



Universidad
Complutense
Madrid

Proyecto de Innovación Educativa

Enseñanza de la Calidad en los laboratorios del Dpto. Química Analítica

Resultados del segundo semestre.

Curso 2011-2012

Asignatura: Experimentación en Química Analítica.

(3º curso Grado en Química)

Introducción y Objetivos



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.

ENSAYOS



● **Muestra de suelo agrícola y extracto**

Analitos: Humedad. Método: Gravimetría

pH. Método: Potenciometría

Potasio. Método: Absorción atómica de llama

Fósforo. Método: Espectrofotometría UV-V

Conductividad. Método: Electrométrico

● **Muestra de Ostra (Material de Referencia)**

Analitos: Selenio. Método: Absorción atómica- hidruro

Mercurio. Método: Absorción atómica- vapor frío

● **Muestra de leche en polvo (La Lechera – Nestle)**

Analitos: Humedad. Método: Gravimetría

Cenizas. Método: Gravimetría

Cinc. Método: Absorción atómica de llama

Calcio. Método: Absorción atómica de llama

Hierro. Método: Absorción atómica – cámara de grafito

ENSAYOS



● Muestra de preparado farmacéutico analgésico (Cerebrino Mandri)

Analitos: Paracetamol. Método: HPLC

Acetil salicílico. Método: HPLC

● Muestra de cerveza (Mahou-San Miguel)

Analitos: pH. Método: Potenciometría

Acidez. Método: Valoración potenciométrica

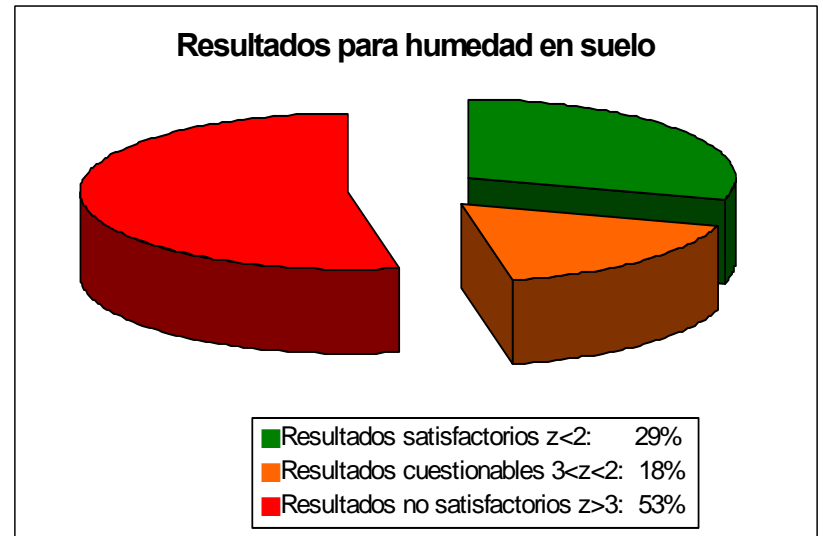
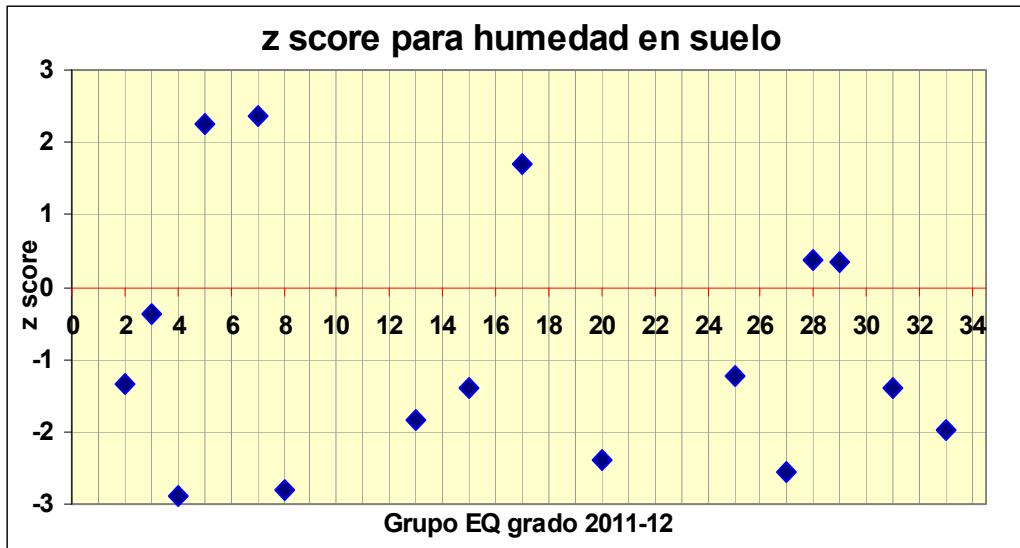
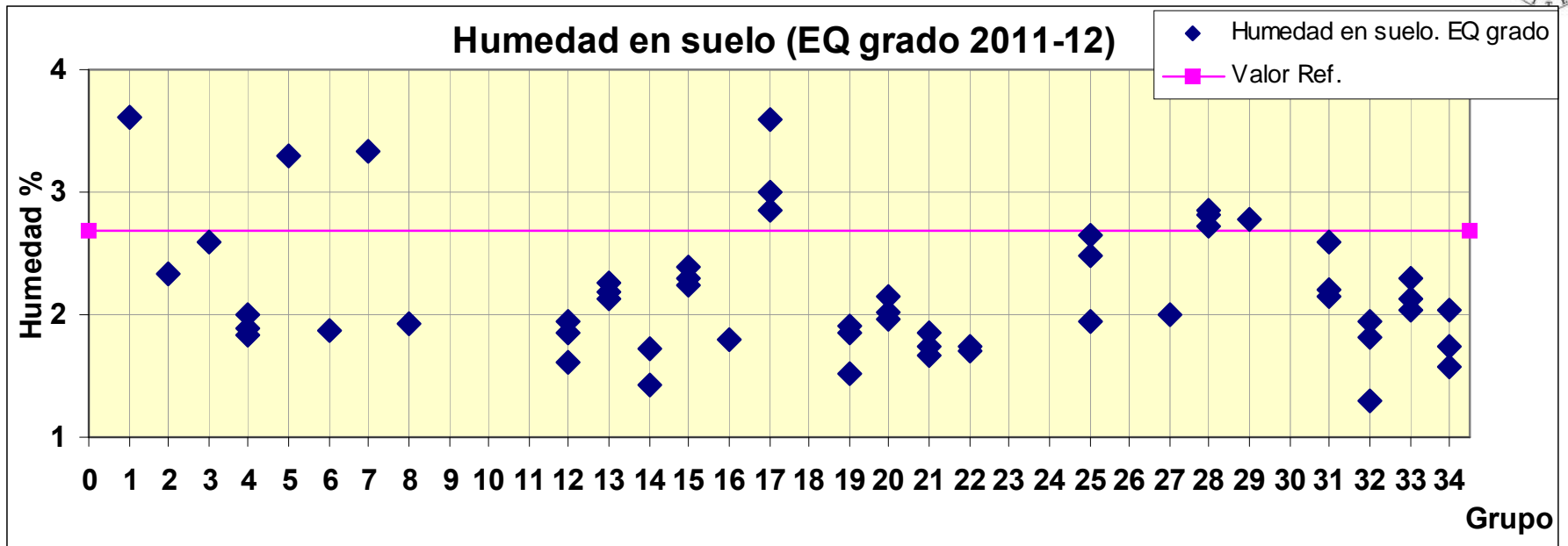
Etanol. Método: Cromatografía de gases

