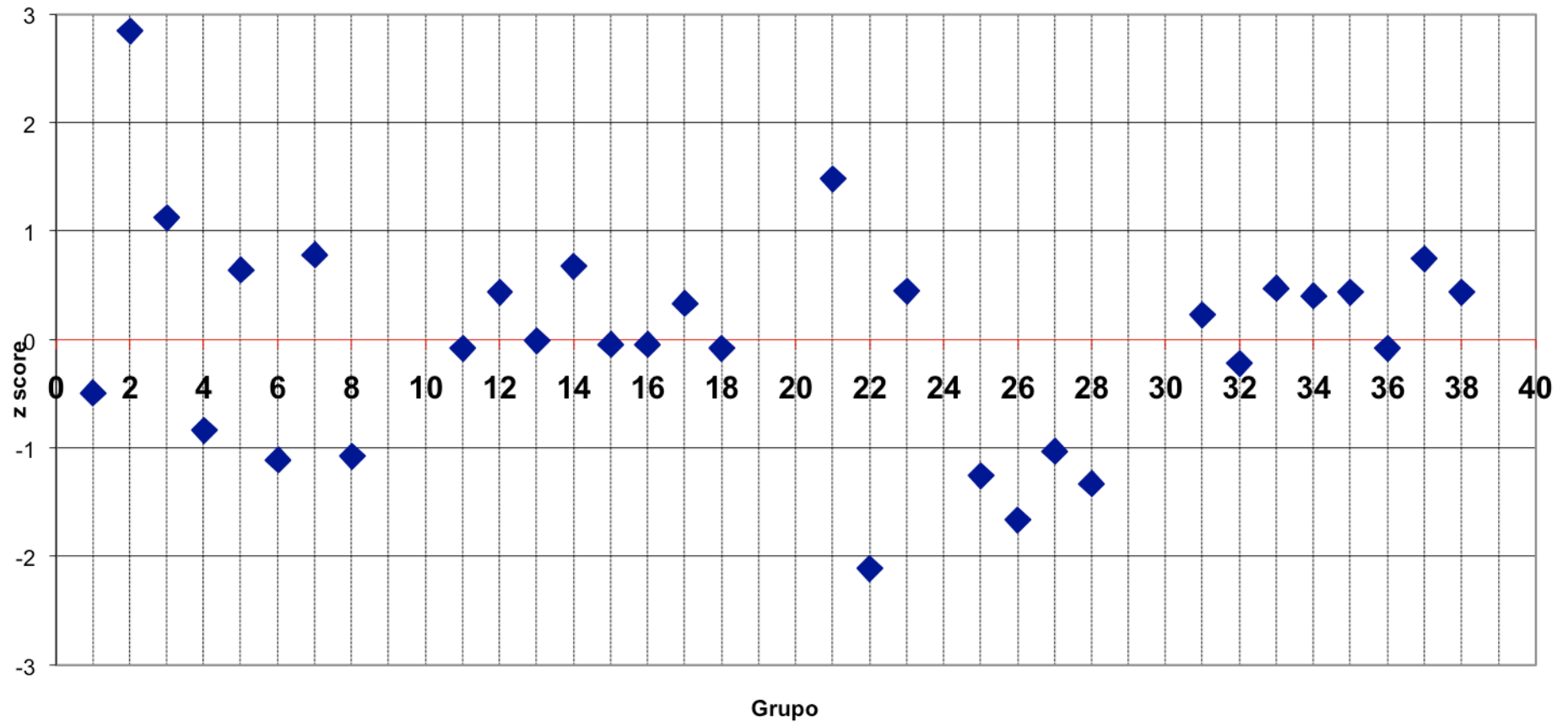
2T 8 38

Determinación de Se en Ostras



Determinación de Se en Ostras

Gráfica Z score para P-2 selenio



$$Z = x - \bar{x} / \text{SD robusta}$$

Se admite $Z \pm 2$

ENSAYOS

- **Muestra de ostras (Ejercicio Intralaboratorio)**
- **Muestra de cerveza**
- **Muestra de suelo y de extracto de suelo**
- **Muestra de harina**

Determinación del pH y % etanol en cerveza

Método Enzimático (ENZ-FOT): Basado en la reacción entre la coenzima NAD y el EtOH catalizada por ADH (pH = 8.7)

Método Electroquímico (EQ-ENZ): Biosensor

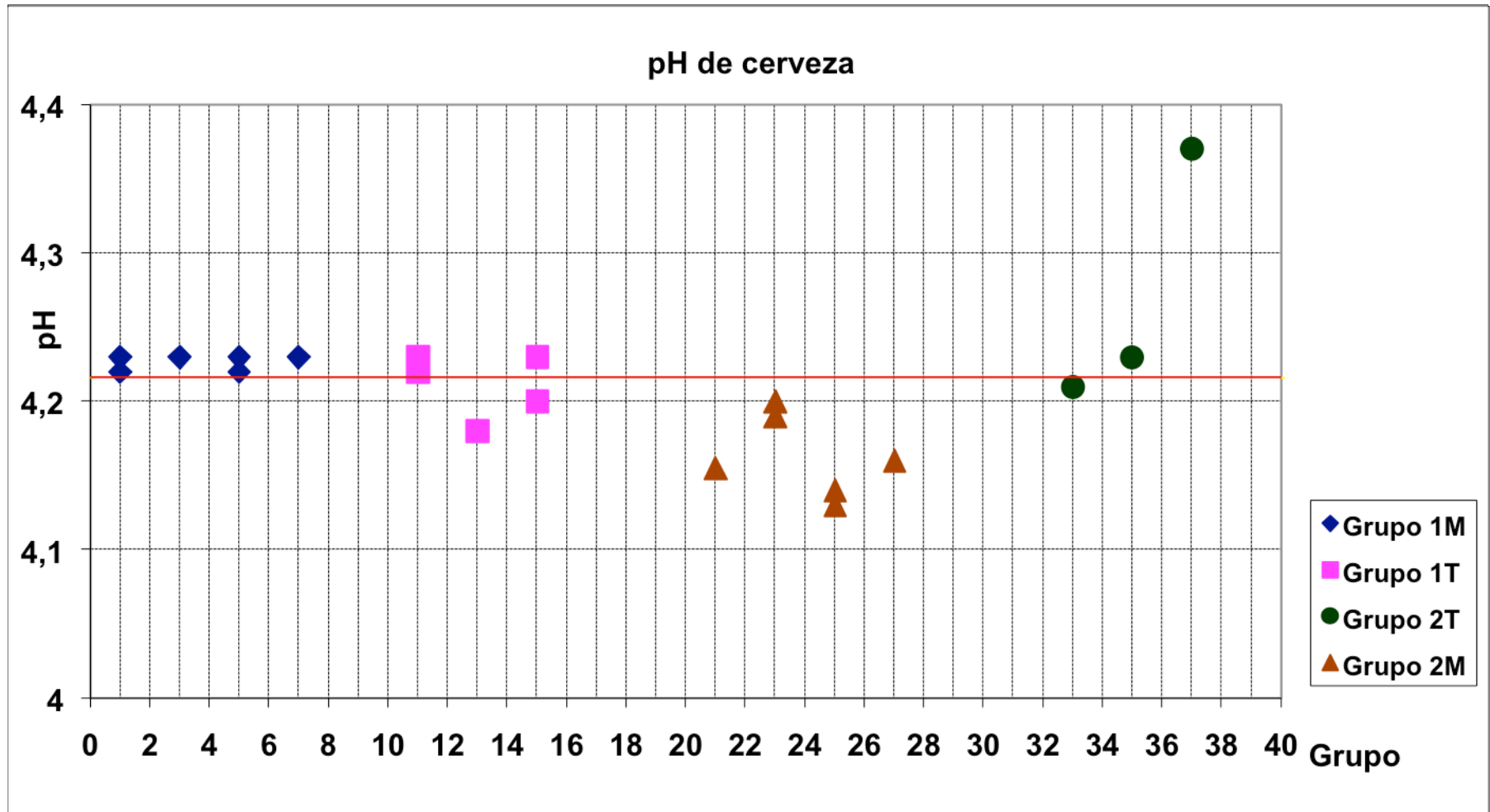
Método Oficial (MET-OF): Destilación y medida de densidad

Métodos Cromatográficos: Cromatógrafo de gases con detector de ionización de llama (GC-FID) y de conductividad térmica (GC-TCD)

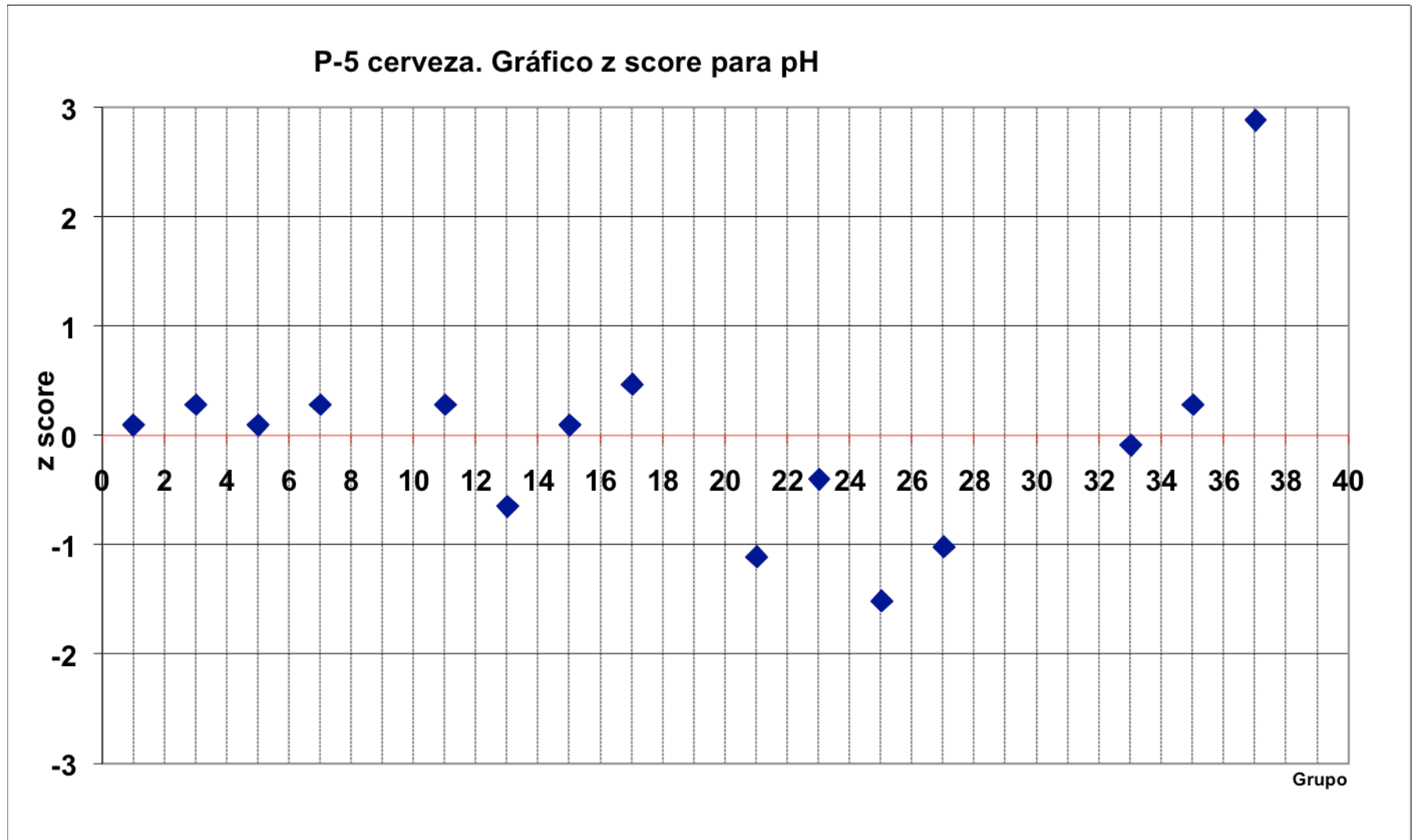
Determinación del pH y % etanol en cerveza (Intralaboratorio)

<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>UCM</u>
1M	1	1
1M	3	3
1M	5	5
1M	7	7
1T	1	11
1T	3	13
1T	5	15
1T	7	17
2M	1	21
2M	3	23
2M	5	25
2M	7	27
2T	3	33
2T	5	35
2T	7	37

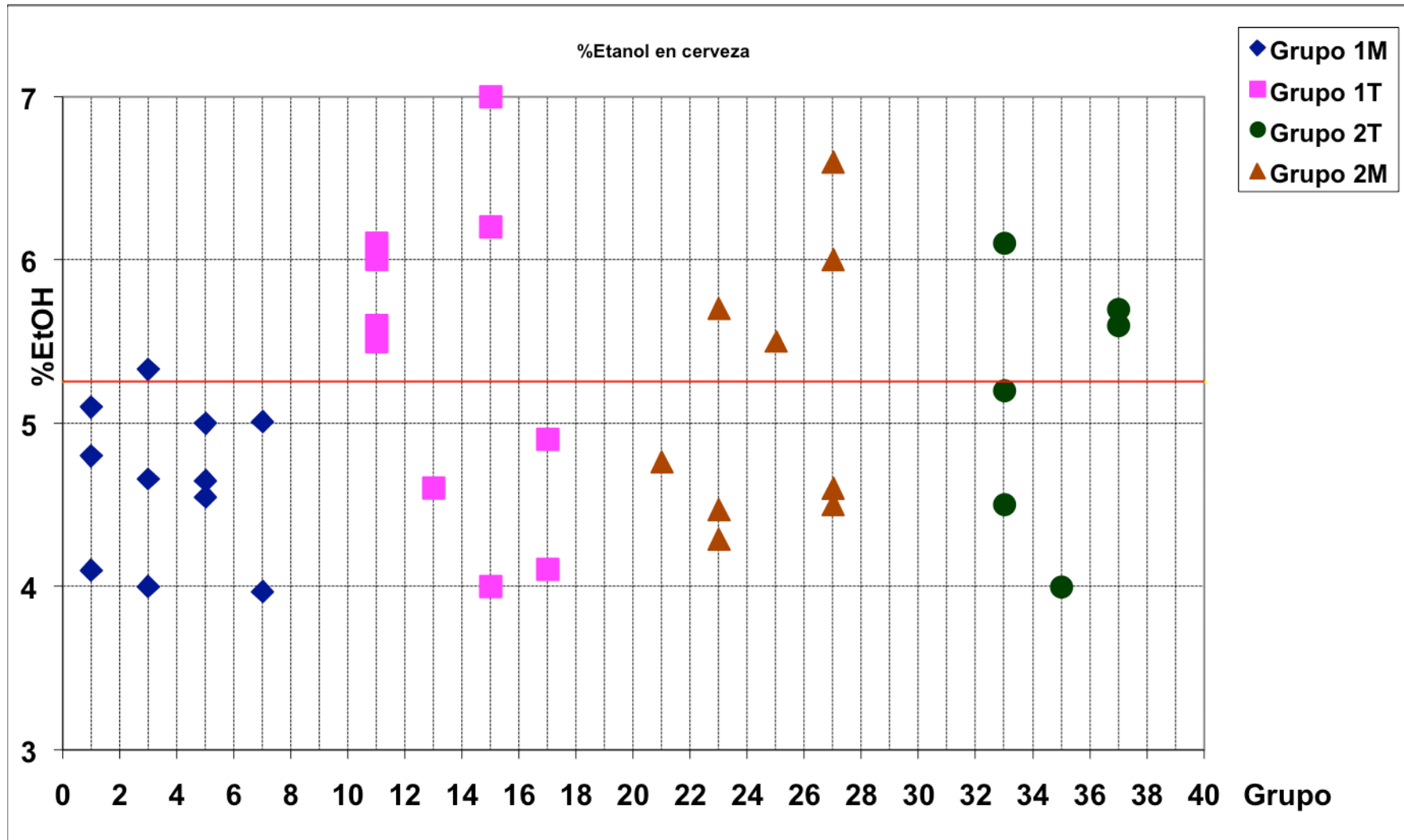
Determinación del pH en cerveza (Intralaboratorio)



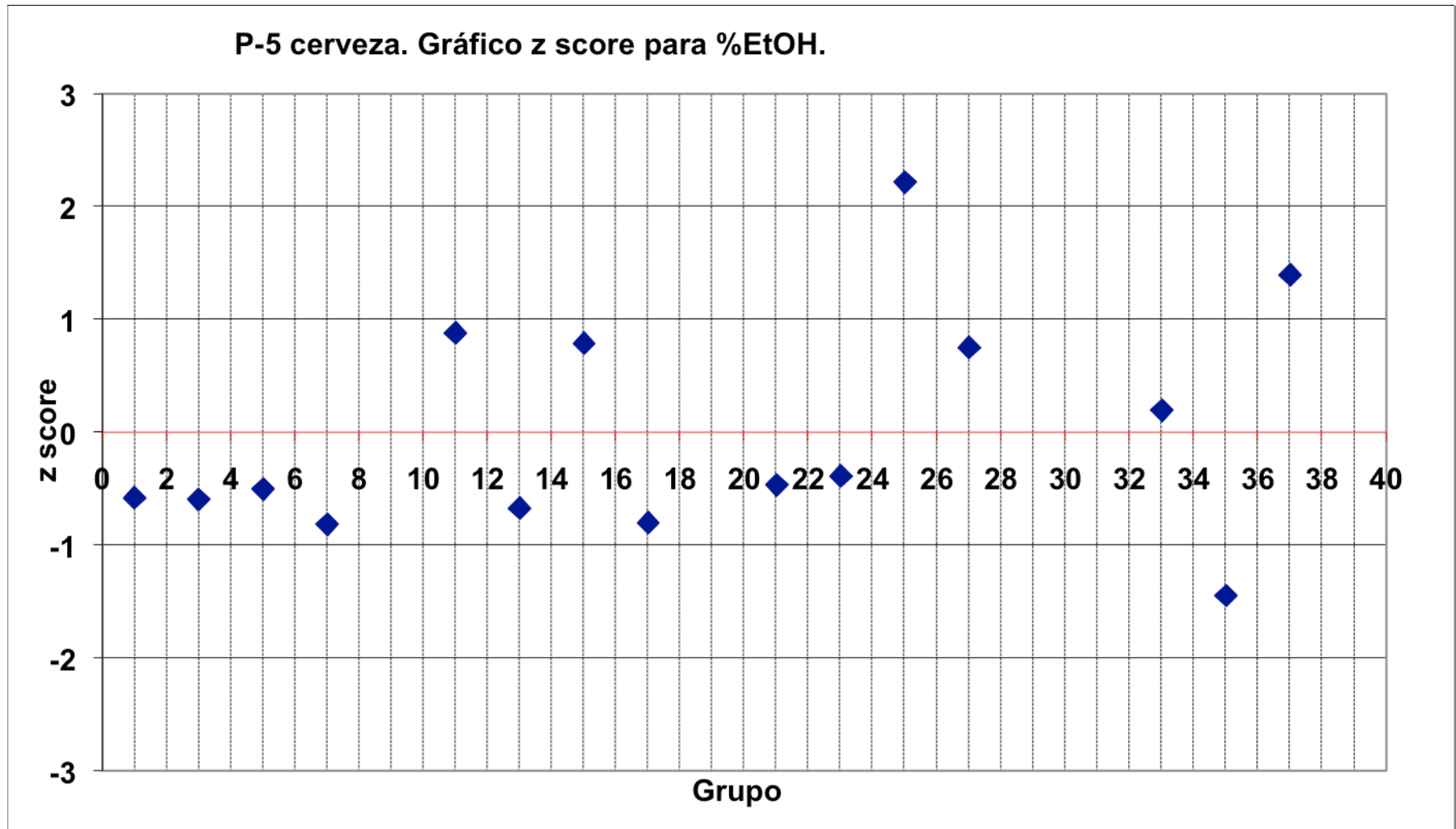
Determinación del pH en cerveza (Intralaboratorio)



