



Universidad
Complutense
Madrid

Método Kjeldahl: intercomparación de resultados

Asignatura: Química Analítica I.

2º curso Grado en Química
Curso 2014-2015



Control de un laboratorio analítico.

Ejercicios de intercomparación.

- “Evaluación mediante mediciones o ensayos sobre el mismo ítem o ítems similares por dos o más laboratorios de acuerdo con condiciones predeterminadas.” (UNE-EN ISO/IEC 17043)
- Es una de las mejores formas que tiene un laboratorio de **demostrar, controlar y mejorar la calidad** de sus mediciones y resultados analíticos.
- Se consigue evaluar las **habilidades del personal**, las características de los **métodos de ensayo** empleados (verificar o mejorar su calidad), detectar **sesgos** y, como consecuencia, **demostrar la fiabilidad** de los datos que producen (competencia técnica).

Tipos de intercomparación	Descripción
Estudio colaborativo	Validación de un método específico
Ejercicio de certificación	Certificación de materiales de referencia
Ensayo de aptitud	Verificación de la Competencia Técnica



Control de un laboratorio analítico. Ejercicios de intercomparación.

Ensayo de aptitud:

- El objetivo es la evaluación de las prestaciones relativas al funcionamiento global de un laboratorio, como un modo objetivo de ***demostrar su competencia técnica***. La participación con éxito en ensayos de aptitud es una manera fiable de demostrar la ***efectividad del sistema de calidad*** implantado.
- Este tipo de ejercicios está abierto a todos aquellos laboratorios interesados en el ámbito analítico de que se trate, de modo que existe libertad para la elección del método analítico a seguir, por lo que cada laboratorio elige aquel que ***represente mejor su aptitud y capacidad analítica***. Los laboratorios analizan una ***misma muestra*** la cual debe ser tratada como si de una muestra de rutina se tratara.
- Los criterios de evaluación de cada participante se basan en la ***diferencia entre el resultado individual obtenido frente al valor asignado*** en el ejercicio para cada muestra, proporcionando una medida de la capacidad analítica del laboratorio.



Control de un laboratorio analítico. Ejercicios de intercomparación.

Índice (puntuación) z o z-score (Estimación de la desviación del laboratorio):

- Se calcula a partir de la fórmula:

$$z = \frac{\bar{x} - \mu}{s_R}$$

\bar{x} : resultado de cada laboratorio en el ejercicio.

μ : valor de referencia asignado al material analizado.

s_R (desviación estándar de reproducibilidad): desviación estándar del conjunto de resultados no discrepantes del ejercicio, o establecida en función de la técnica instrumental, del histórico de resultados o la legislación.



Control de un laboratorio analítico. Ejercicios de intercomparación.

Índice (puntuación) z o z -score (Estimación de la desviación del laboratorio):

- Si $|z| \leq 2$, el resultado es **satisfactorio**.
- Si $2 < |z| < 3$, el resultado es **cuestionable**.
- Si $|z| \geq 3$, el resultado es **no satisfactorio**.

Justificación estadística: cuando $|z| \leq 2$ los resultados de los laboratorios participantes en el ejercicio difieren, con respecto al valor de referencia, en **menos de dos veces** la desviación estándar de reproducibilidad.

Permite establecer un **índice de calidad (capacidad técnica)** de un laboratorio a partir del valor medio, o acumulado, del z -score a lo largo de sucesivos ejercicios de intercomparación.