Suelo agrícola



Gr.	Mgrupo	z score	Mgrupo	z score	Mgrupo	z score	Mgrupo	z score	Mgrupo	z score
1	3,61	3,41	8,10	0,75	339	-1,93	335.1	23,01	746.1	5,52
2	2,33	-1,33	7,44	-2,55	312	-2,17	21,0	-3,17	687	4,69
3	2,59	-0,37	7,60	-1,75	541	-0,11	22,0	-3,08	723.7	5,21
4	1,91	-2,90	7,80	-0,75	554	0,01	47,0	-1,00	548	2,73
5	3,30	2,26	8,23	1,40	460	-0,84	45,0	-1,17	1543.0	16,75
6	1,87	-3,04	8,22	1,35	516	-0,33	59,8	0,07	1229.0	12,32
7	3,33	2,37	8,12	0,85	445	-0,97	13,0	-3,83	1259.0	12,75
8	1,93	-2,81	7,00	-4,75	520	-0,29	50,6	-0,70	634	3,94
9	6.66	14,70	7,99	0,20	437	-1,04	44,9	-1,18	510	2,20
10	Sin dato	10,00	Sin datos	10,00	in datos	10,00	Sin datos	10	Sin datos	10,00
11	Sin dato	10,00	Sin datos	10,00	in datos	10,00	Sin datos	10	Sin datos	10,00
12	1,80	-3,28	7,98	0,13	521	-0,29	45,3	-1,14	328	-0,37
13	2,20	-1,83	8,10	0,73	443	-0,99	45,9	-1,09	238	-1,63
14	1,72	-3,59	8,19	1,22	1699.0	10,32	42,0	-1,42	331	-0,32
15	2,31	-1,41	7,87	-0,38	456	-0,87	50,7	-0,69	253	-1,43
16	1,80	-3,30	8,02	0,35	450	-0,93	40,0	-1,58	237	-1,65
17	3,15	1,70	8,20	1,25	309	-2,20	54,4	-0,38	637	3,99
18	1,66	-3,83	8,14	0,93	120	-3,91	34,6	-2,00	459	1,47
19	1,76	-3,44	7,94	-0,03	501	-0,47	54,1	-0,41	511	2,21
20	2,05	-2,38	8,17	1,12	538	-0,14	54,9	-0,34	606	3,54
21	1,76	-3,46	8,01	0,32	622	0,63	56,4	-0,22	620	3,75
22	1,72	-3,75	8,13	0,90	59.7	4,44	55,1	-0,32	636	3,97
23	1.56	-4,20	8,14	0,95	576	0,21	65,8	0,57	569	3,00
24	1.00	-6,26	8,03	0,40	540	-0,12	70,0	0,92	403	0,69
25	2,36	-1,23	8,25	1,48	522	-0,28	64,2	0,43	479	1,75
26	12.3	35,59	7,97	0,12	544	-0,08	32,9	-2,18	292	-0,87
27	2,00	-2,56	8,00	0,25	499	-0,49	46,0	-1,08	299	-0,77
28	2,79	0,38	7,94	-0,07	482	-0,64	35,2	-1,98	248	-1,50
29	2,78	0,33	8,10	0,75	430	-1,11	72,4	1,11	251	-1,45
30	11.9	34,11	7,92	-0,17	545	-0,07	35,2	-1,98	257	-1,36
31	2,31	-1,39	8,15	1,00	396	-1,42	62,4	0,29	250	-1,46
32	1,68	-3,73	8,11	0,80	1156.7	5,44	17,8	-3,43	309	-0,63
33	2,15	-1,99	8,21	1,30	166	-3,49	63,3	0,36	253	-1,43
34	1,78	-3,36	7,98	0,15	129	-3,82	17,9	-3,43	242	-1,58
Media=	2,25		8,00		445		45,8		411	
Sd=	0,57		0,25		130		16,0		161	
Sd%=	25,40		3,17		29		34,9		39	
V. Ref.=	2,69		7,95		553		59		354	
Sd asig.=	0,27		0,2		111		12		71	
Sd asig%=	10		3		20		20		20	