Determinación del % etanol en cerveza (Intralaboratorio)



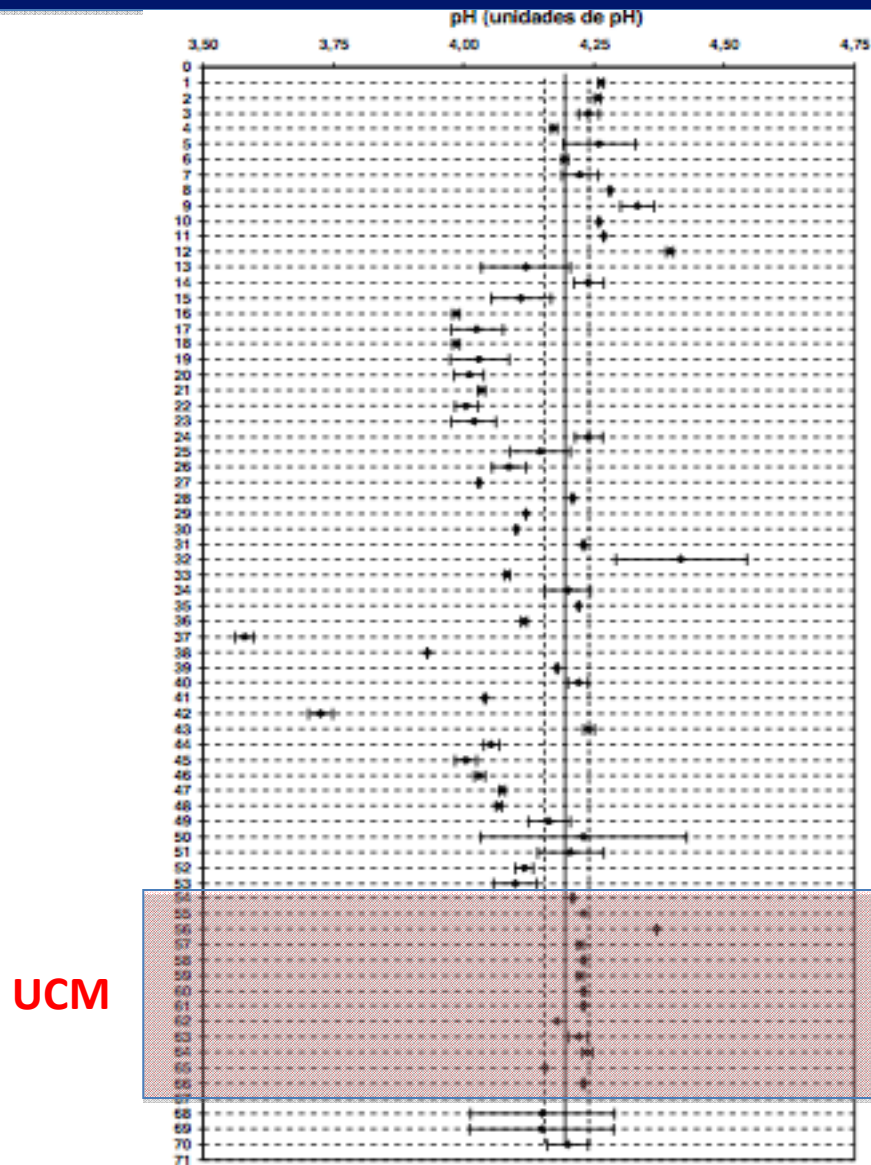
Determinación del % etanol en cerveza (Intralaboratorio)



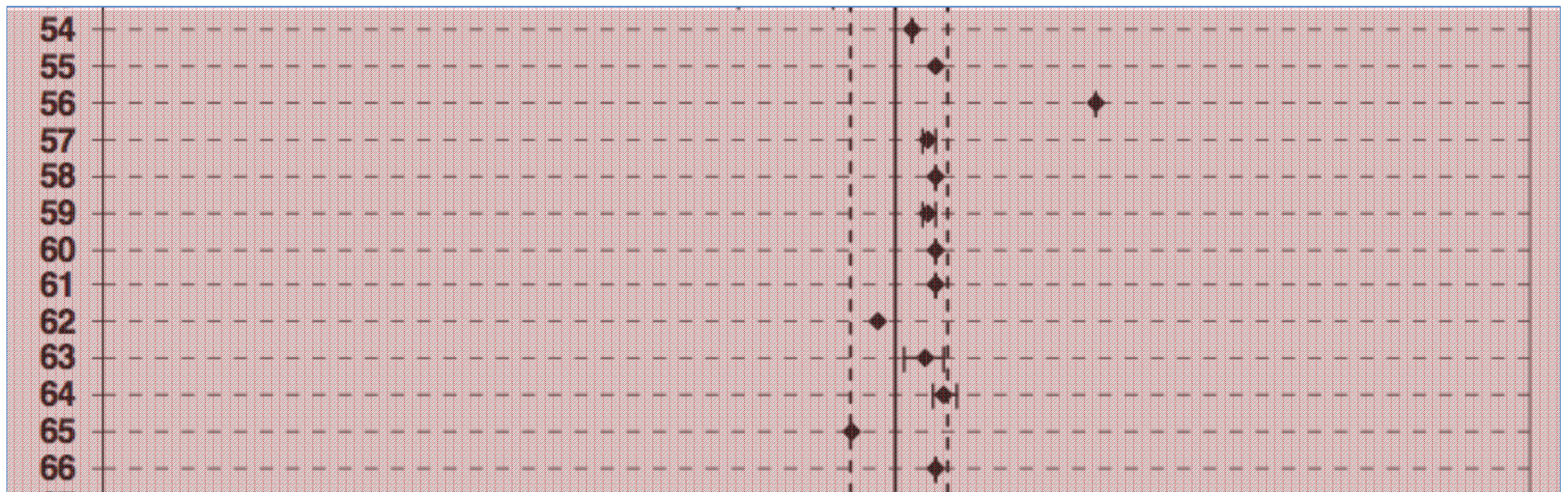
Determinación del pH en cerveza (Interlaboratorio)

<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>
1M	1	A08154a	57
1M	3	A08154b	58
1M	5	A08154c	59
1M	7	A08154d	60
1T	1	A08154e	61
1T	3	A08154f	62
1T	5	A08154g	63
1T	7	A08154h	64
2M	1	A08151a	65
2M	3	A08151b	66
2M	5	No enviado	...
2M	7	No enviado	...
2T	3	A08152a	54
2T	5	A08152b	55
2T	7	A08152c	56

Determinación del pH en cerveza (Interlaboratorio)



Determinación del pH en cerveza (Interlaboratorio)



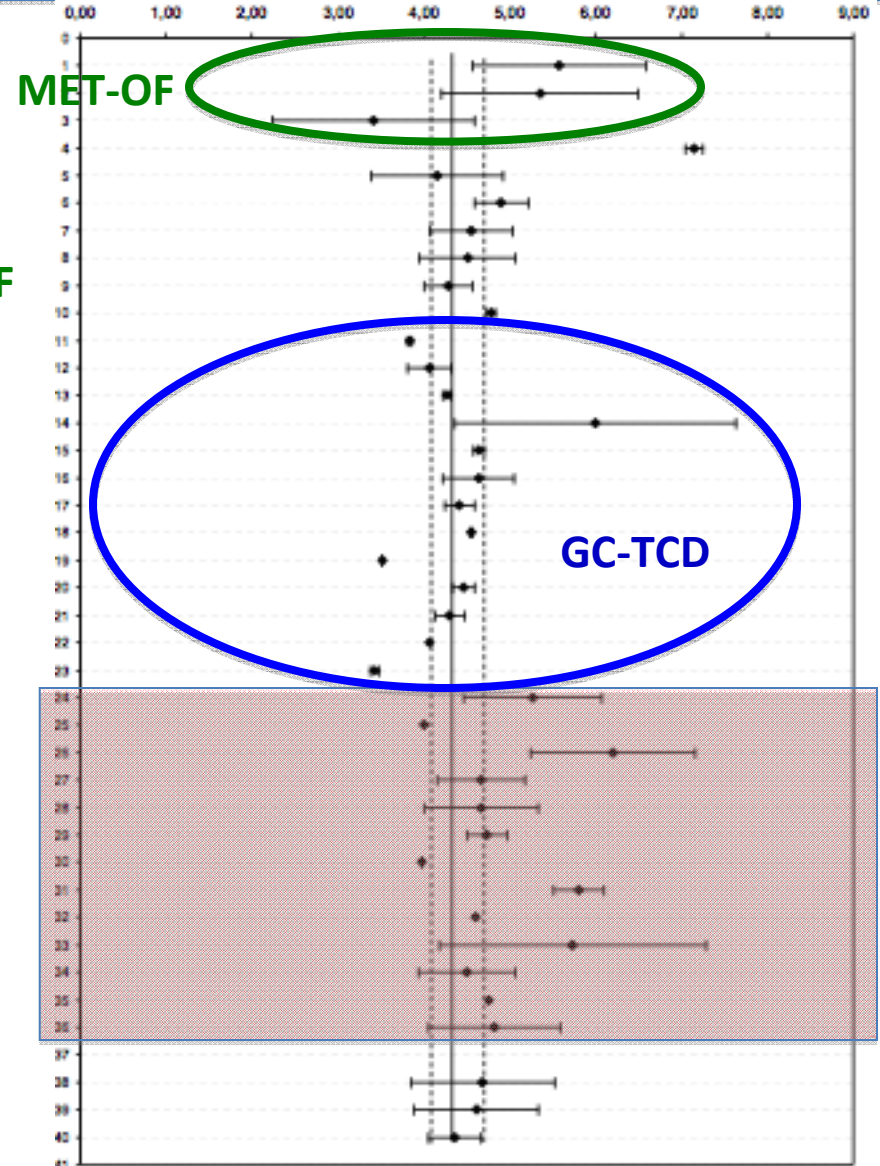
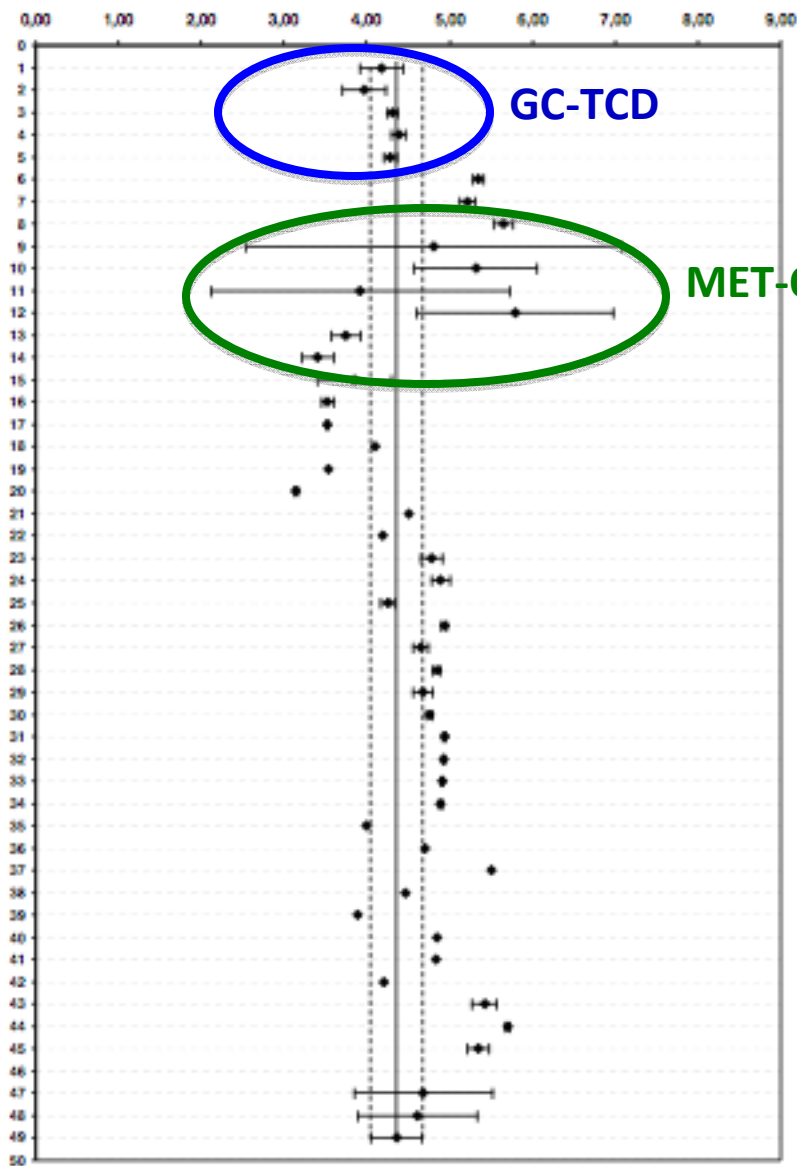
Media de las medias = 4.15 ± 0.14 (3,33%)

Valor de referencia = 4.20 ± 0.04 (0,95%)

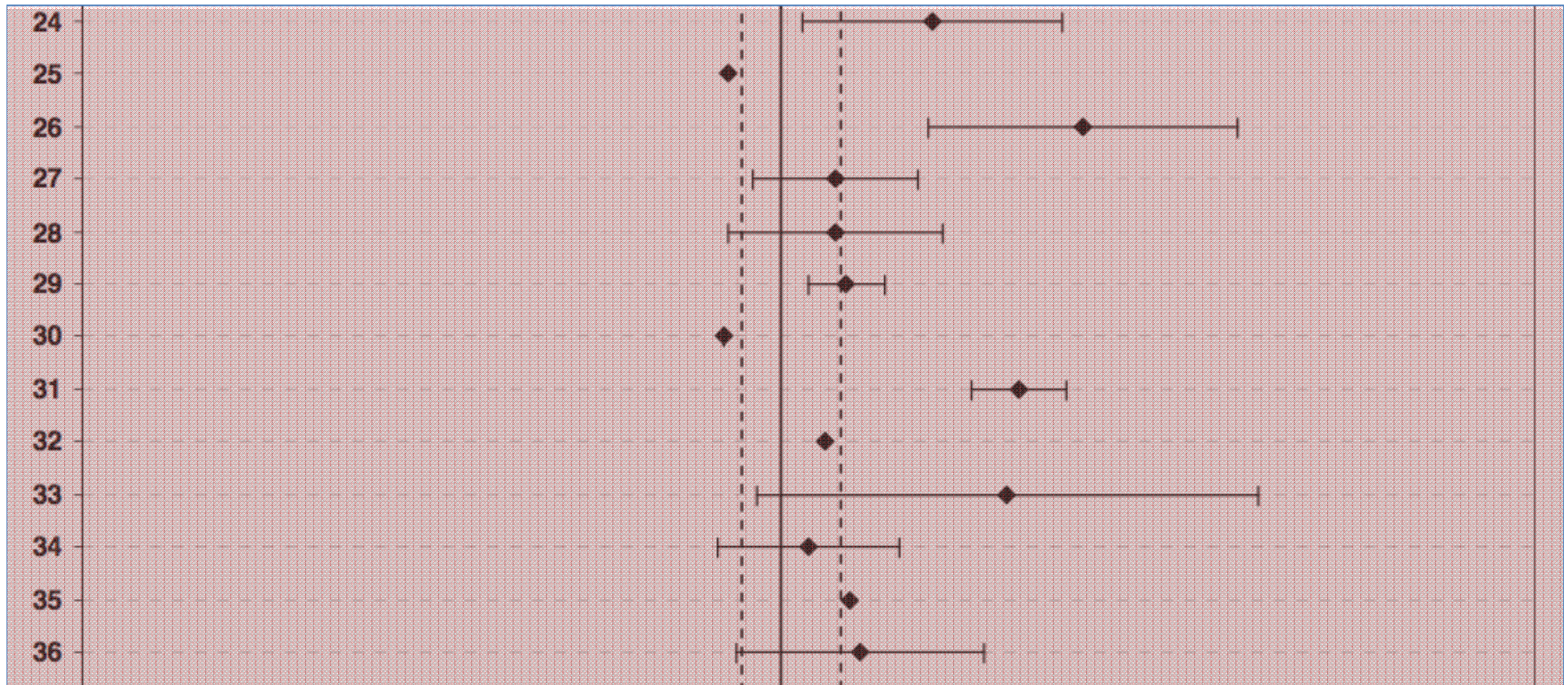
Determinación del % etanol en cerveza (Interlaboratorio)

<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>
1M	1	A08154a	27_gf2
1M	3	A08154b	28_gf2
1M	5	A08154c	29_gf2
1M	7	A08154d	30_gf2
1T	1	A08154e	31_gf2
1T	3	A08154f	32_gf2
1T	5	A08154g	33_gf2
1T	7	A08154h	34_gf2
2M	1	A08151a	35_gf2
2M	3	A08151b	36_gf2
2M	5	No enviado	...
2M	7	No enviado	...
2T	3	A08152a	24_gf2
2T	5	A08152b	25_gf2
2T	7	A08152c	26_gf2

Determinación del % etanol en cerveza (Interlaboratorio)



Determinación del % etanol (en peso) en cerveza (Interlaboratorio)



Media de las medias = 4.60 ± 0.72 (15.6%)

Valor de referencia = 4.36 ± 0.31 (7.0%) (d = 0.81; % etanol comercial 5.4% (v/v))

ENSAYOS

- **Muestra de ostras (Ejercicio Intralaboratorio)**
- **Muestra de cerveza**
- **Muestra de suelo y de extracto de suelo**
- **Muestra de harina**