Muestra de harina

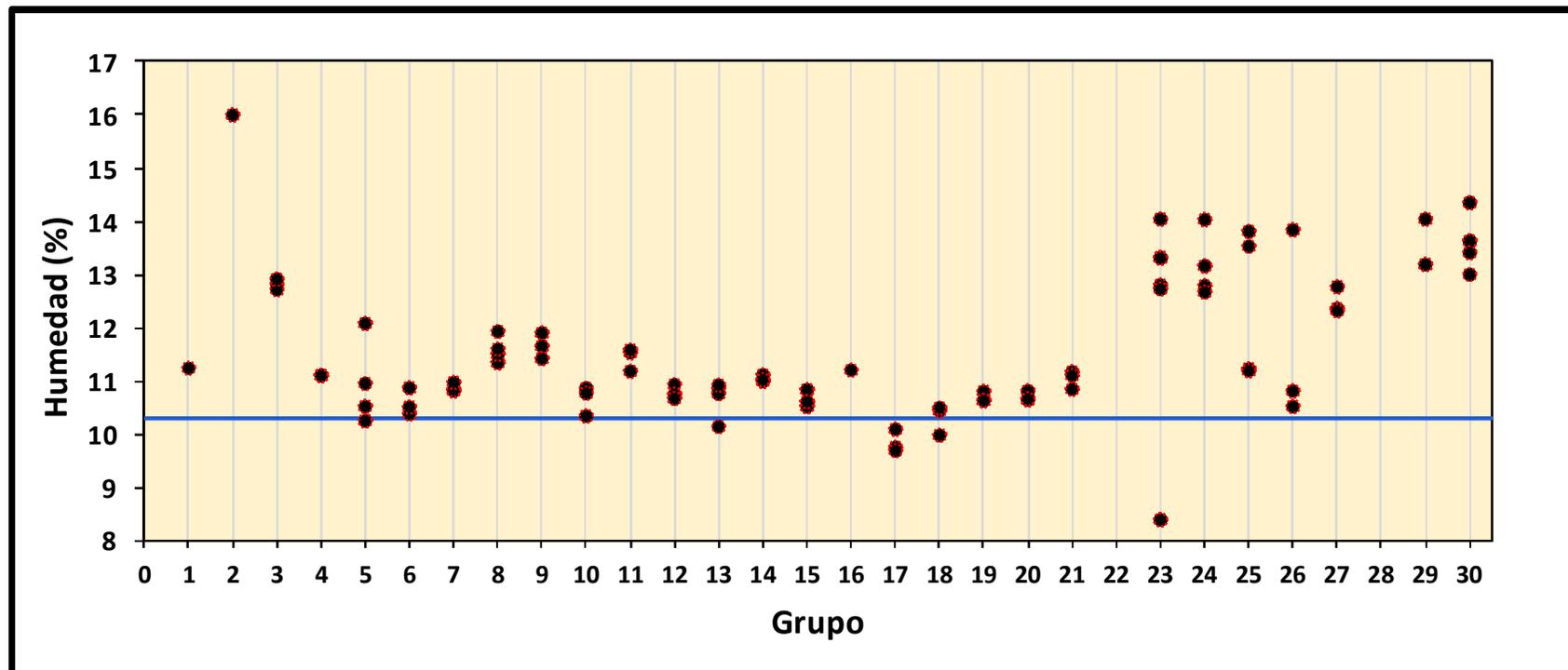
Analitos: ***Humedad***. Método: Gravimetría