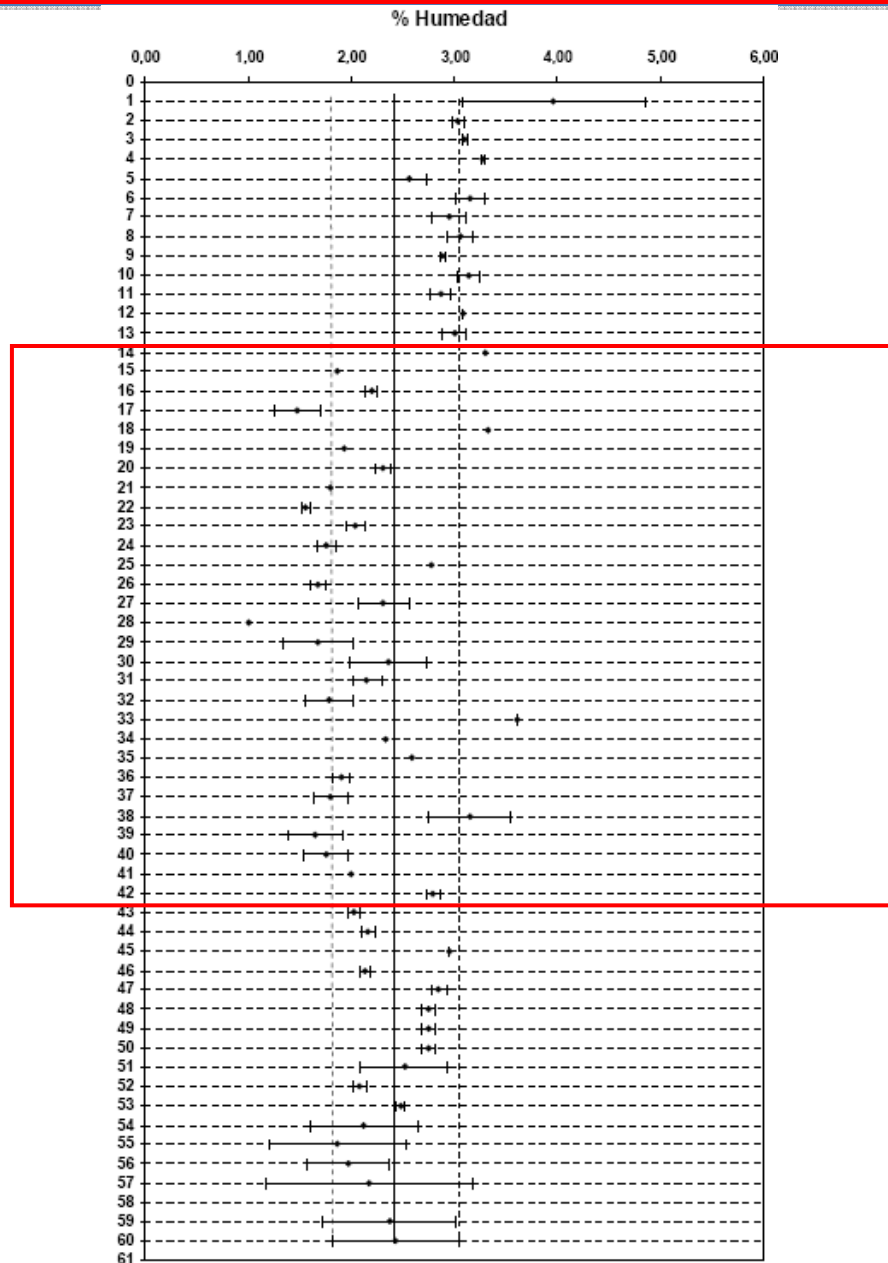
Determinación de humedad en suelo agrícola



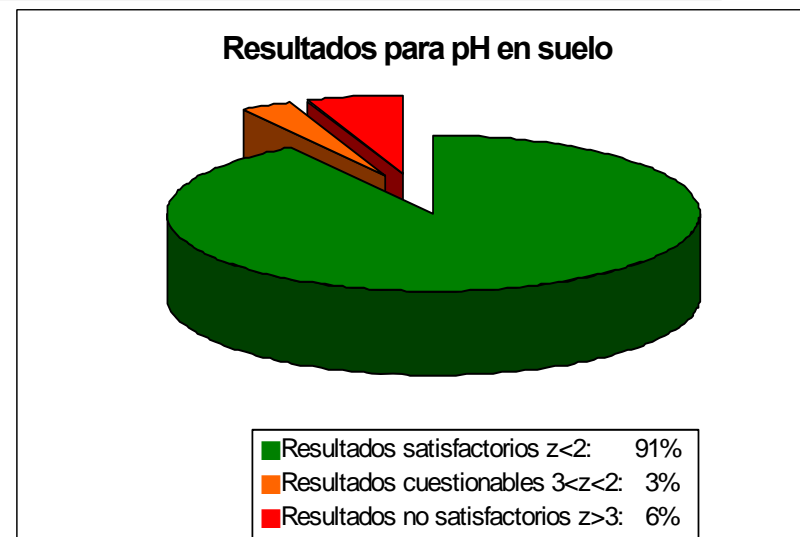