Determinación de parámetros en suelo

Parámetros medidos

pH en suspensión acuosa

K extraíble de suelo

P extraíble de suelo

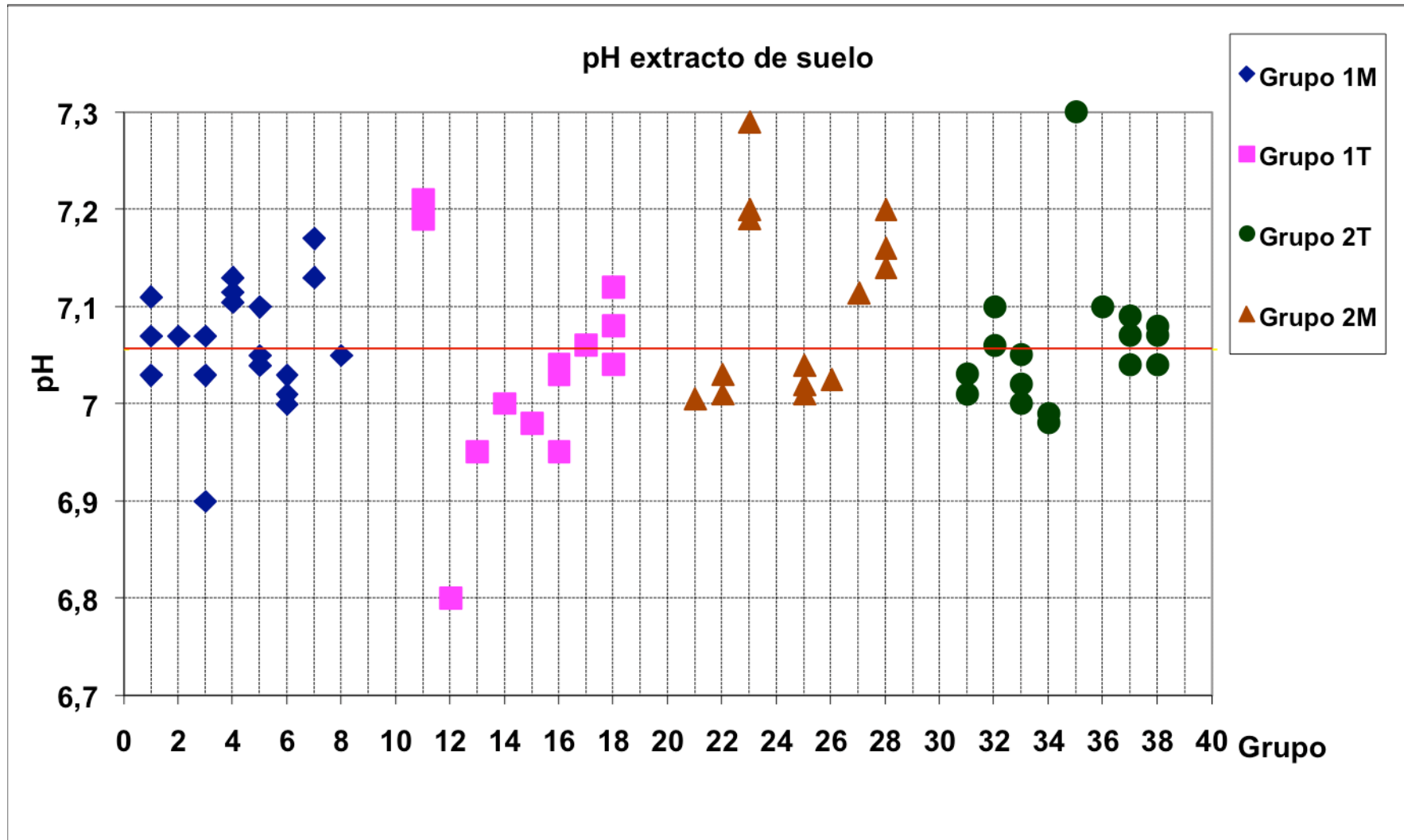
Conductividad extracto de suelo

K en extracto de suelo

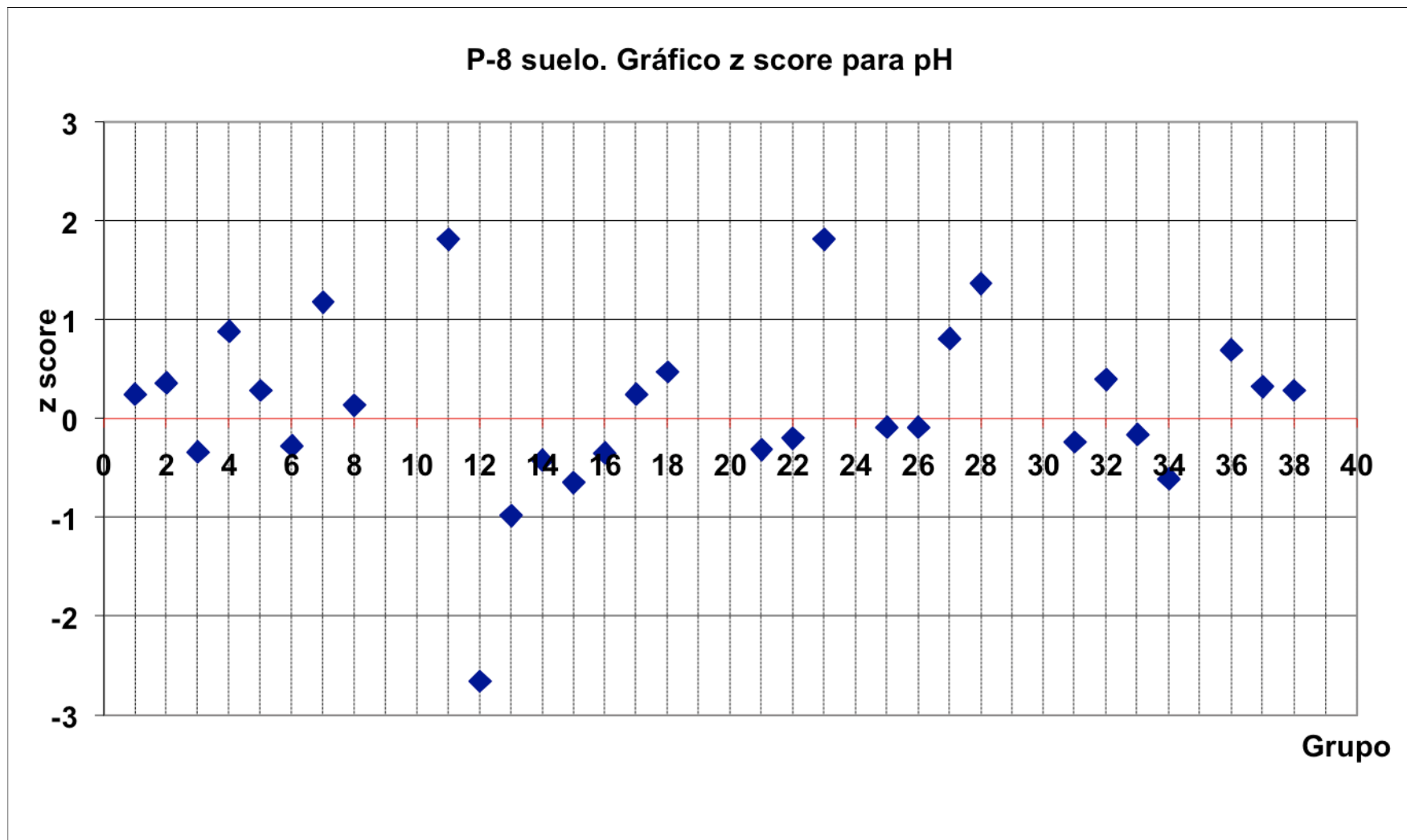
Determinación de parámetros en suelo (intralaboratorio)

<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>UCM</u>	<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>UCM</u>
1M	1	1	2M	1	21
1M	2	2	2M	2	22
1M	3	3	2M	3	23
1M	4	4	2M	4	24
1M	5	5	2M	5	25
1M	6	6	2M	6	26
1M	7	7	2M	7	27
1M	8	8	2M	8	28
1T	1	11	2T	1	31
1T	2	12	2T	2	32
1T	3	13	2T	3	33
1T	4	14	2T	4	34
1T	5	15	2T	5	35
1T	6	16	2T	6	36
1T	7	17	2T	7	37
1T	8	18	2T	8	38

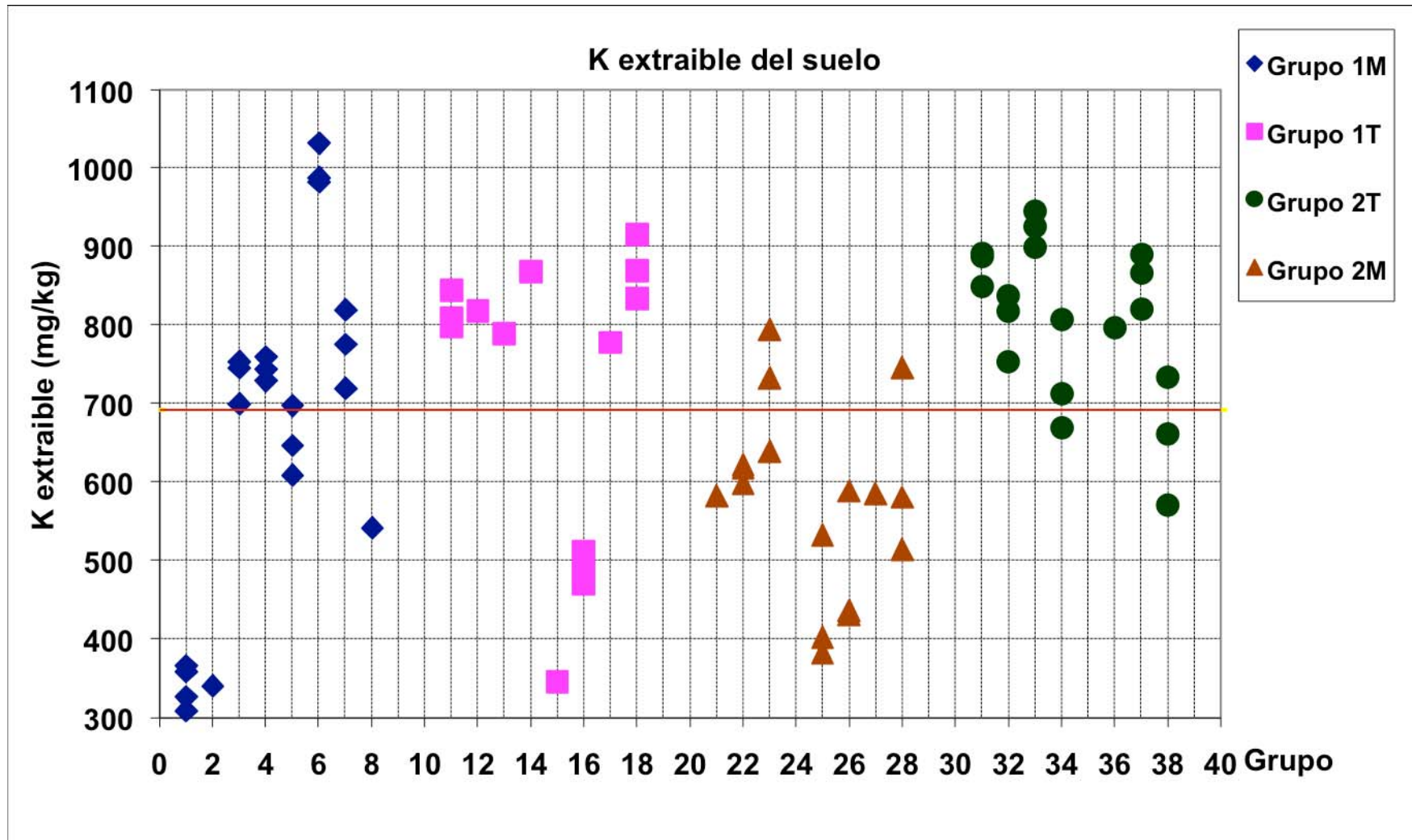
Determinación del pH en suspensión (intralaboratorio)



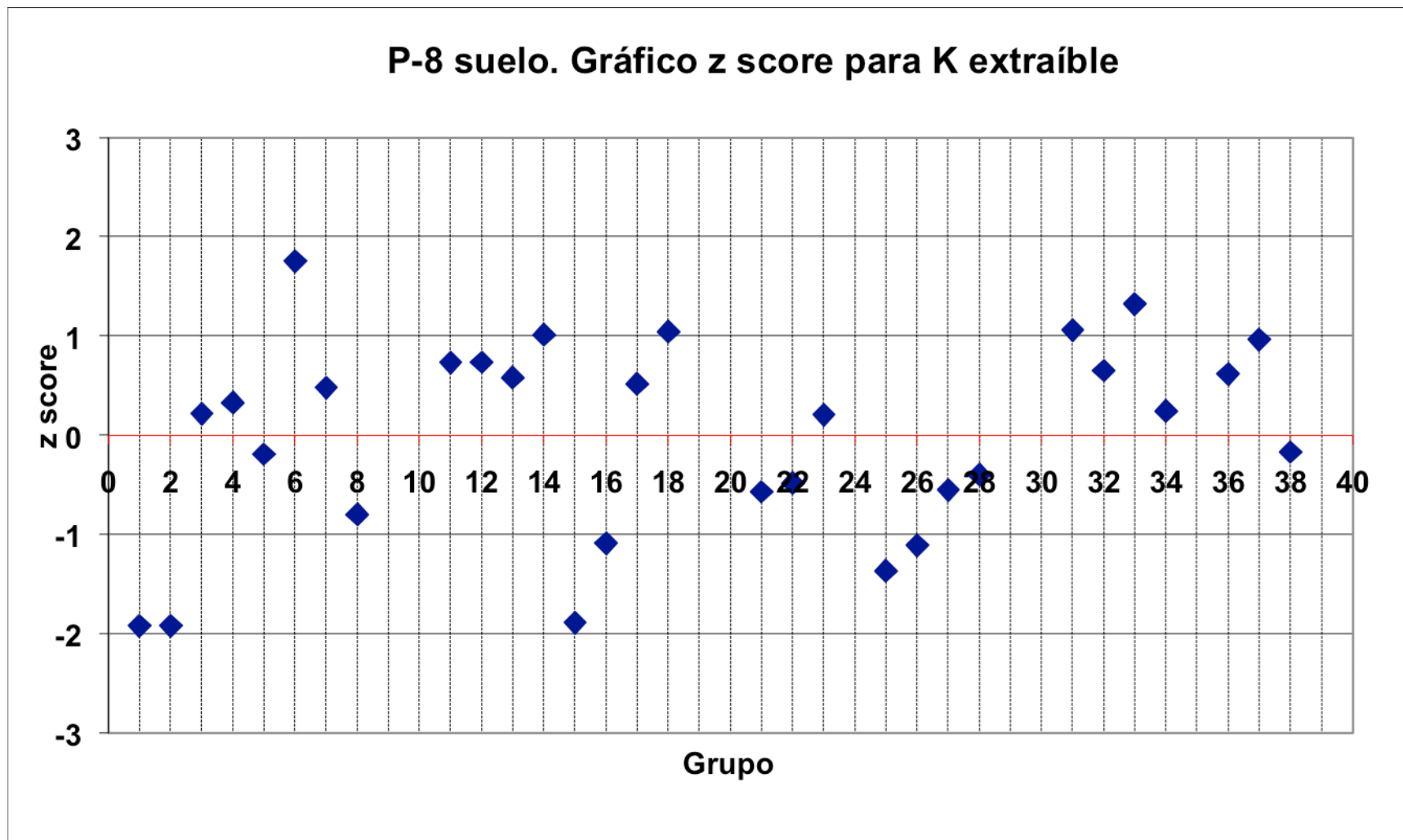
Determinación del pH en extracto de suelo (intralaboratorio)



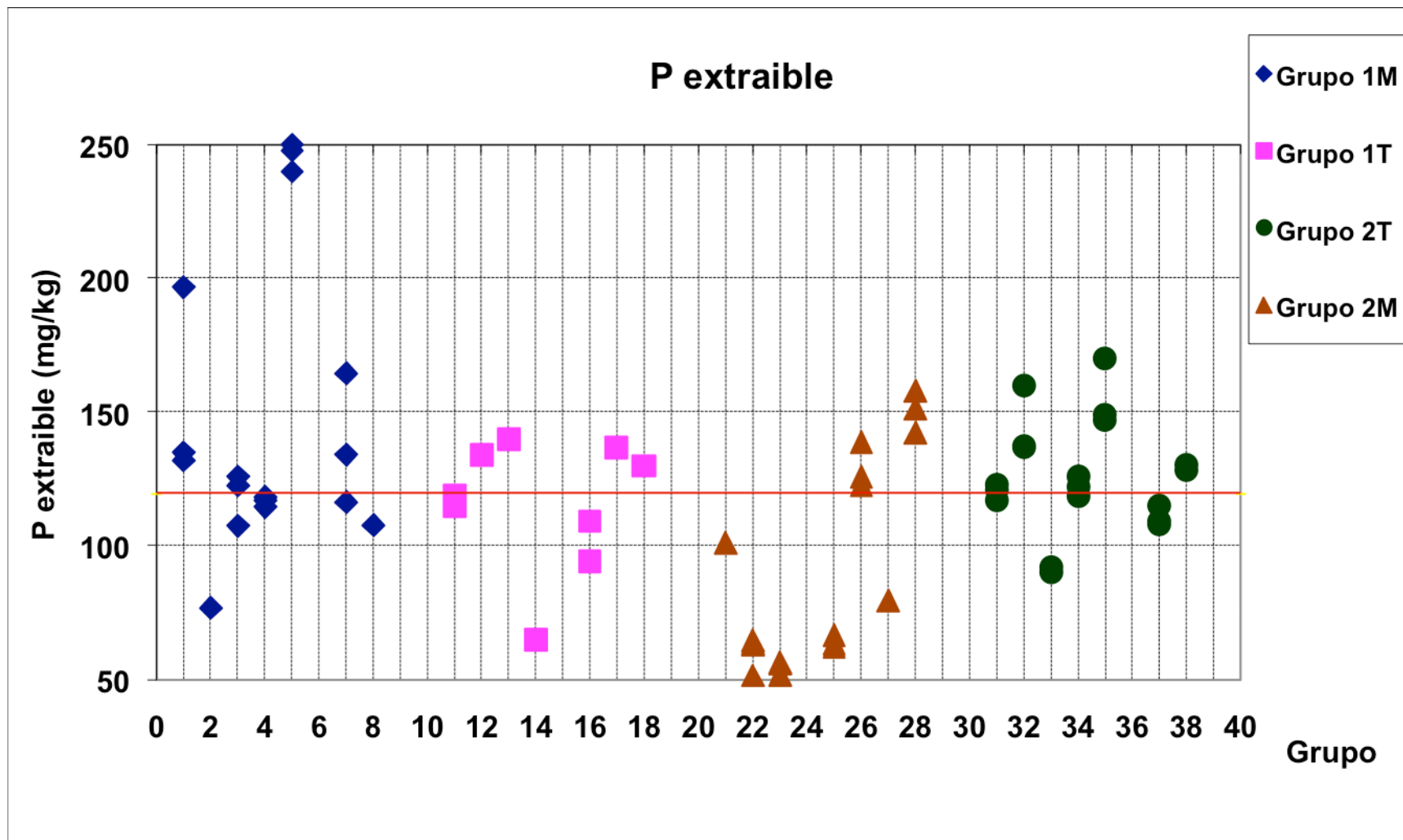
Determinación del K extraíble en suelo (intralaboratorio)



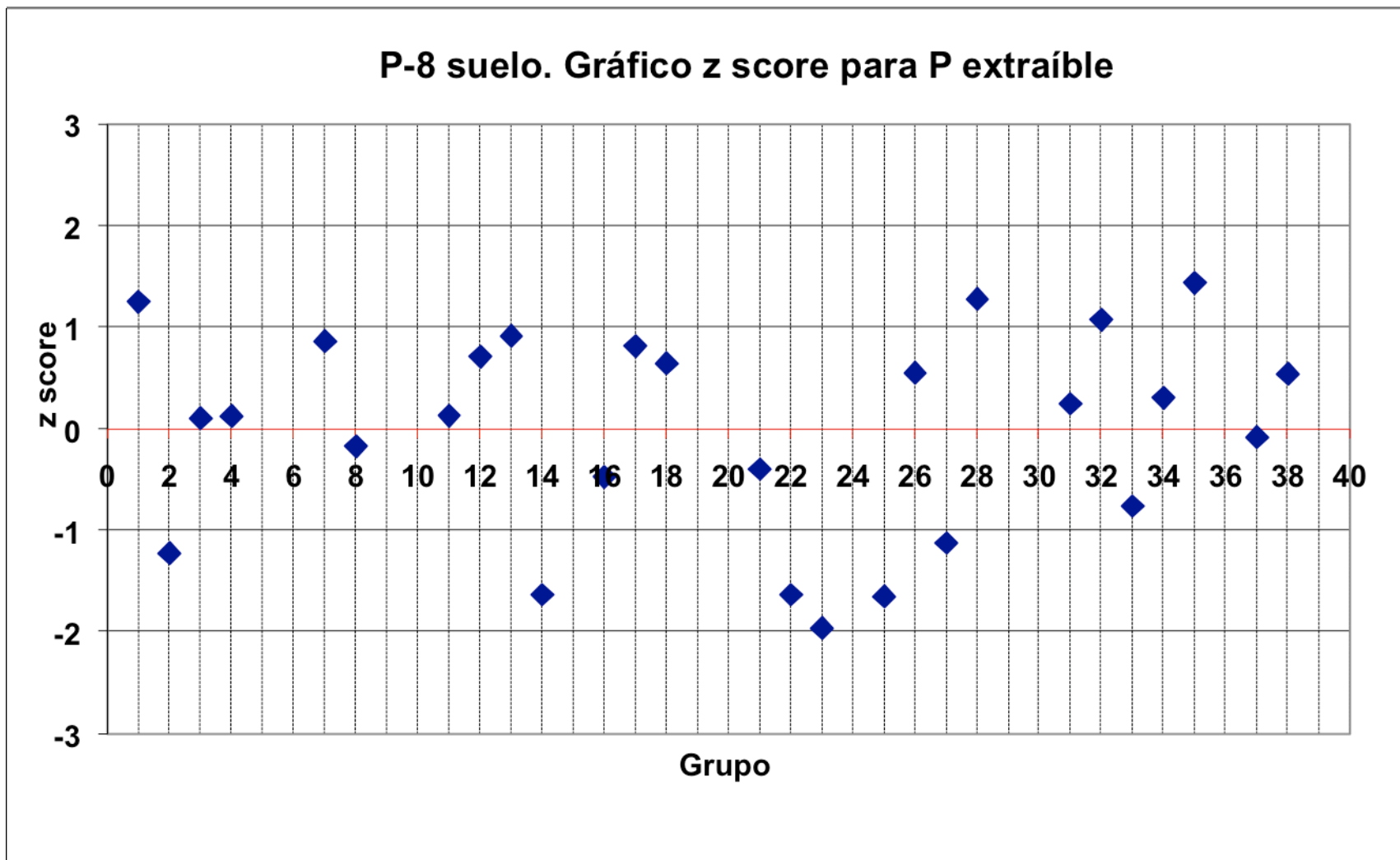
Determinación del K extraíble en suelo (intralaboratorio)