Proteínas. Método: Valoración ácido-base

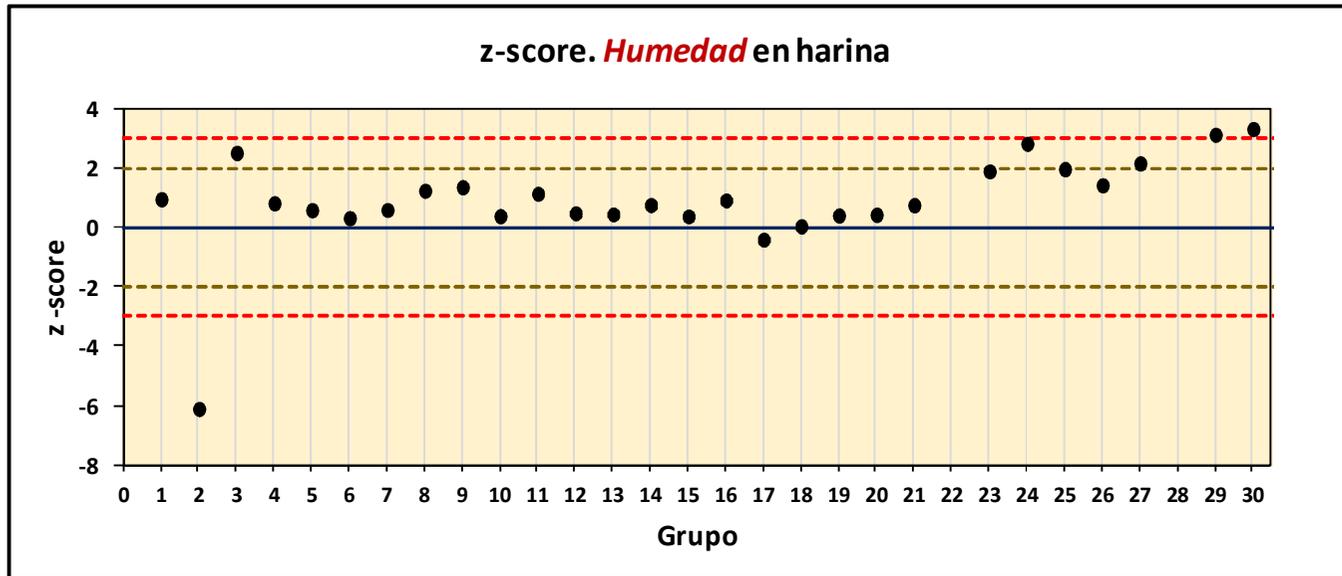
Determinación de **humedad**



	Humedad (%)
Valor de referencia	10.29
SD asignada	1.03
CV (%)	10



Determinación de **humedad**



$$z = \frac{\bar{x} - \mu}{S_R}$$

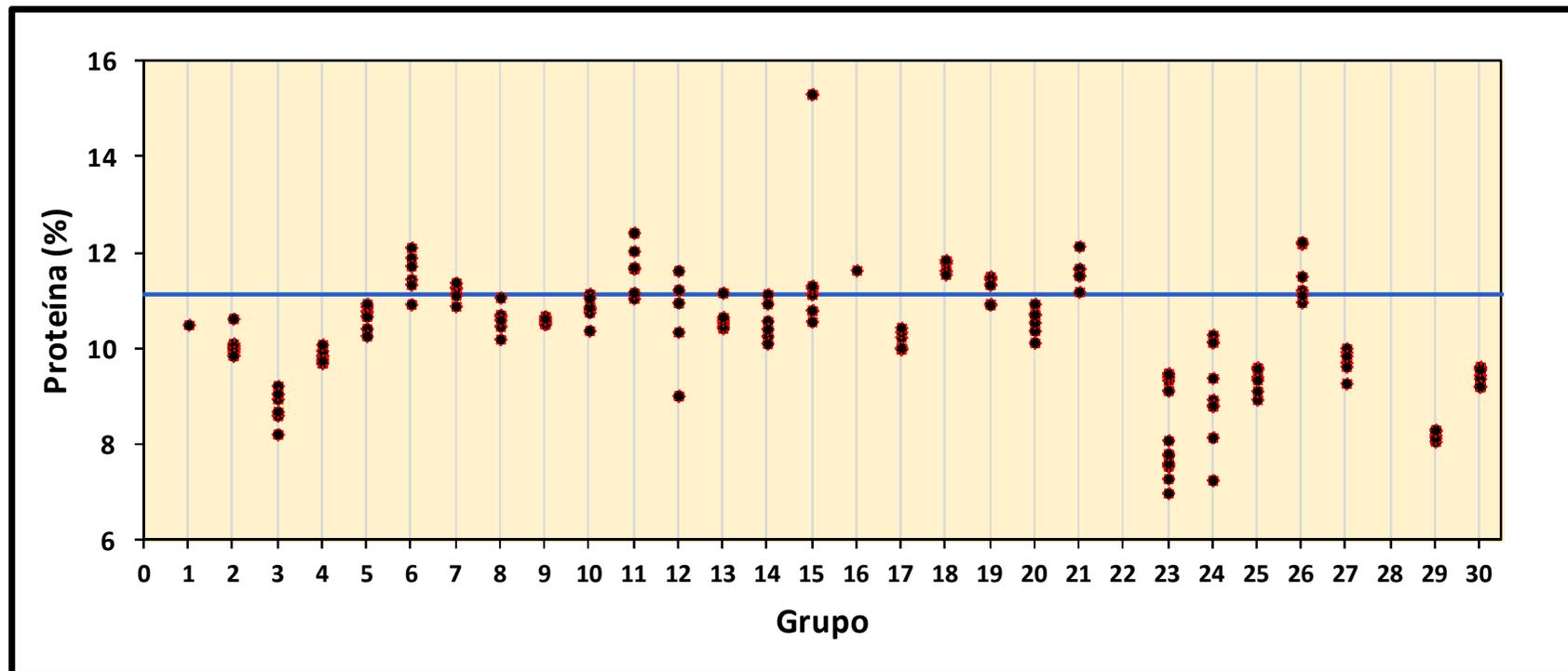
- Resultados satisfactorios ($|z| \leq 2$): **78%**
- Resultados cuestionables ($3 > |z| > 2$): **11%**
- Resultados no satisfactorios ($|z| \geq 3$): **11%**