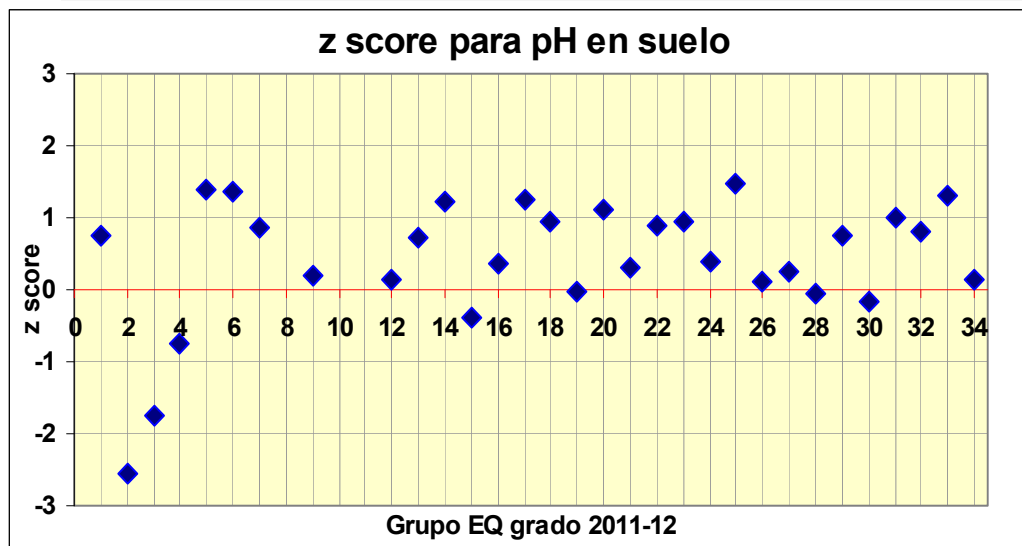
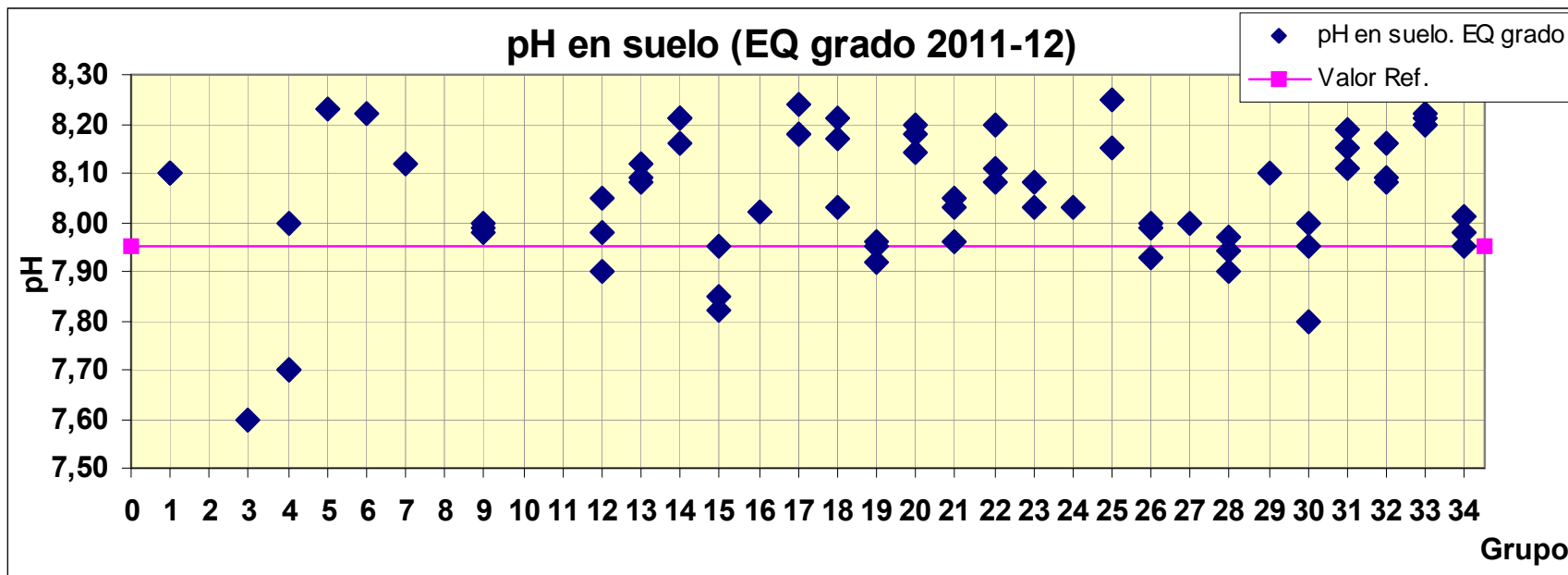
Determinación de humedad en suelo agrícola. Interlaboratorios