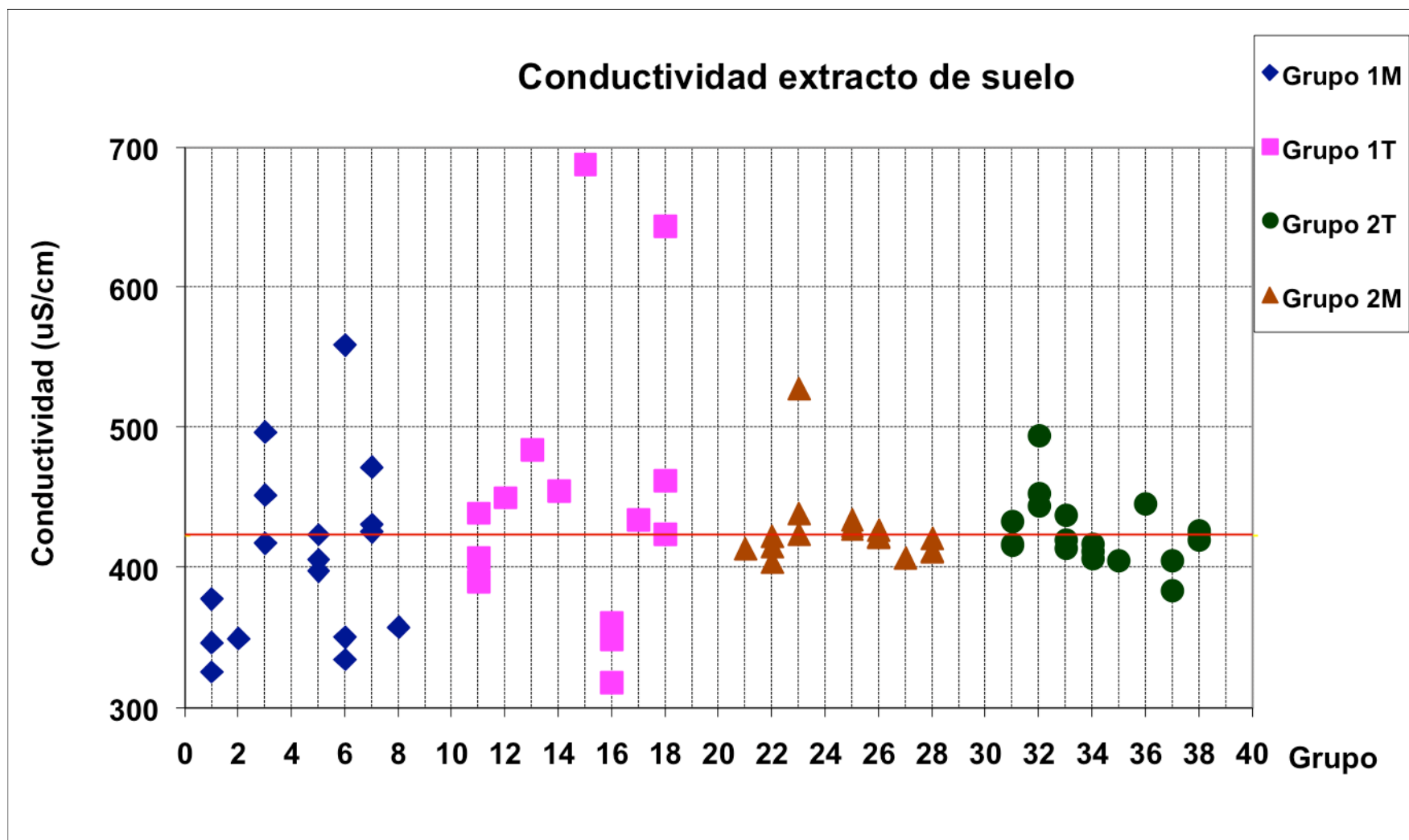
Determinación del P extraíble en suelo (intralaboratorio)



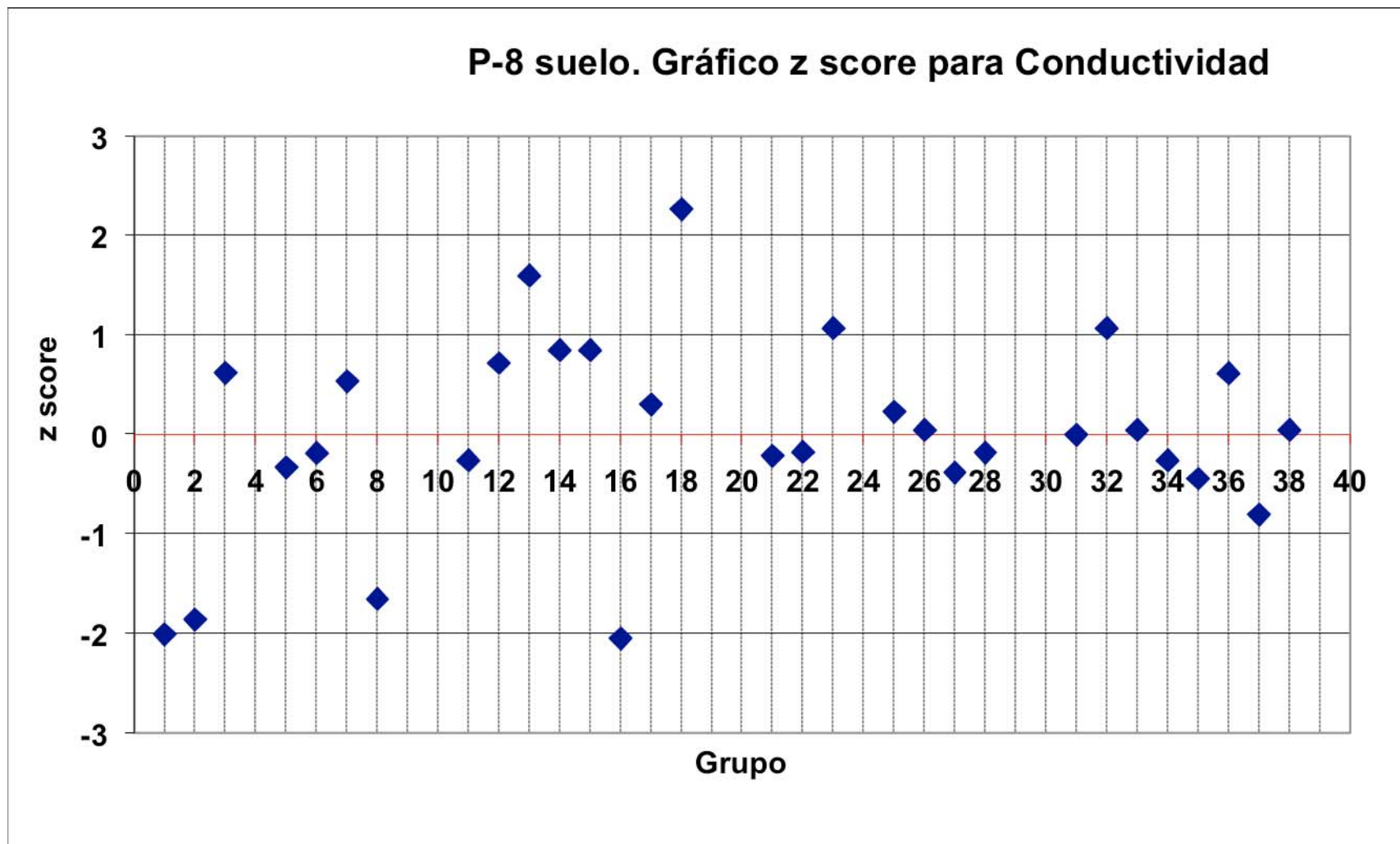
Determinación del P extraíble en suelo (intralaboratorio)



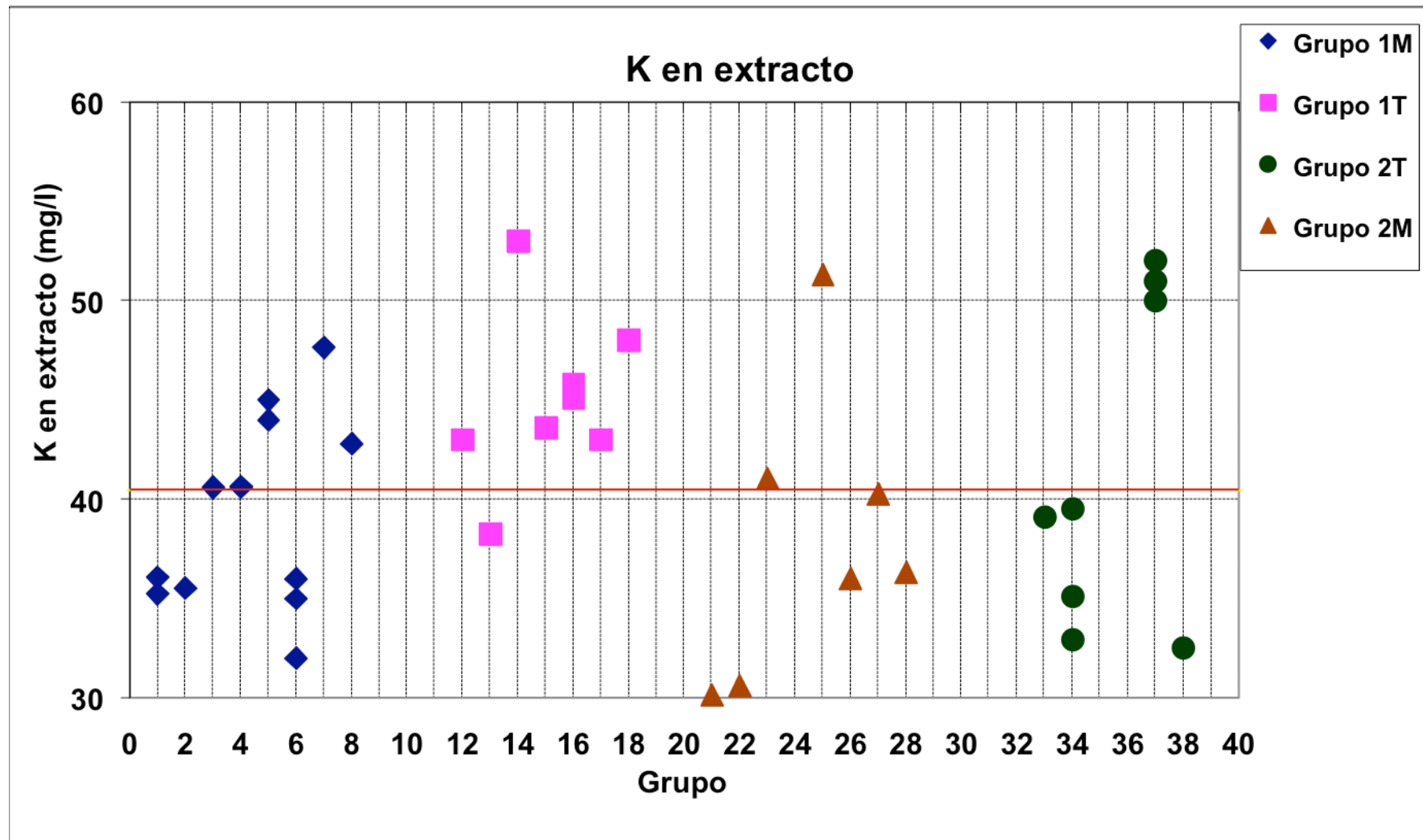
Determinación de la conductividad en suelo (intralaboratorio)



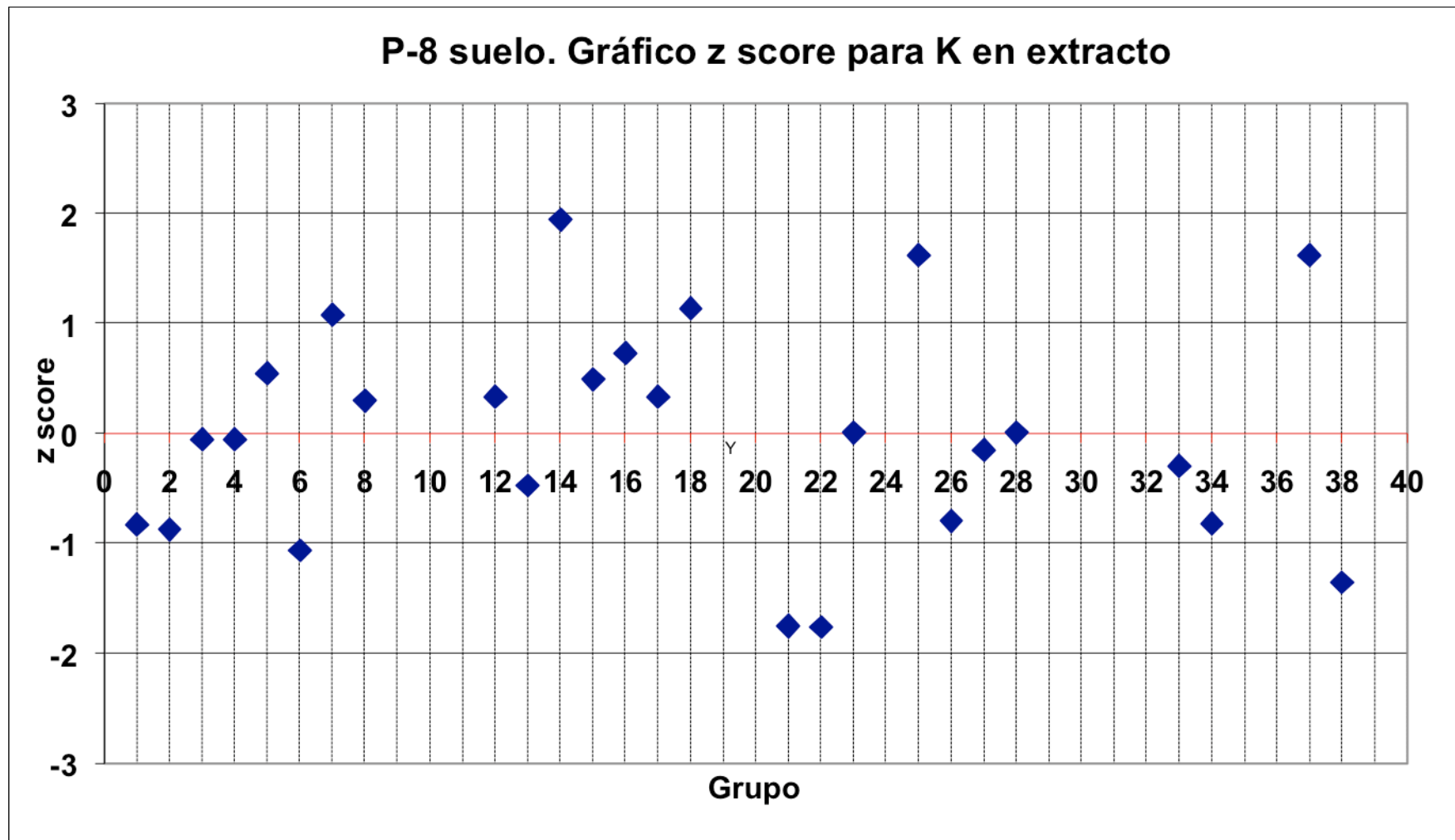
Determinación de la conductividad en suelo (intralaboratorio)



Determinación de K en extracto de suelo (intralaboratorio)



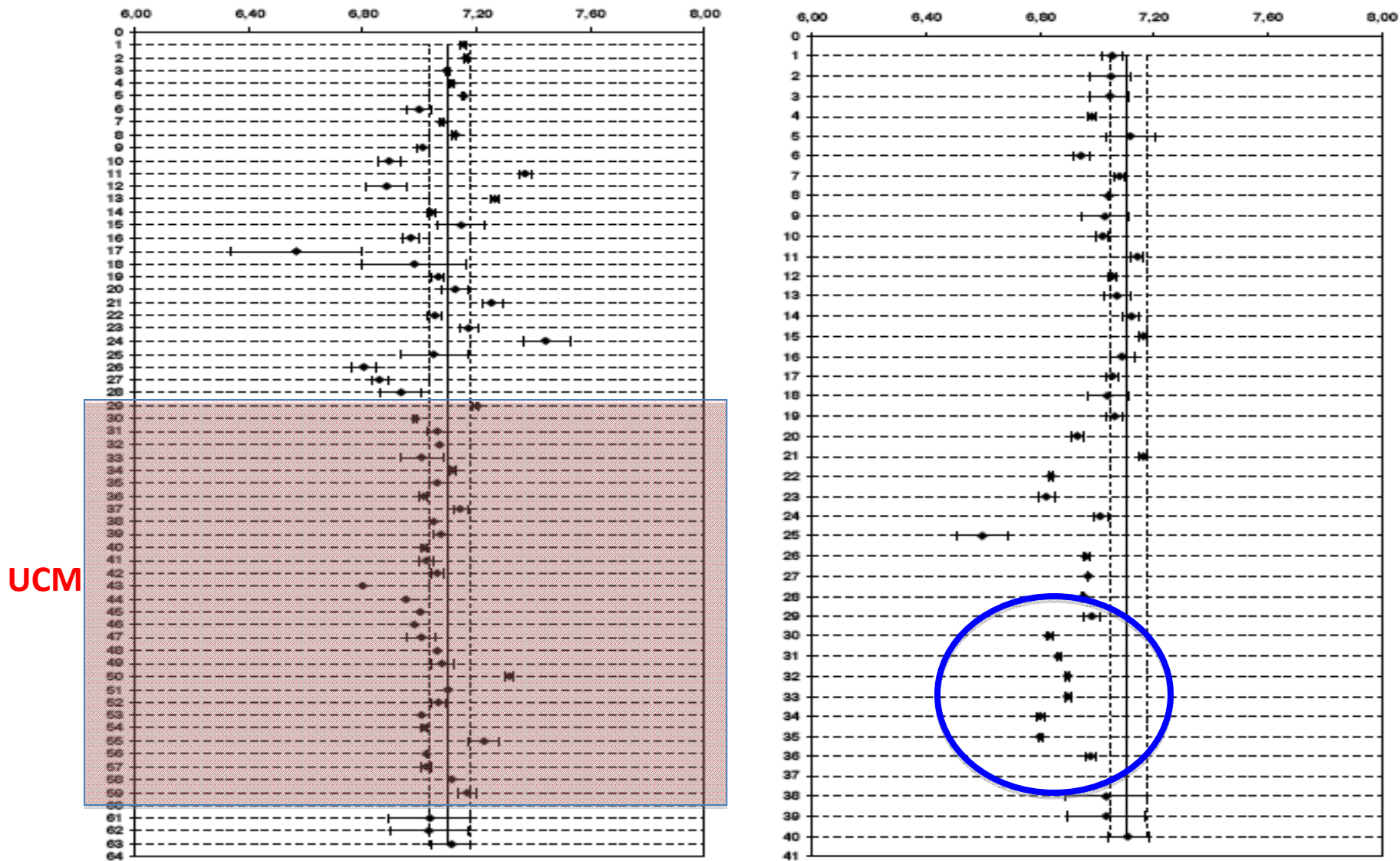
Determinación de K en extracto de suelo (intralaboratorio)