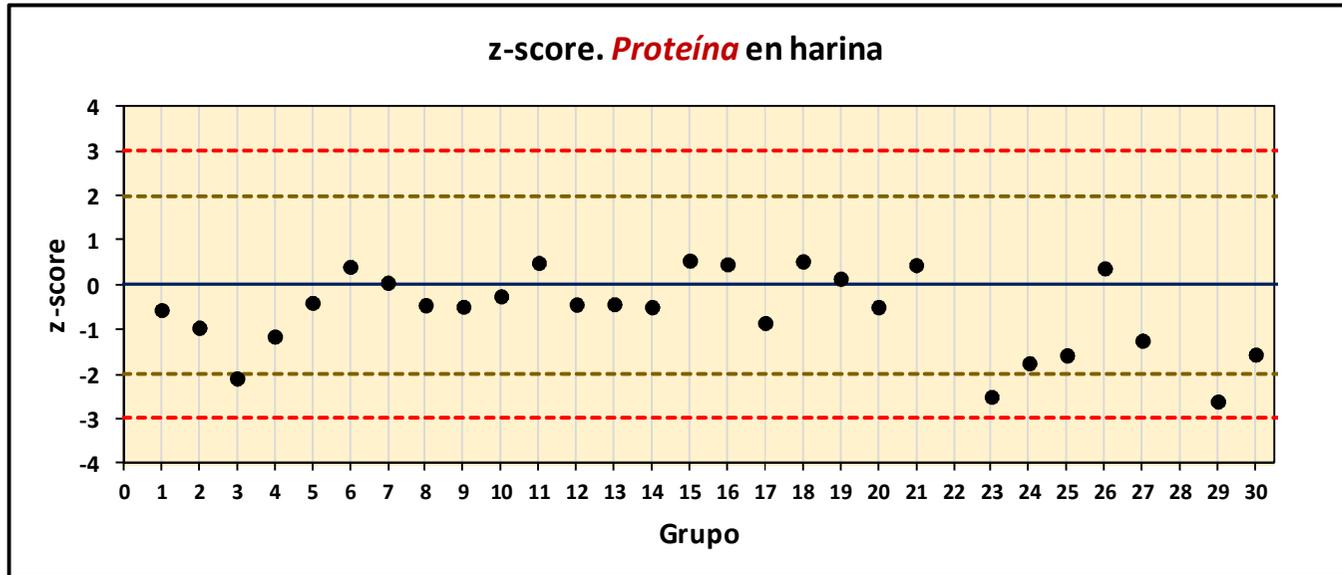
Determinación de **proteína**



	Proteína (%)
Valor de referencia	11.12
SD asignada	1.11
CV (%)	10



Determinación de **proteína**



$$Z = \frac{\bar{x} - \mu}{S_R}$$

■ Resultados satisfactorios ($ z \leq 2$):	89%
■ Resultados cuestionables ($3 > z > 2$):	11%
■ Resultados no satisfactorios ($ z \geq 3$):	0%