**EQ grado
UCM**



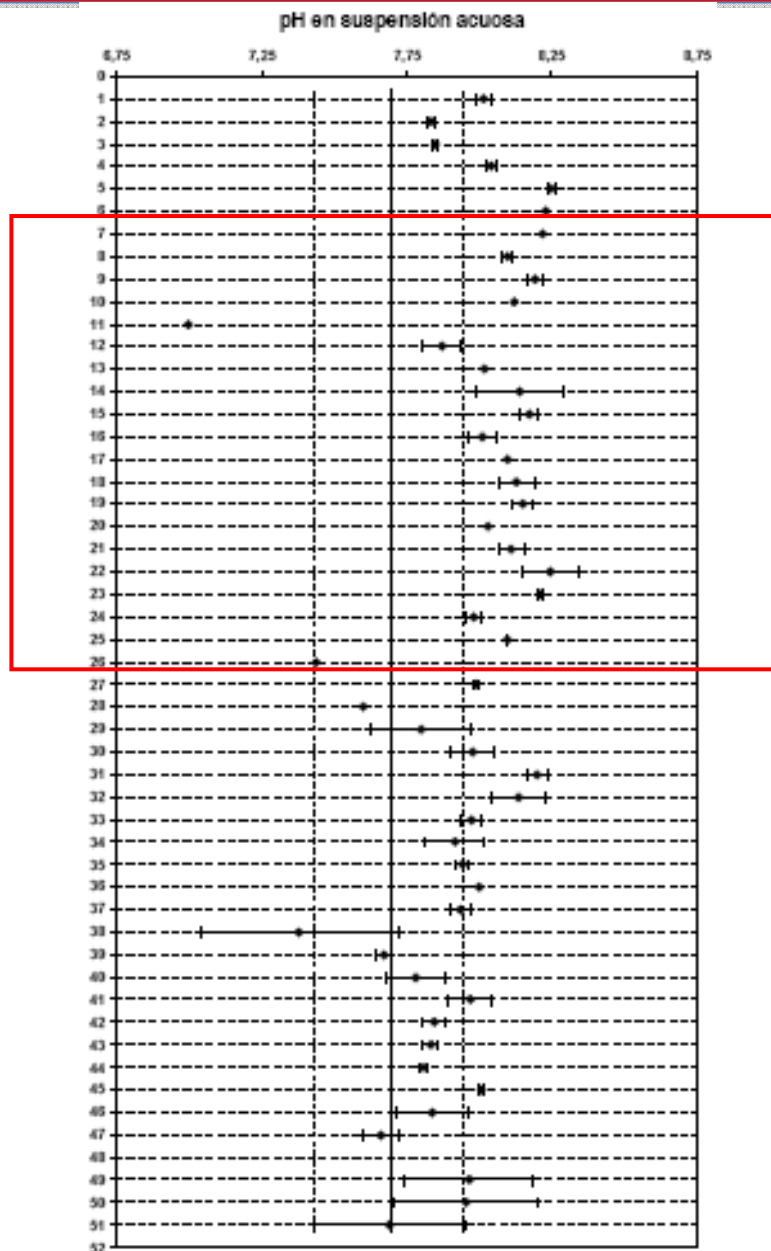
Determinación de pH en suelo agrícola



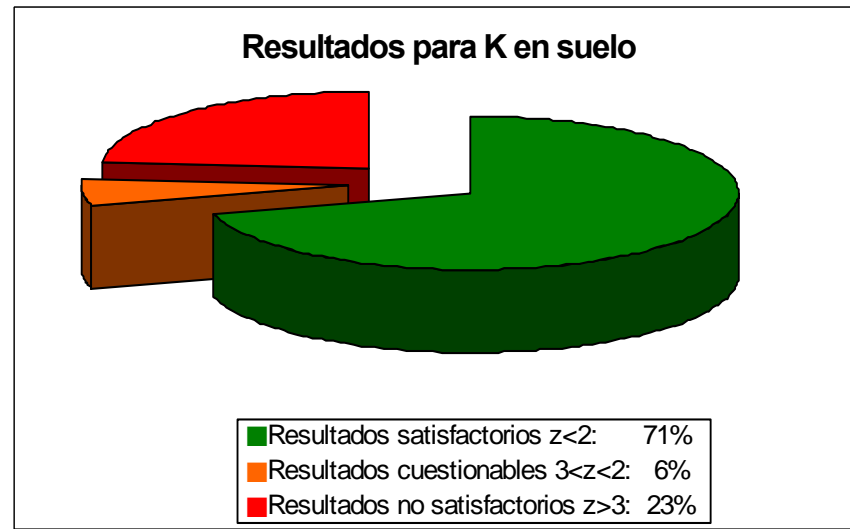
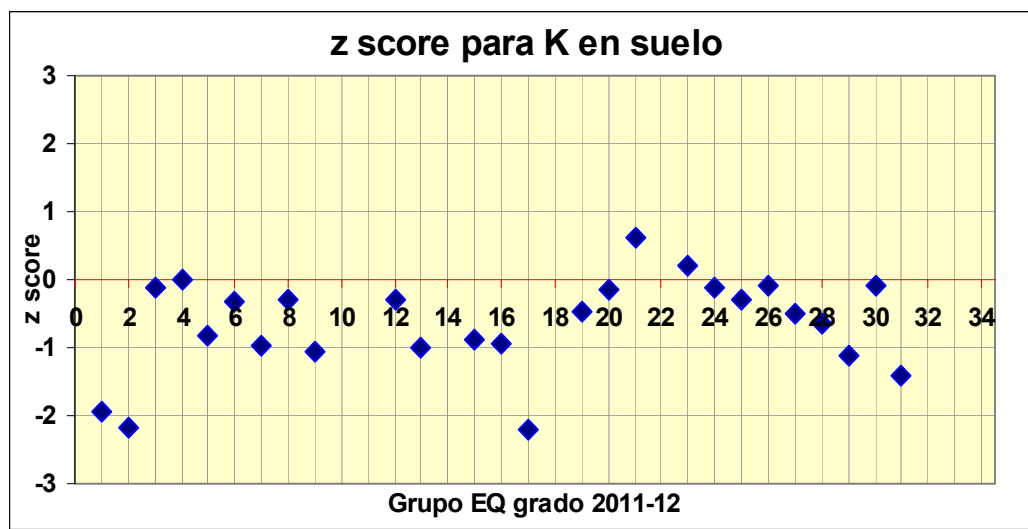
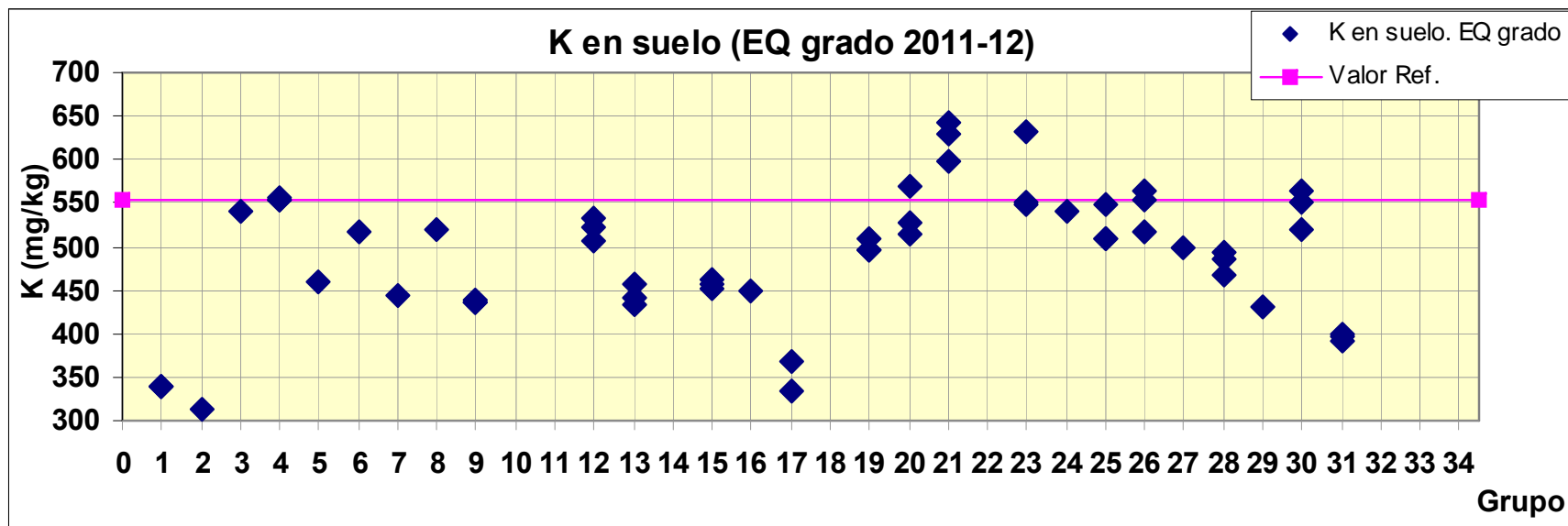
Determinación de pH en suelo agrícola. Interlaboratorios