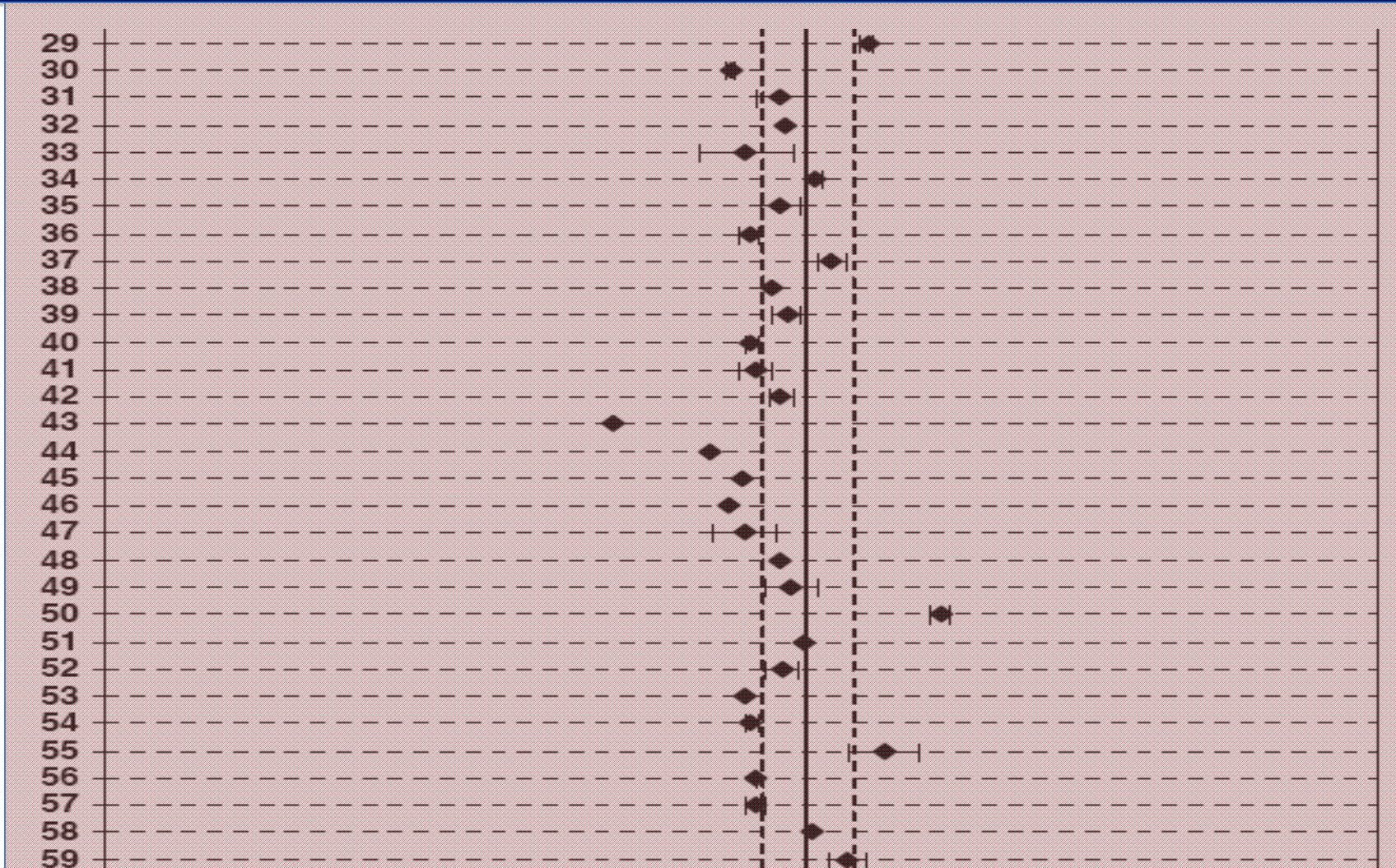
Determinación del pH en suspensión (interlaboratorio)

<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>	<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>
1M	1	B09084a	31_gf1	2M	1	B09084i	53_gf1
1M	2	B09084b	32_gf1	2M	2	B09084j	54_gf1
1M	3	B09084c	33_gf1	2M	3	B09084k	55_gf1
1M	4	B09084d	34_gf1	2M	4	No enviado	...
1M	5	B09084e	35_gf1	2M	5	D09091d	57_gf1
1M	6	B09084f	36_gf1	2M	6	D09084l	56_gf1
1M	7	B09084g	37_gf1	2M	7	B09091e	58_gf1
1M	8	B09084g	39_gf1	2M	8	B09091f	59_gf1
1T	1	B09082a	29_gf1	2T	1	B09091a	40_gf1
1T	2	B09092b	43_gf1	2T	2	B09084h	38_gf1
1T	3	B09092c	44_gf1	2T	3	B09091b	41_gf1
1T	4	B09092d	45_gf1	2T	4	B09083a	30_gf1
1T	5	B09092e	46_gf1	2T	5	B09093a	50_gf1
1T	6	B09092f	47_gf1	2T	6	B09144a	51_gf1
1T	7	B09092g	48_gf1	2T	7	B08174a	52_gf1
1T	8	B09092h	49_gf1	2T	8	B09091c	42_gf1

Determinación del pH en suspensión (interlaboratorio)



Determinación del pH en suspensión (interlaboratorio)



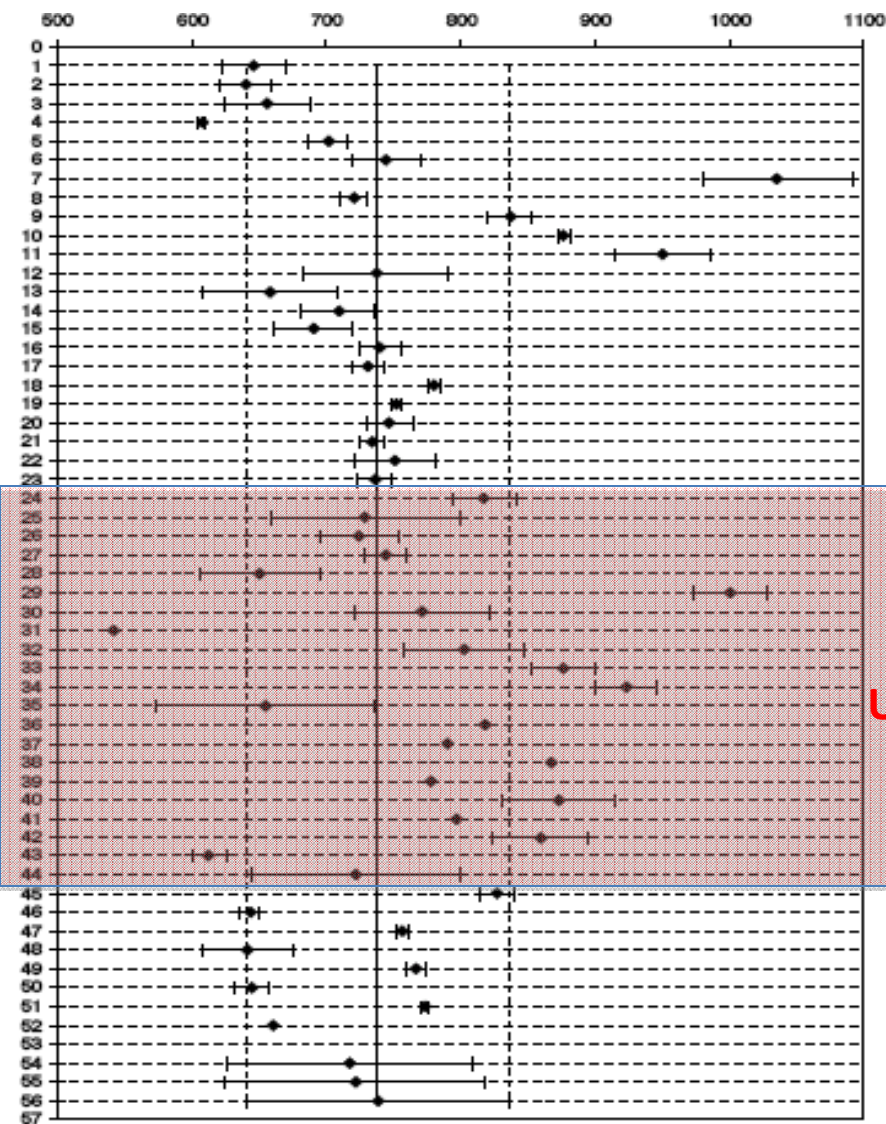
Media de las medias = $7,03 \pm 0.14$ (1,92%)

Valor de referencia = $7,11 \pm 0.07$ (0,95%)

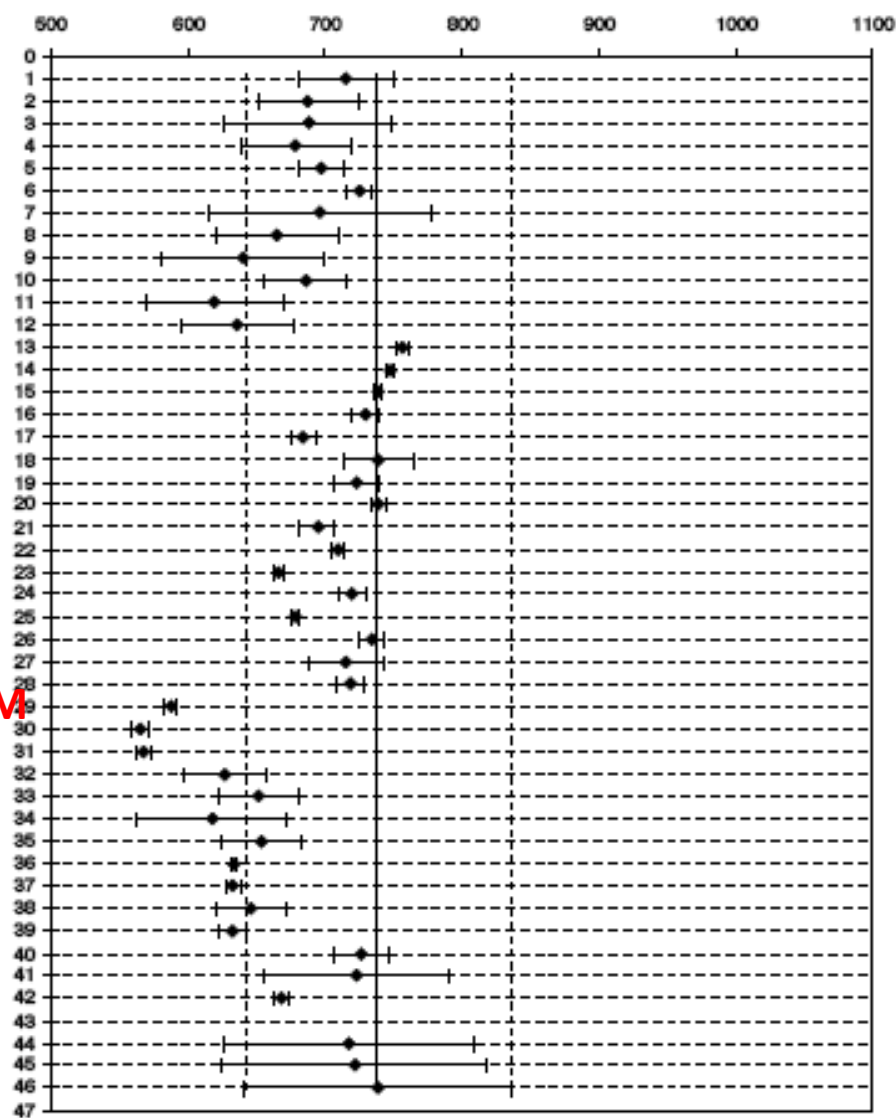
Determinación del K extraíble de suelo (interlaboratorio)

<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>	<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>
1M	1	B09084a	...	2M	1	B09084i	32_gf1
1M	2	B09084b	...	2M	2	B09084j	43_gf1
1M	3	B09084c	26_gf1	2M	3	B09084k	44_gf1
1M	4	B09084d	27_gf1	2M	4	No enviado	...
1M	5	B09084e	28_gf1	2M	5	D09091d	...
1M	6	B09084f	29_gf1	2M	6	D09084l	...
1M	7	B09084g	30_gf1	2M	7	B09091e	...
1M	8	B09084g	...	2M	8	B09091f	...
1T	1	B09082a	24_gf1	2T	1	B09091a	33_gf1
1T	2	B09092b	36_gf1	2T	2	B09084h	31_gf1
1T	3	B09092c	37_gf1	2T	3	B09091b	34_gf1
1T	4	B09092d	38_gf1	2T	4	B09083a	25_gf1
1T	5	B09092e	...	2T	5	B09093a	...
1T	6	B09092f	...	2T	6	B09144a	41_gf1
1T	7	B09092g	39_gf1	2T	7	B08174a	42_gf1
1T	8	B09092h	40_gf1	2T	8	B09091c	35_gf1

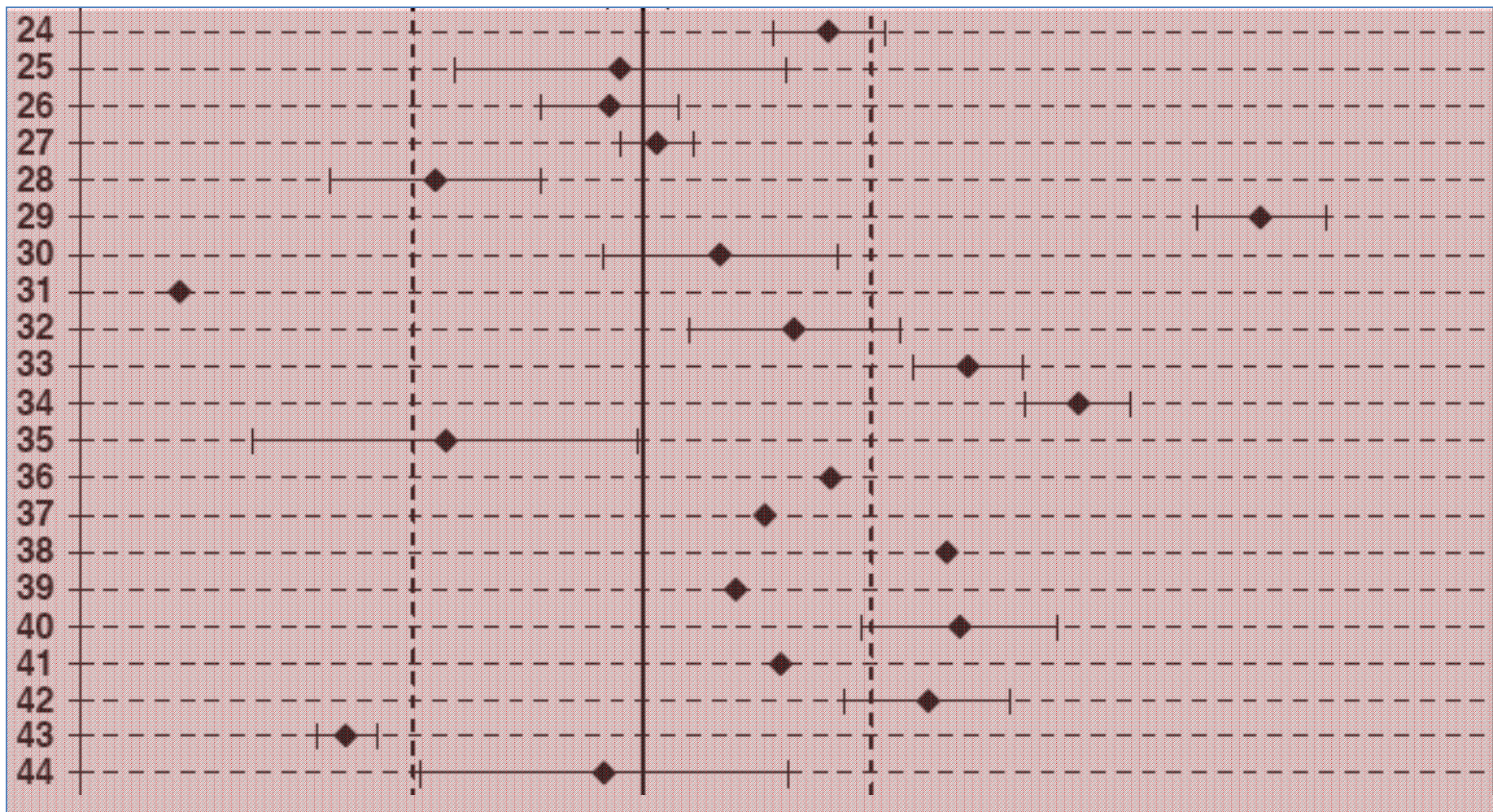
Determinación del K extraíble de suelo (interlaboratorio)



UCM



Determinación del K extraíble de suelo (interlaboratorio)



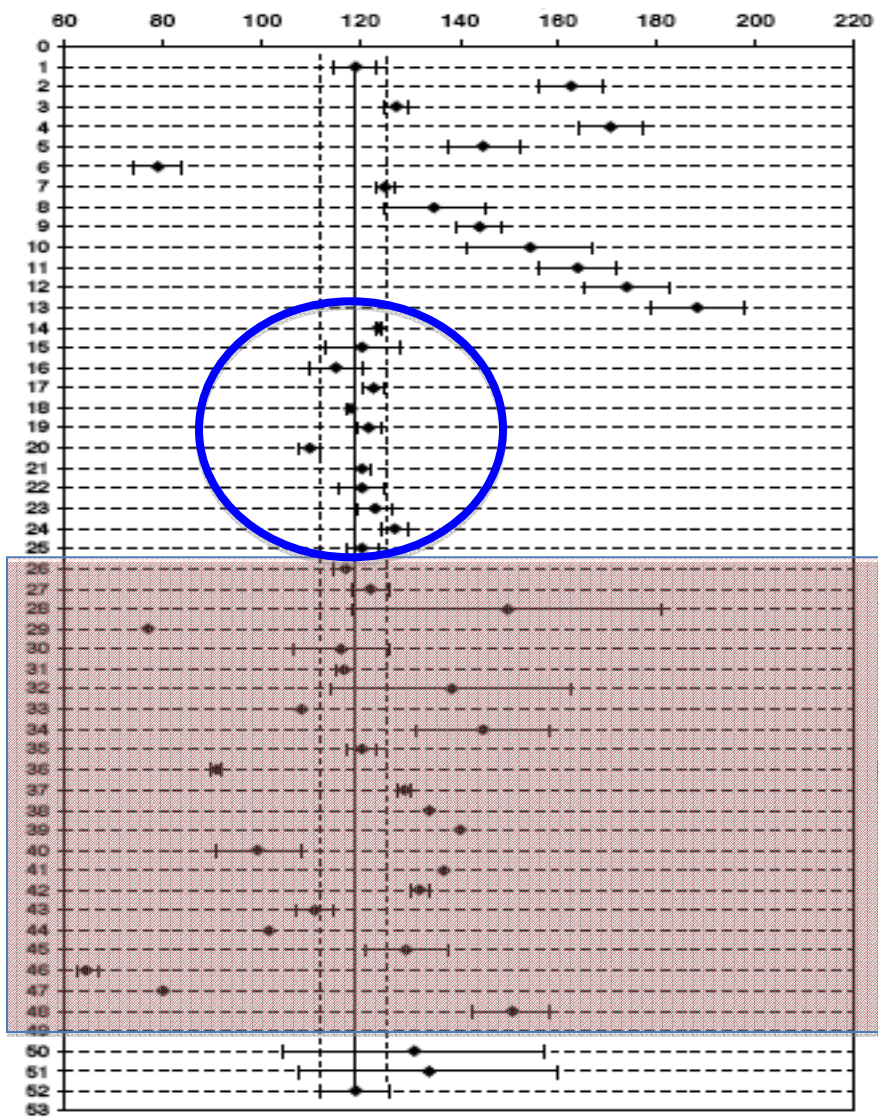
Media de las medias = 722 ± 97 (13,4%)