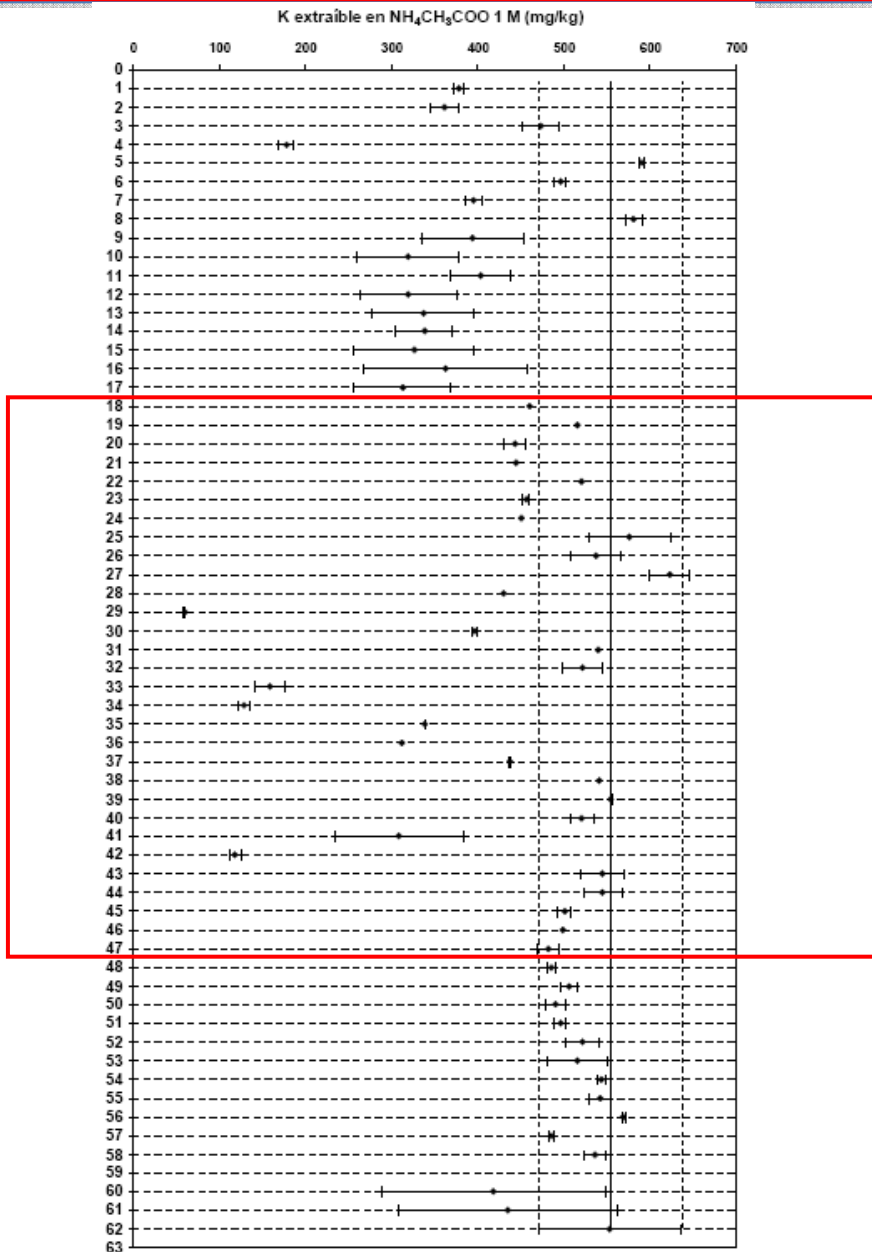
**EQ grado
UCM**



Determinación de potasio en suelo agrícola

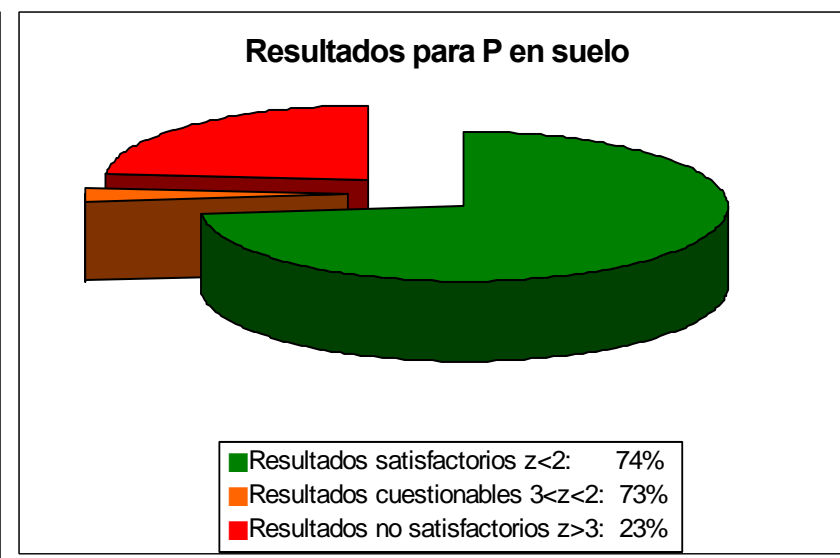
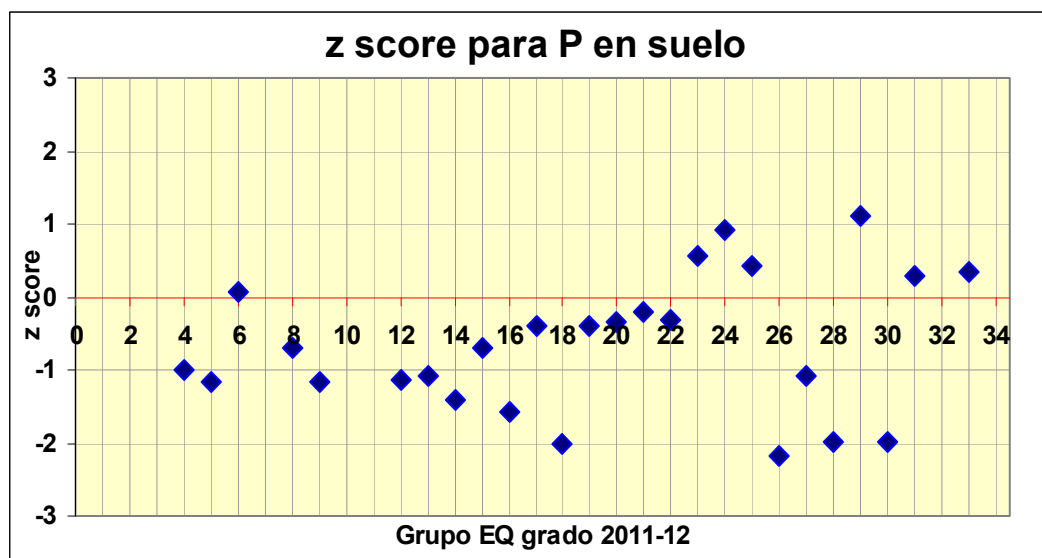
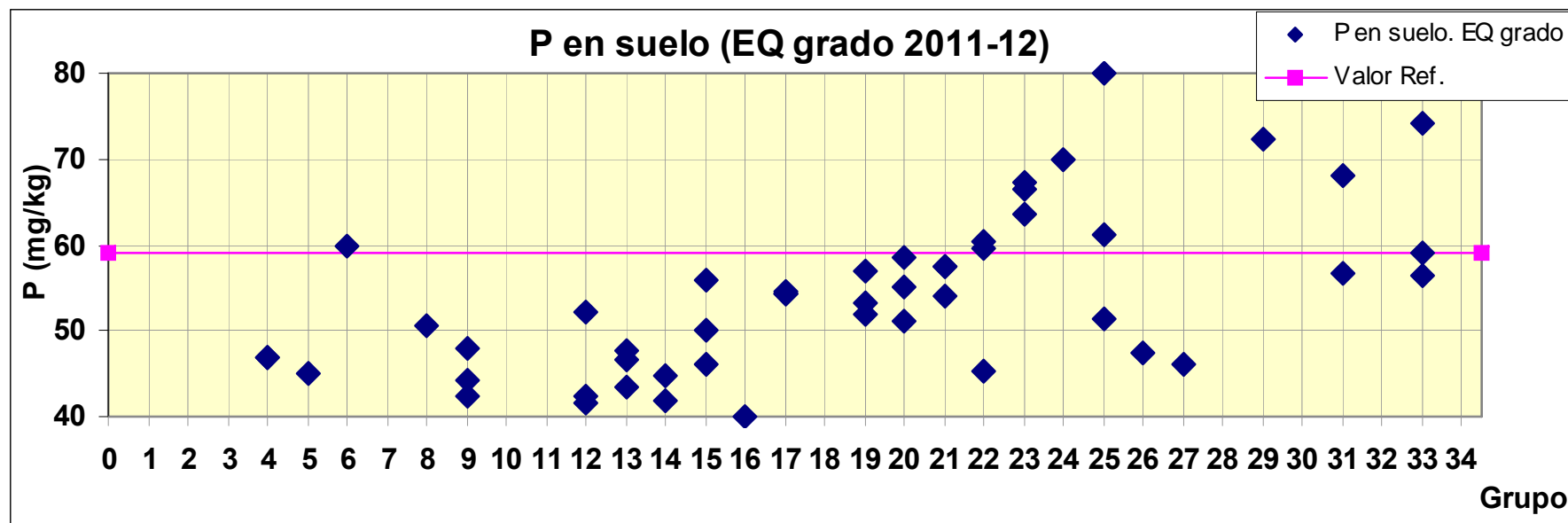


Determinación de potasio en suelo agrícola. Interlaboratorios



**EQ grado
UCM**

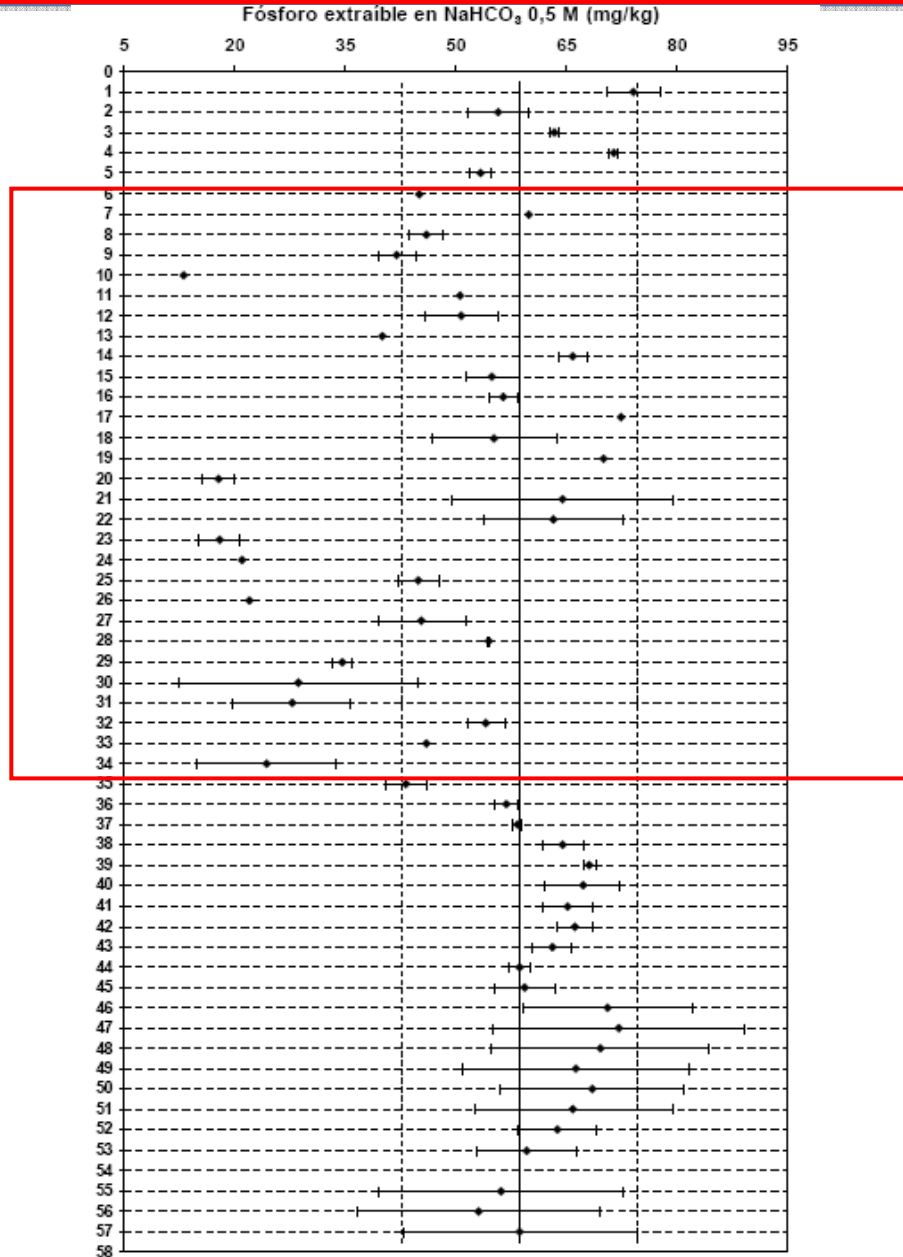
Determinación de fósforo en suelo agrícola