Valor de referencia = 739 ± 97 (30,7%)

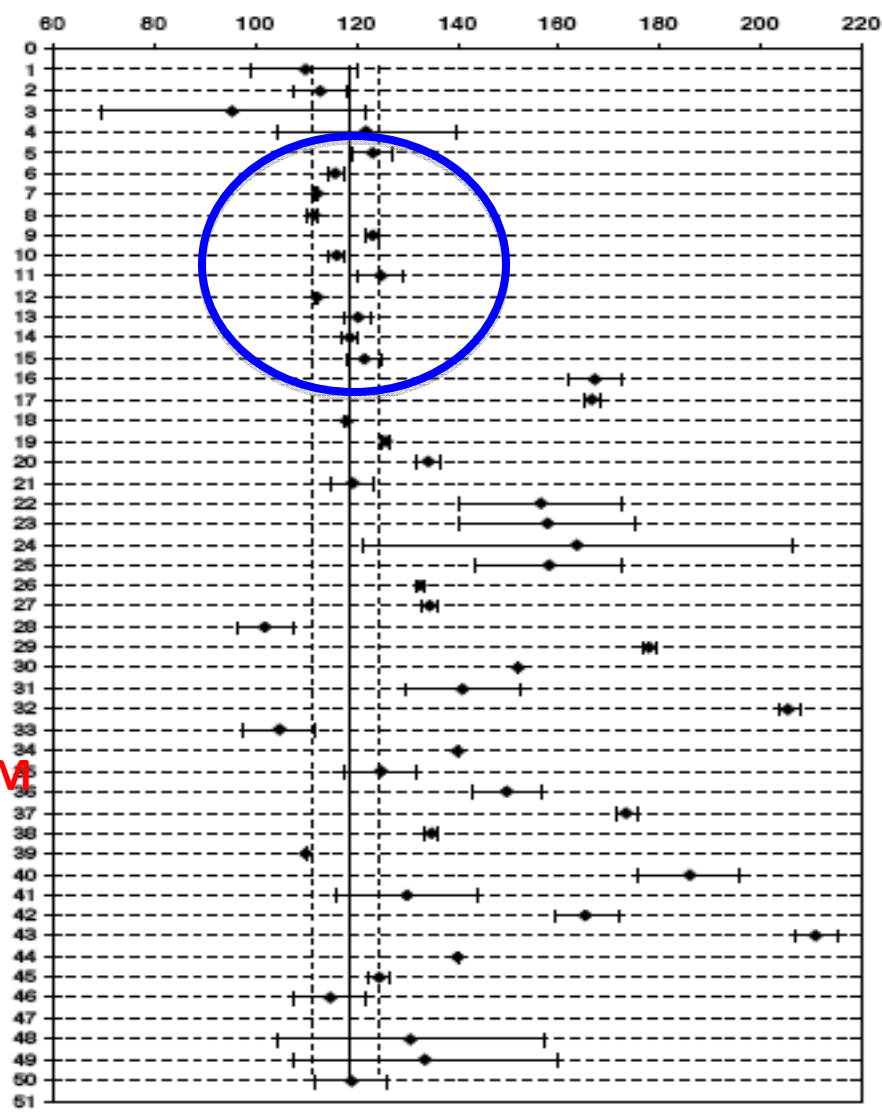
Determinación del P extraíble de suelo (interlaboratorio)

<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>	<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>
1M	1	B09084a	28_gf1	2M	1	B09084i	44_gf1
1M	2	B09084b	29_gf1	2M	2	B09084j	...
1M	3	B09084c	30_gf1	2M	3	B09084k	...
1M	4	B09084d	31_gf1	2M	4	No enviado	...
1M	5	B09084e	...	2M	5	D09091d	46_gf1
1M	6	B09084f	...	2M	6	D09084l	45_gf1
1M	7	B09084g	32_gf1	2M	7	B09091e	47_gf1
1M	8	B09084g	34_gf1	2M	8	B09091f	48_gf1
1T	1	B09082a	26_gf1	2T	1	B09091a	35_gf1
1T	2	B09092b	38_gf1	2T	2	B09084h	33_gf1
1T	3	B09092c	39_gf1	2T	3	B09091b	36_gf1
1T	4	B09092d	...	2T	4	B09083a	27_gf1
1T	5	B09092e	...	2T	5	B09093a	...
1T	6	B09092f	40_gf1	2T	6	B09144a	...
1T	7	B09092g	41_gf1	2T	7	B08174a	43_gf1
1T	8	B09092h	42_gf1	2T	8	B09091c	37_gf1

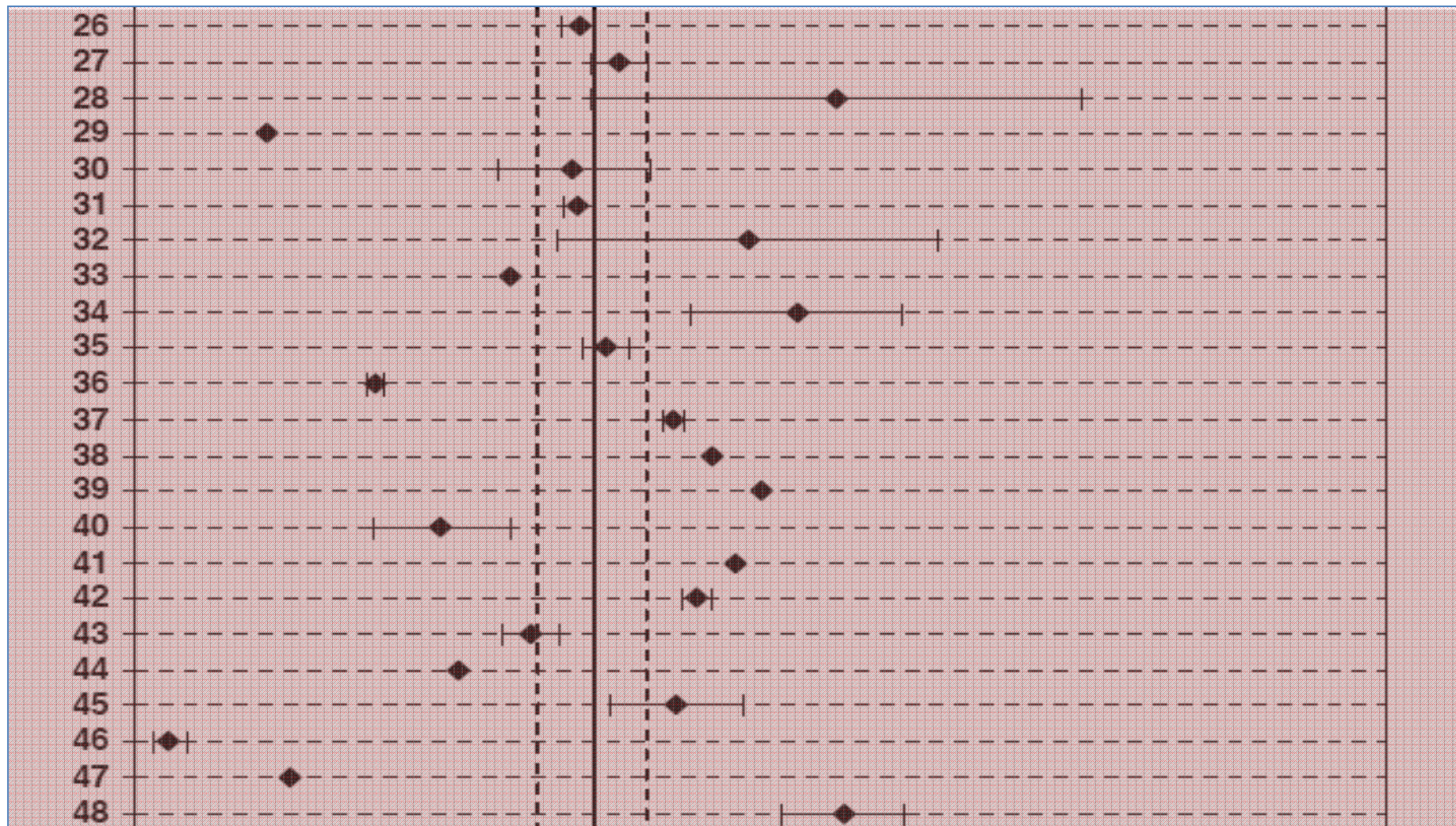
Determinación del P extraíble de suelo (interlaboratorio)



UCM



Determinación del P extraíble de suelo (interlaboratorio)



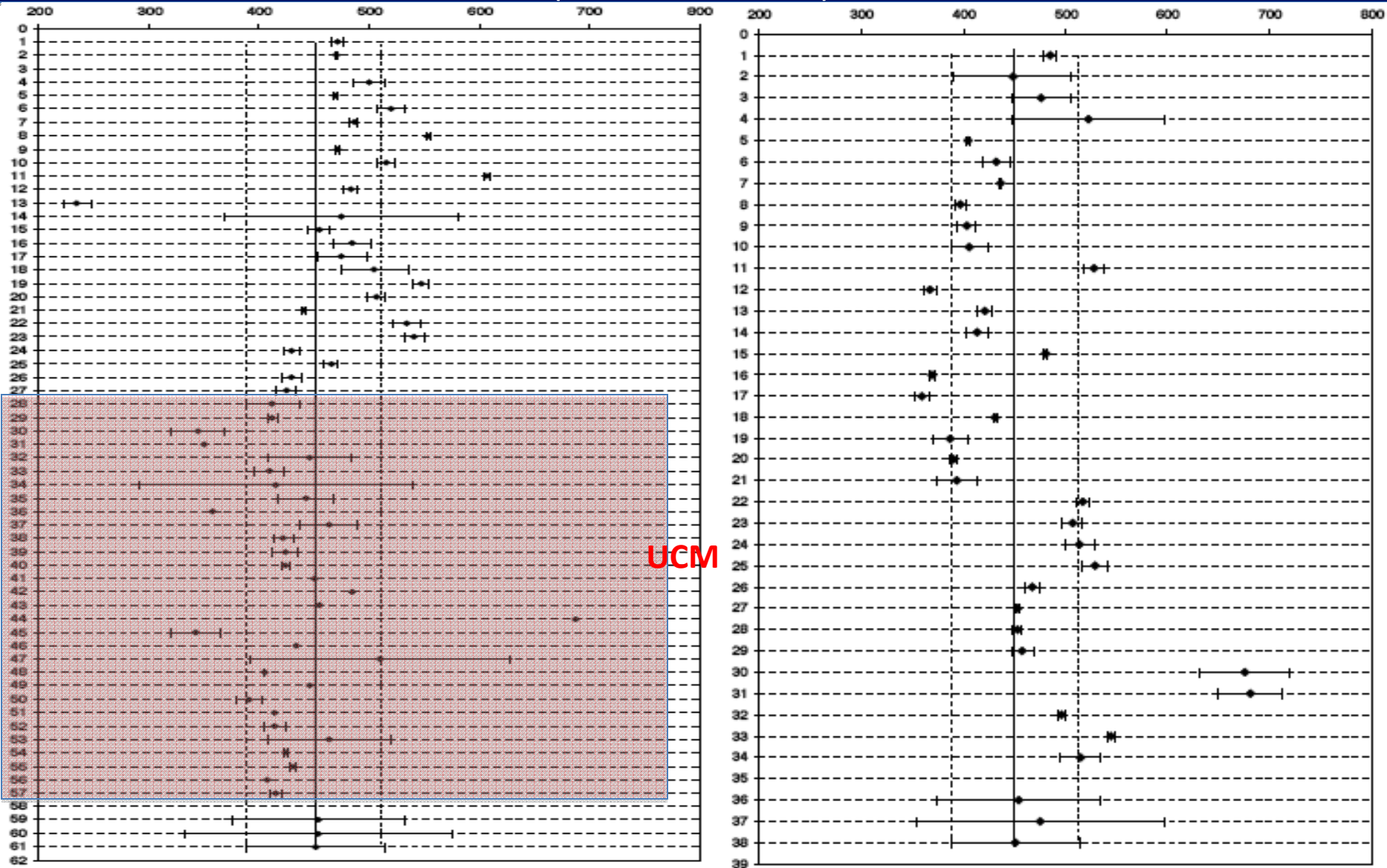
Media de las medias = 134 ± 26 (19,7%)

Valor de referencia = 119 ± 7 (5,9%)

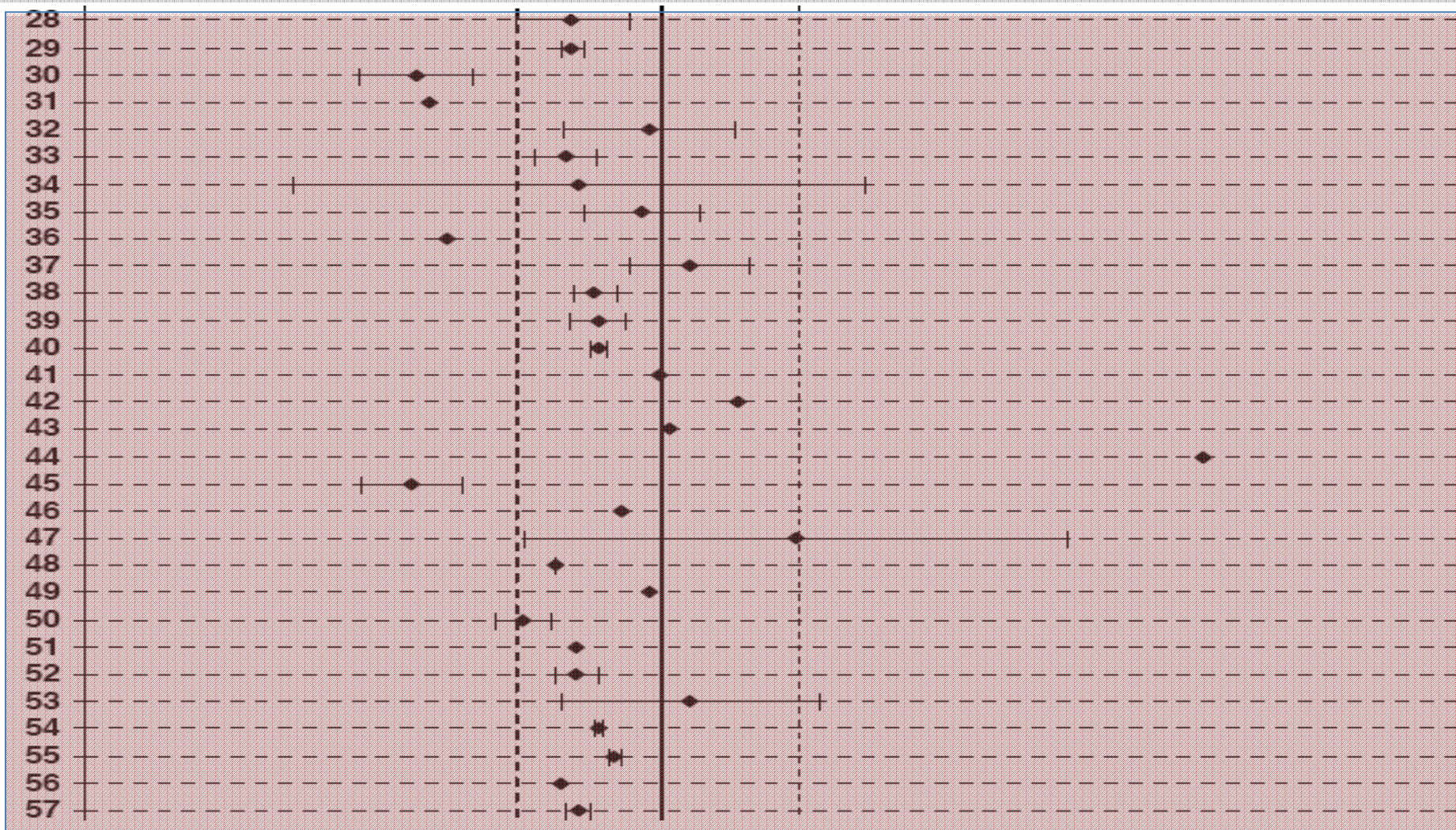
Determinación de la conductividad en suelos (interlaboratorio)

<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>	<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>
1M	1	B09084a	30_gf1	2M	1	B09084i	51_gf1
1M	2	B09084b	31_gf1	2M	2	B09084j	52_gf1
1M	3	B09084c	32_gf1	2M	3	B09084k	53_gf1
1M	4	B09084d	...	2M	4	No enviado	...
1M	5	B09084e	33_gf1	2M	5	D09091d	55_gf1
1M	6	B09084f	34_gf1	2M	6	D09084l	54_gf1
1M	7	B09084g	35_gf1	2M	7	B09091e	56_gf1
1M	8	B09084g	37_gf1	2M	8	B09091f	57_gf1
1T	1	B09082a	28_gf1	2T	1	B09091a	38_gf1
1T	2	B09092b	41_gf1	2T	2	B09084h	36_gf1
1T	3	B09092c	42_gf1	2T	3	B09091b	39_gf1
1T	4	B09092d	43_gf1	2T	4	B09083a	29_gf1
1T	5	B09092e	44_gf1	2T	5	B09093a	48_gf1
1T	6	B09092f	45_gf1	2T	6	B09144a	49_gf1
1T	7	B09092g	46_gf1	2T	7	B08174a	50_gf1
1T	8	B09092h	47_gf1	2T	8	B09091c	40_gf1

Determinación de la conductividad en suelos (interlaboratorio)



Determinación de la conductividad en suelos (interlaboratorio)



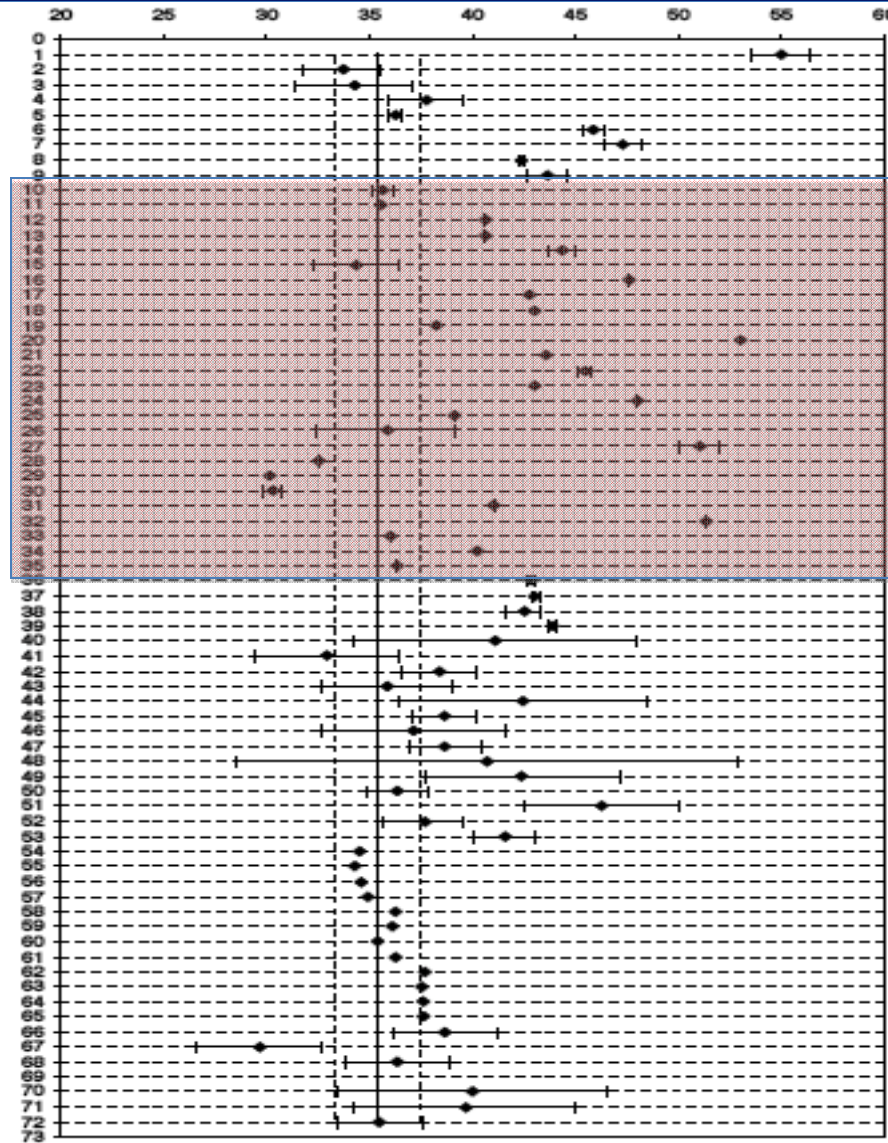
Media de las medias = 454 ± 121 (26,7%)

Valor de referencia = 451 ± 63 (21,3%)

Determinación del K en el extracto de suelos (interlaboratorio)

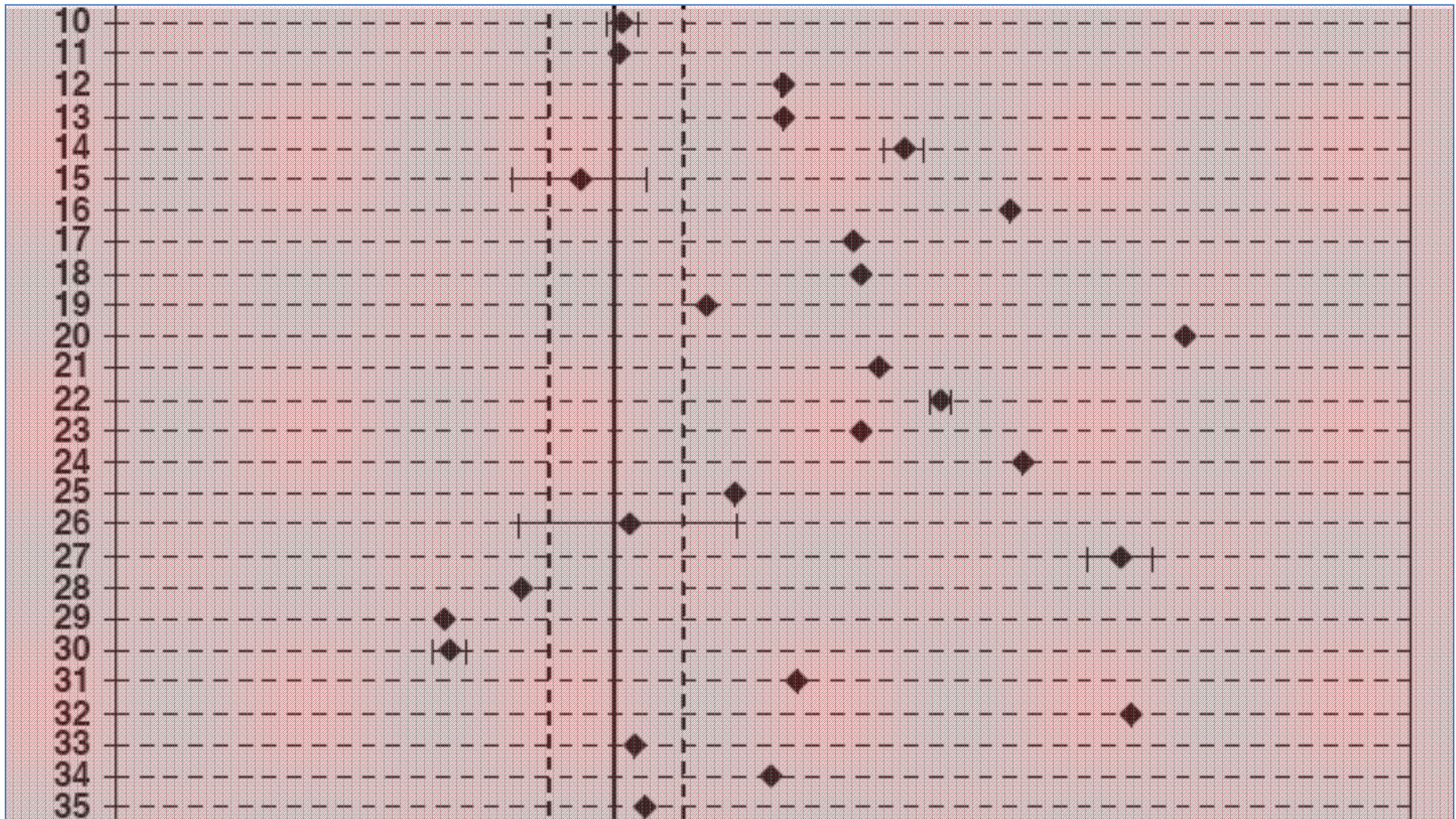
<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>	<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>
1M	1	E09154a	10	2M	1	E09151a	29
1M	2	E09154b	11	2M	2	E09151b	30
1M	3	E09154c	12	2M	3	E09153a	31
1M	4	E09154d	13	2M	4	No enviado	...
1M	5	E09154e	14	2M	5	E09153b	32
1M	6	E09154f	15	2M	6	E09153c	33
1M	7	E09154g	16	2M	7	E09153d	34
1M	8	E09154h	17	2M	8	E09153e	35
1T	1	E09154i	...	2T	1	E09154p	...
1T	2	E09154j	18	2T	2	E09154q	...
1T	3	E09154k	19	2T	3	E09154r	25
1T	4	E09154l	20	2T	4	E09154s	26
1T	5	E09154m	21	2T	5	E09154t	...
1T	6	E09154n	22	2T	6	E09154u	...
1T	7	E09154ñ	23	2T	7	E09154v	27
1T	8	E09154o	24	2T	8	E09154x	28

Determinación del K en el extracto de suelos (interlaboratorio)



UCM

Determinación del K en el extracto de suelos (interlaboratorio)



Media de las medias = $39,6 \pm 5,4$ (13,6%)

Valor de referencia = $35,5 \pm 2,1$ (5,9%)

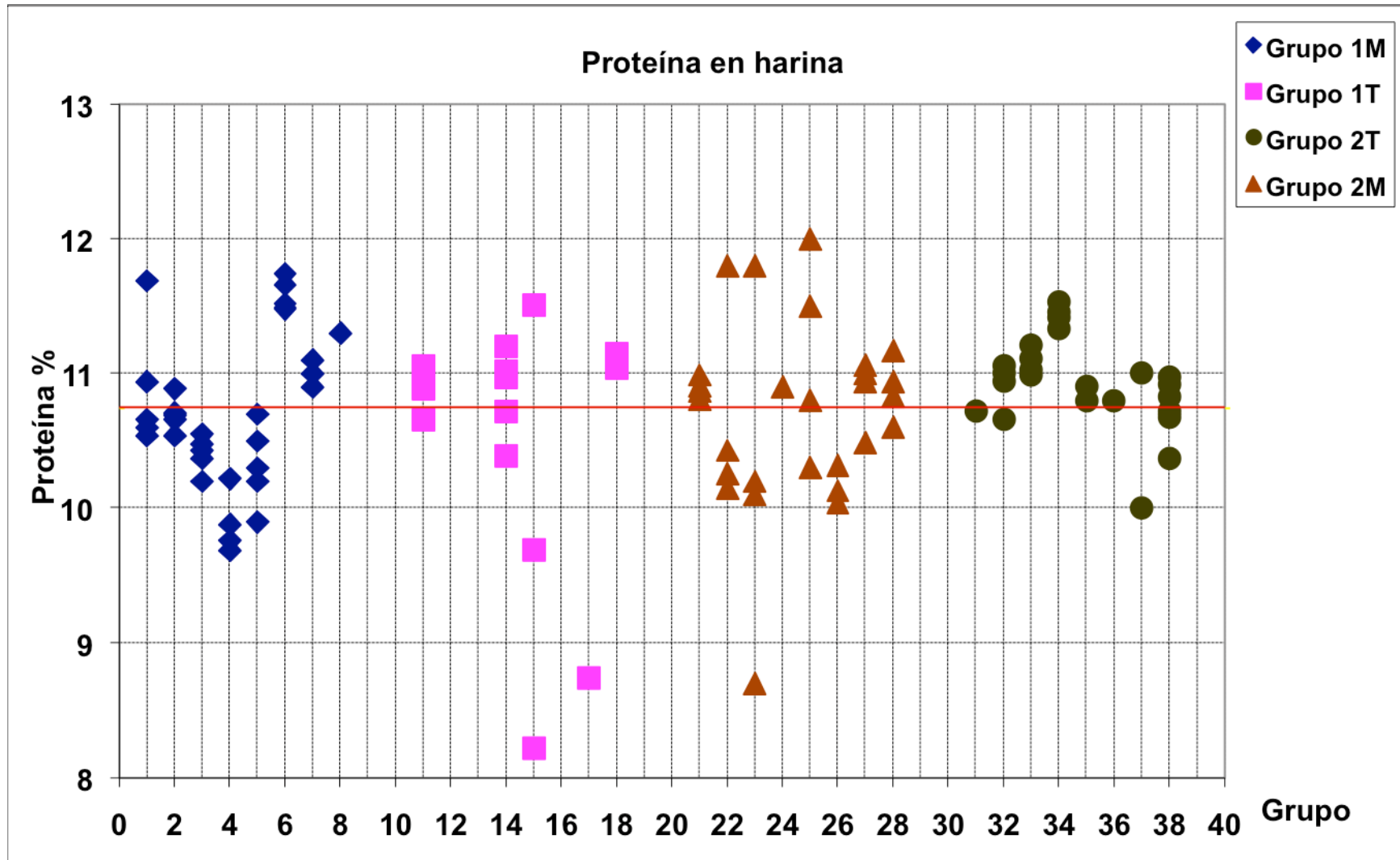
ENSAYOS

- **Muestra de ostras (Ejercicio Intralaboratorio)**
- **Muestra de cerveza**
- **Muestra de suelo y de extracto de suelo**
- **Muestra de harina**

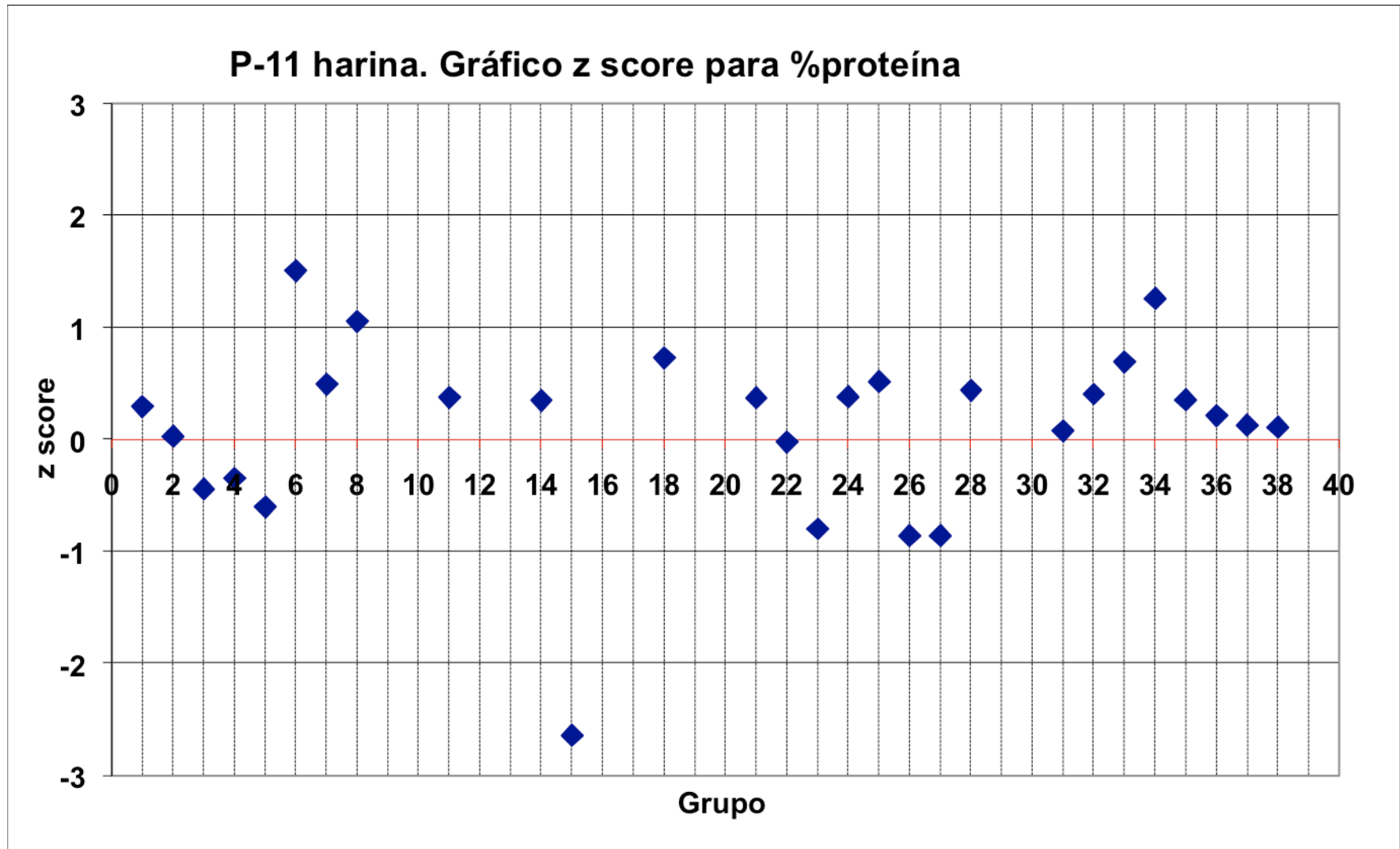
Determinación de la proteína bruta y % humedad en harina (intralaboratorio)

<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>UCM</u>	<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>UCM</u>
1M	1	1	2M	1	21
1M	2	2	2M	2	22
1M	3	3	2M	3	23
1M	4	4	2M	4	24
1M	5	5	2M	5	25
1M	6	6	2M	6	26
1M	7	7	2M	7	27
1M	8	8	2M	8	28
1T	1	11	2T	1	31
1T	2	12	2T	2	32
1T	3	13	2T	3	33
1T	4	14	2T	4	34
1T	5	15	2T	5	35
1T	6	16	2T	6	36
1T	7	17	2T	7	37
1T	8	18	2T	8	38

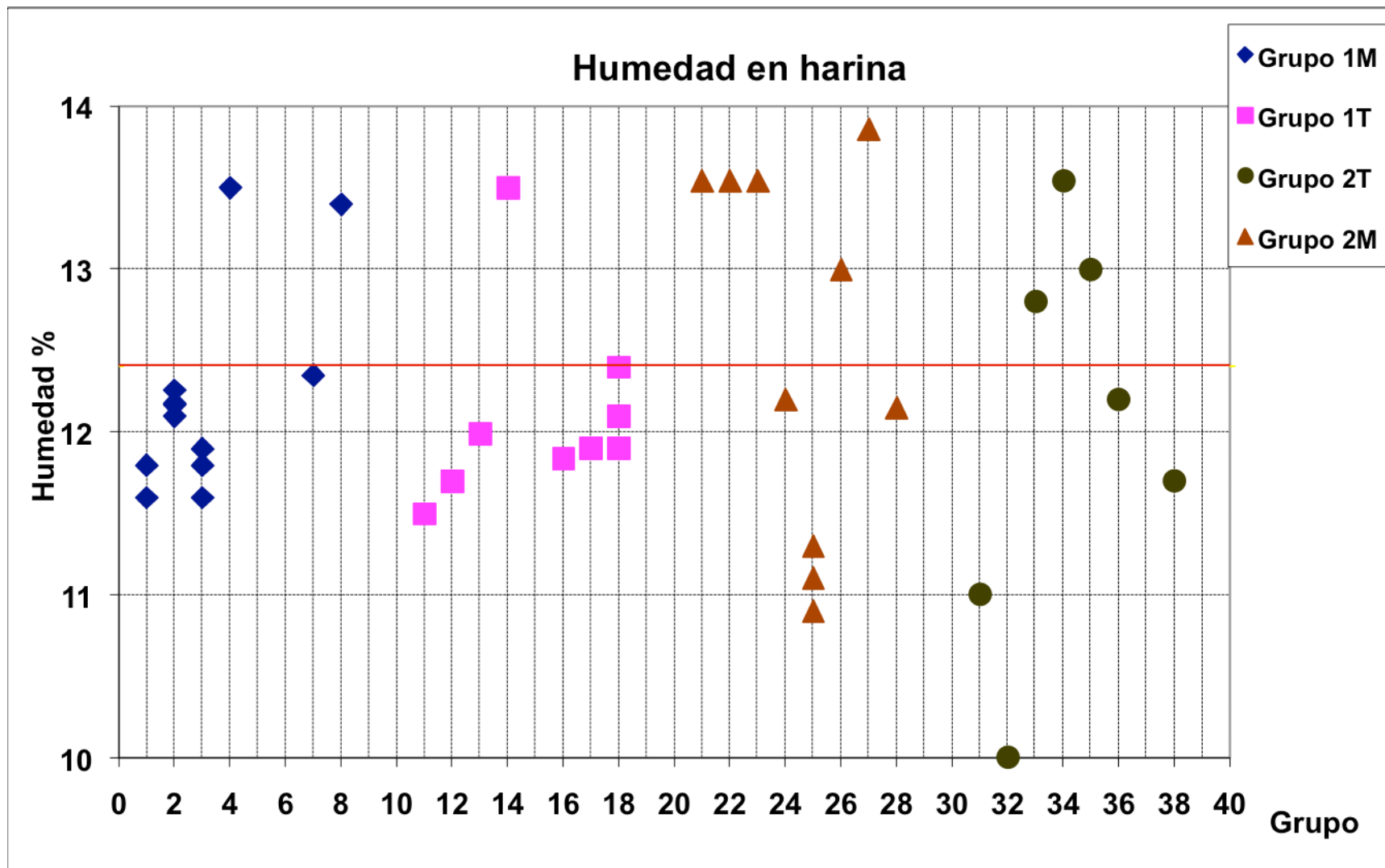
Determinación de la proteína bruta en harina (intralaboratorio)



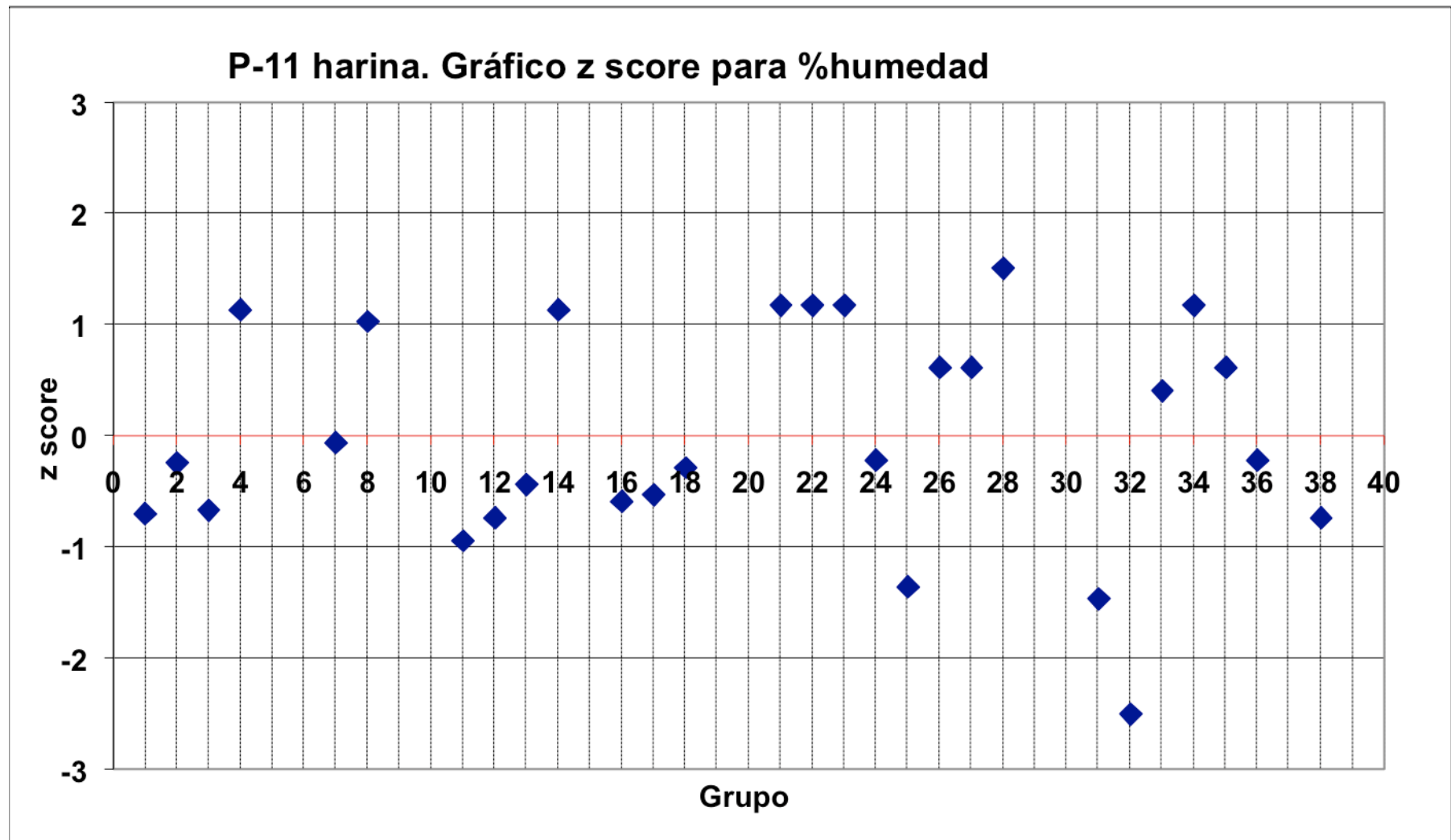
Determinación de la proteína bruta en harina (intralaboratorio)



Determinación del % humedad en harina (intralaboratorio)



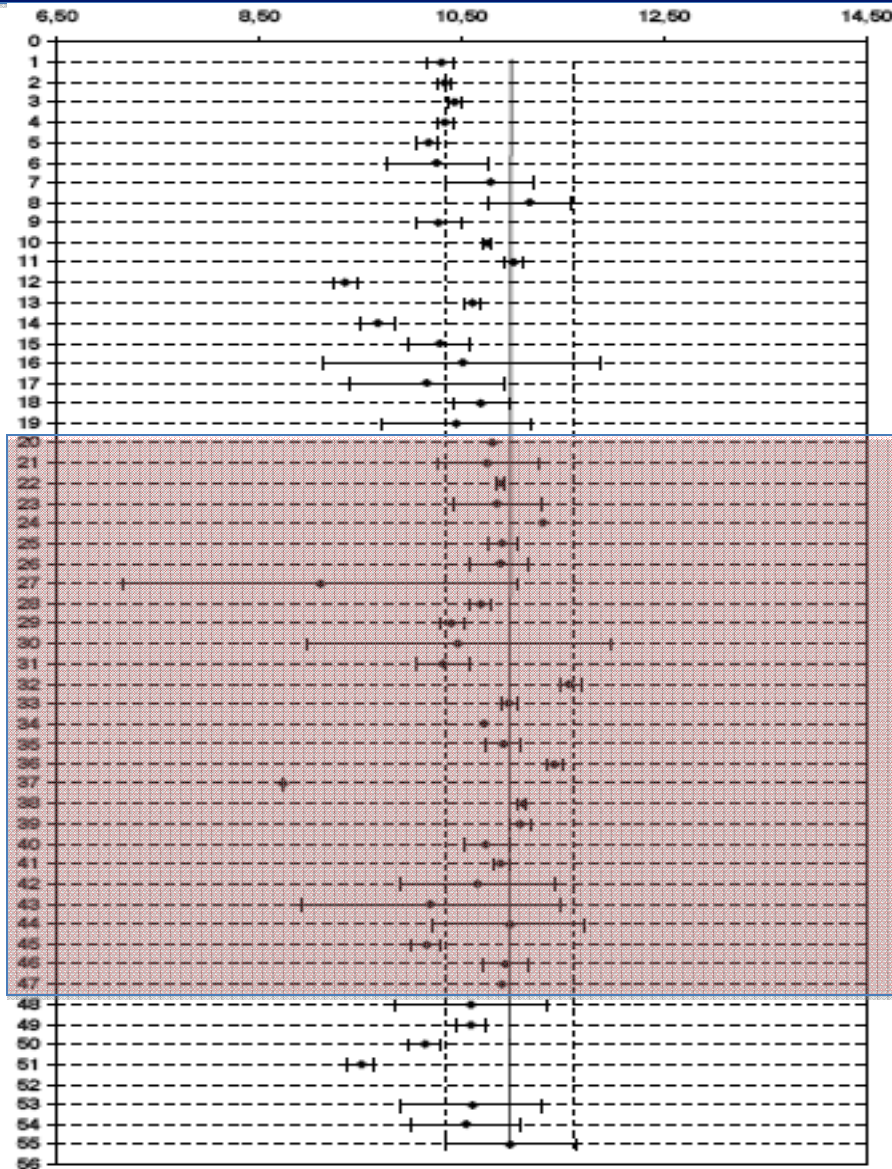
Determinación del % humedad en harina (intralaboratorio)



Determinación de la proteína bruta en harina (interlaboratorio)

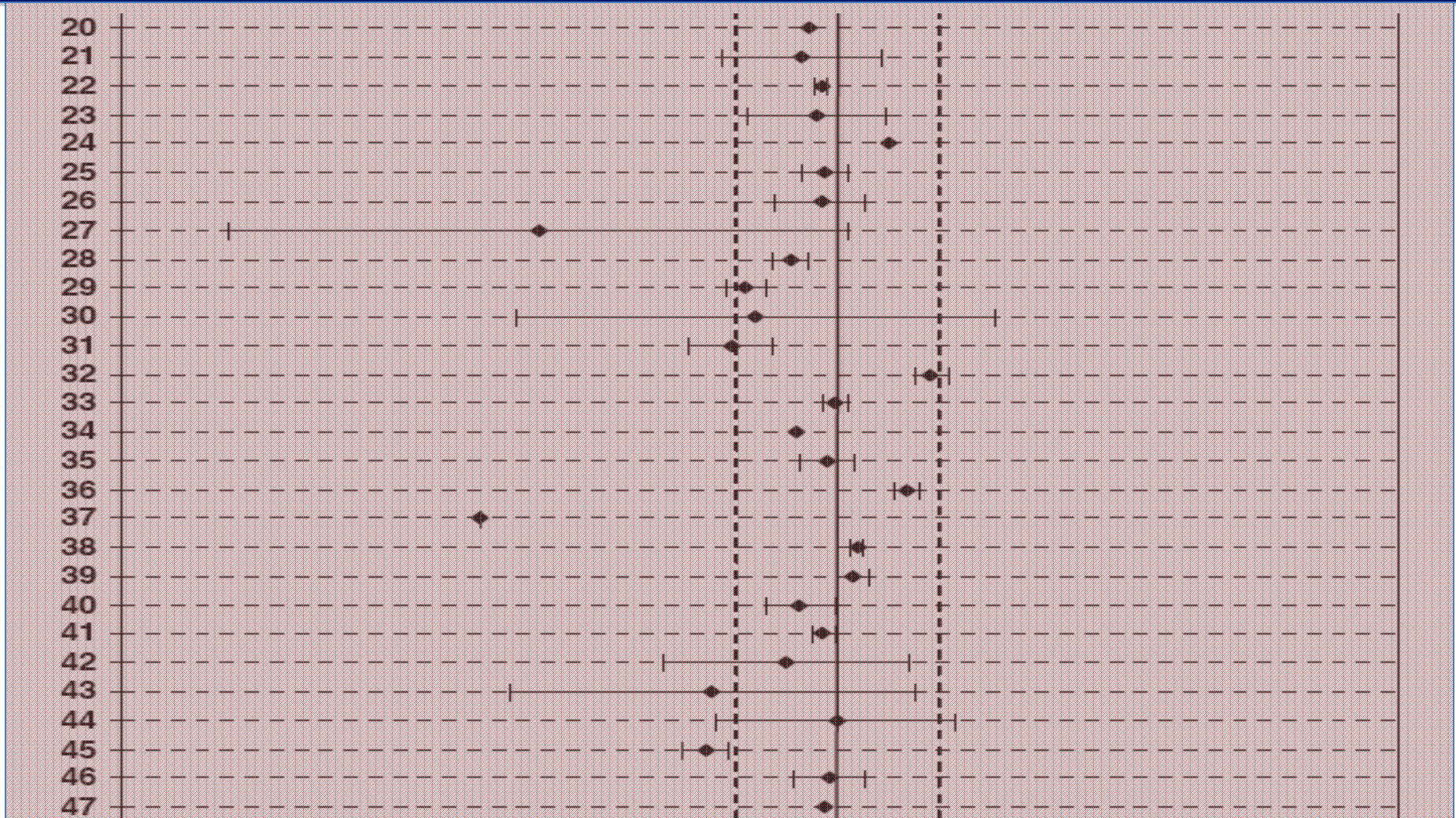
<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>	<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>
1M	1	C09091a	23	2M	1	C09081c	41
1M	2	C09092a	28	2M	2	C09081d	42
1M	3	C09092b	29	2M	3	C09081e	43
1M	4	C09092c	30	2M	4	C09093d	47
1M	5	C09092d	31	2M	5	C09081f	44
1M	6	C09092e	32	2M	6	C09081g	45
1M	7	C09092f	33	2M	7	C09081h	46
1M	8	C09091b	24	2M	8	No enviado	...
1T	1	C09091c	25	2T	1	C09092g	34
1T	2	C09094a	...	2T	2	C09092h	35
1T	3	C09091d	...	2T	3	C09093c	39
1T	4	C09091e	26	2T	4	C09092i	36
1T	5	C09091f	27	2T	5	C09084a	22
1T	6	C09091g	...	2T	6	C09081a	20
1T	7	C09093a	37	2T	7	C09081b	21
1T	8	C09093b	38	2T	8	C09094b	40

Determinación de la proteína bruta en harina (interlaboratorio)



UCM

Determinación de la proteína bruta en harina (interlaboratorio)



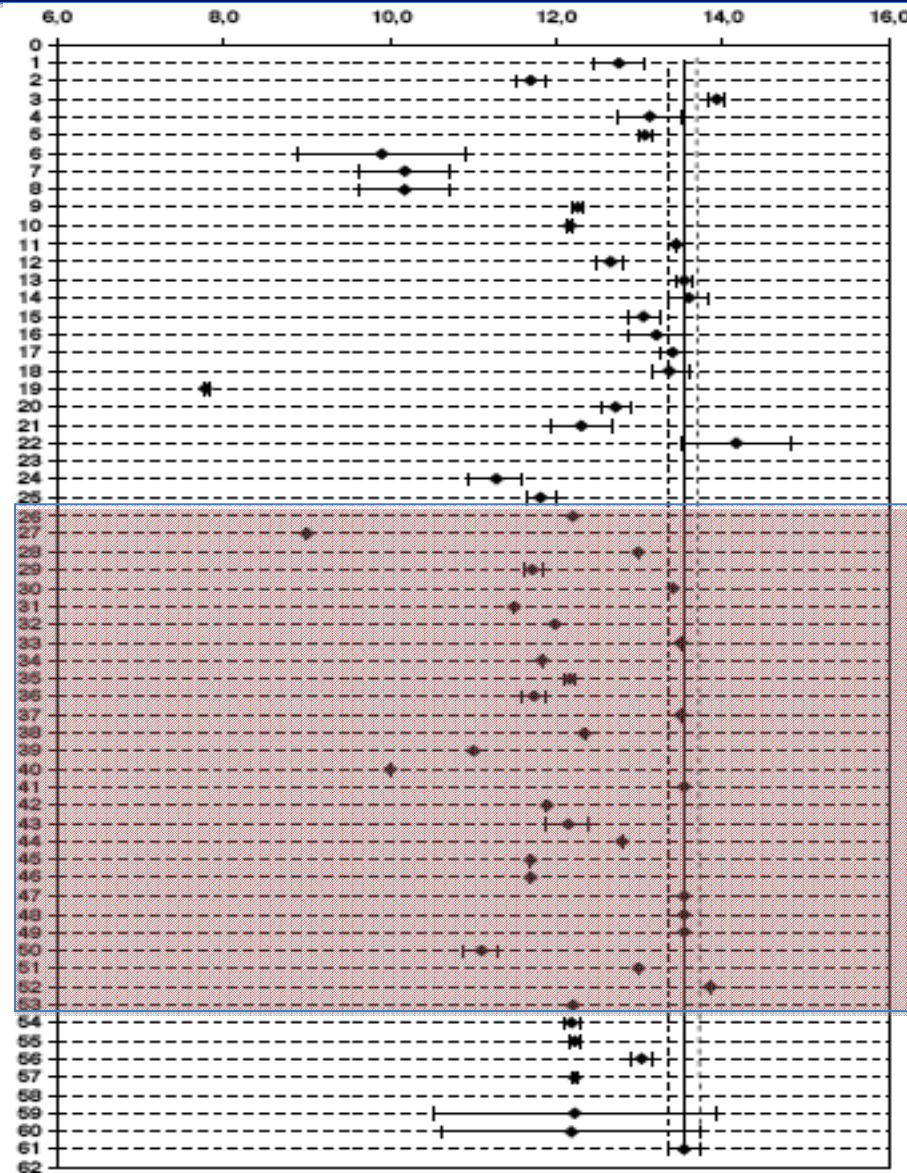
Media de las medias = $10,55 \pm 0,55$ (5,20%)

Valor de referencia = $10,99 \pm 0,64$ (5,84%)

Determinación del % humedad en harina (interlaboratorio)

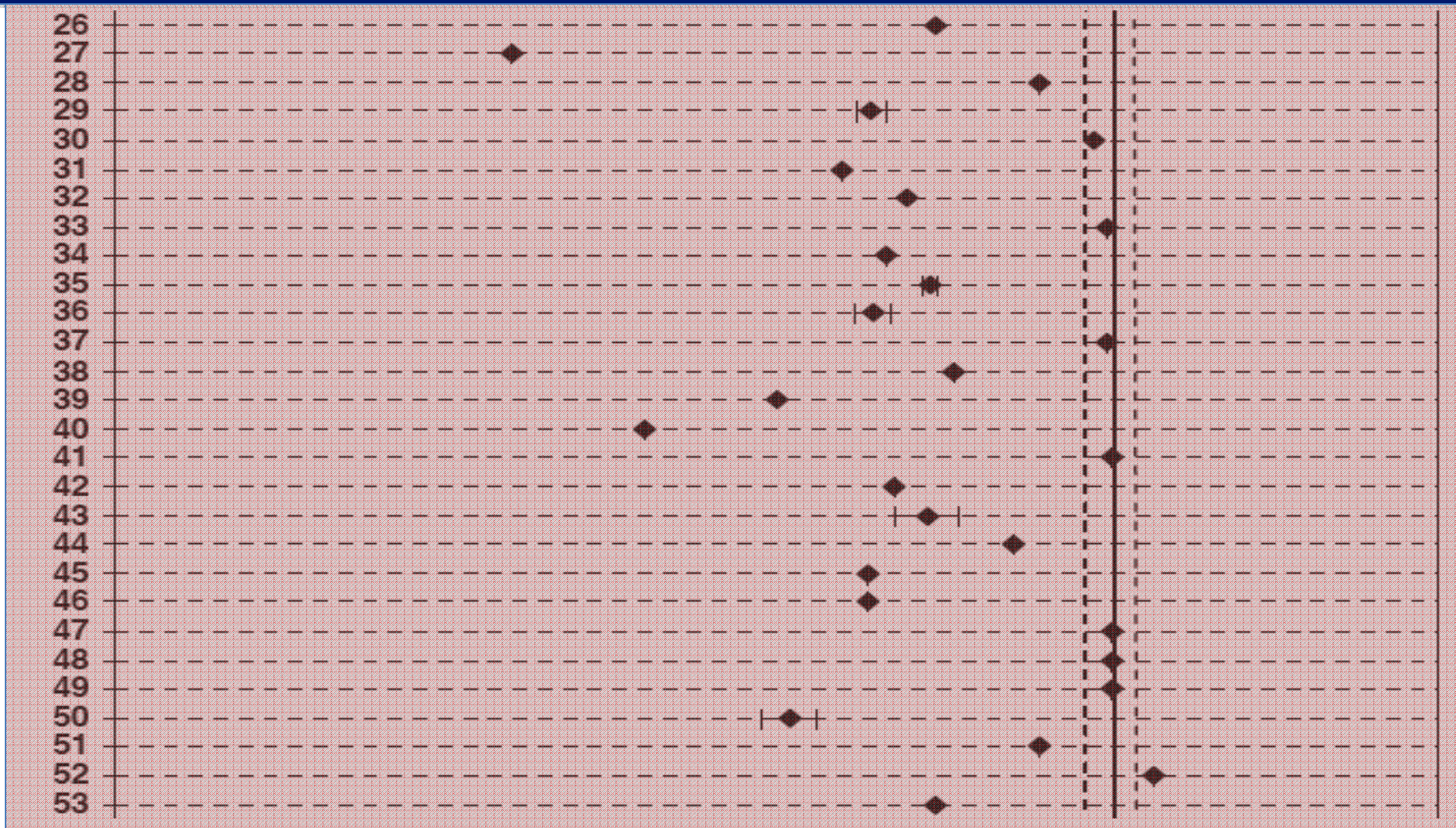
<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>	<u>TURNO</u>	<u>GR.</u>	<u>Código</u>	<u>Código gráfico</u>
1M	1	C09091a	29	2M	1	C09081c	47
1M	2	C09092a	35	2M	2	C09081d	48
1M	3	C09092b	36	2M	3	C09081e	49
1M	4	C09092c	37	2M	4	C09093d	53
1M	5	C09092d	...	2M	5	C09081f	50
1M	6	C09092e	...	2M	6	C09081g	51
1M	7	C09092f	38	2M	7	C09081h	52
1M	8	C09091b	30	2M	8	No enviado	...
1T	1	C09091c	31	2T	1	C09092g	39
1T	2	C09094a	45	2T	2	C09092h	40
1T	3	C09091d	32	2T	3	C09093c	44
1T	4	C09091e	33	2T	4	C09092i	41
1T	5	C09091f	...	2T	5	C09084a	28
1T	6	C09091g	34	2T	6	C09081a	26
1T	7	C09093a	42	2T	7	C09081b	27
1T	8	C09093b	43	2T	8	C09094b	46

Determinación del % humedad en harina (intralaboratorio)



UCM

Determinación del % humedad en harina (intralaboratorio)



Media de las medias = $12,19 \pm 1,56$ (12,78%)

Valor de referencia = $13,54 \pm 0,20$ (1,48%)