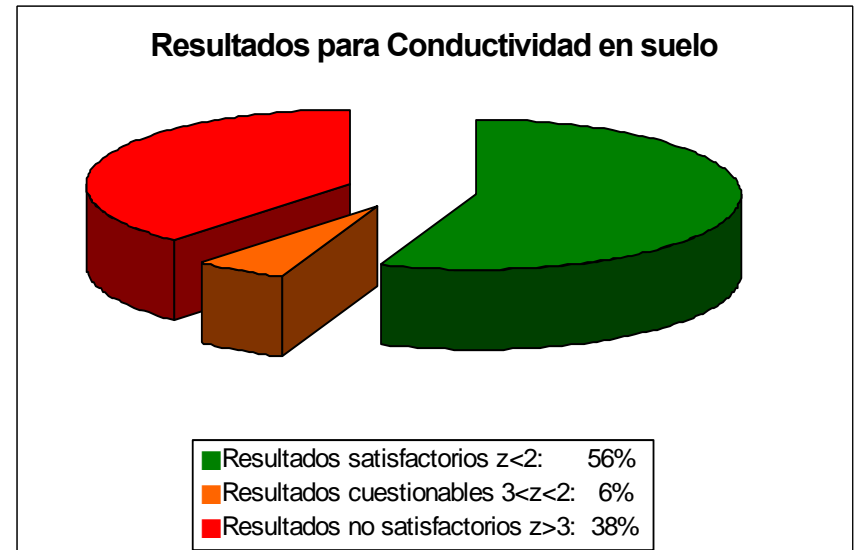
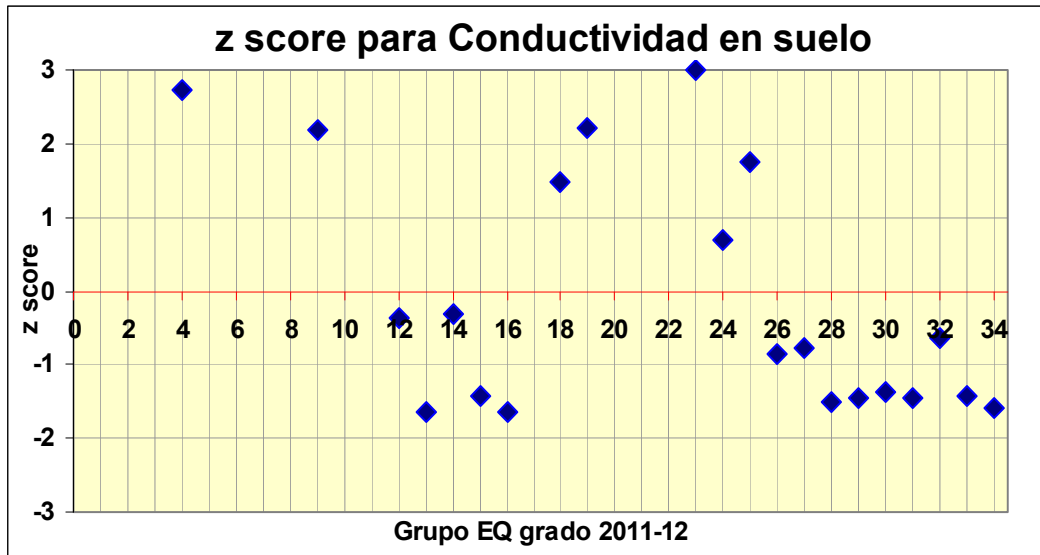
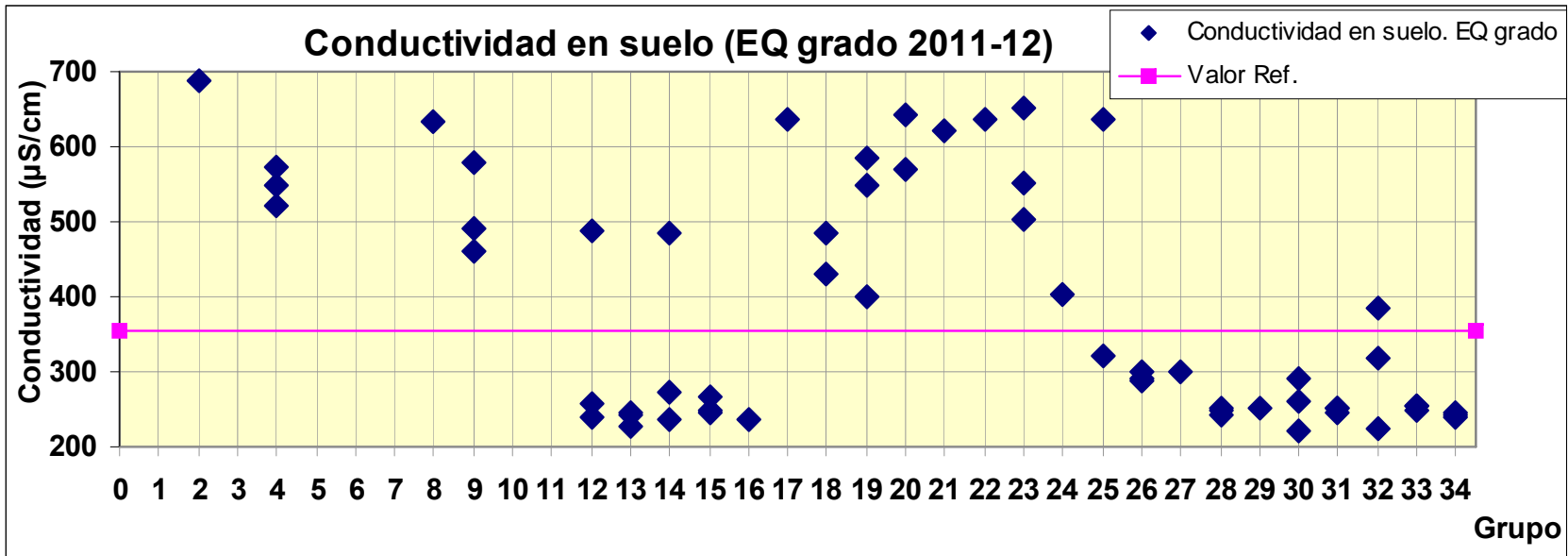
Determinación de fósforo en suelo agrícola. Interlaboratorios



**EQ grado
UCM**



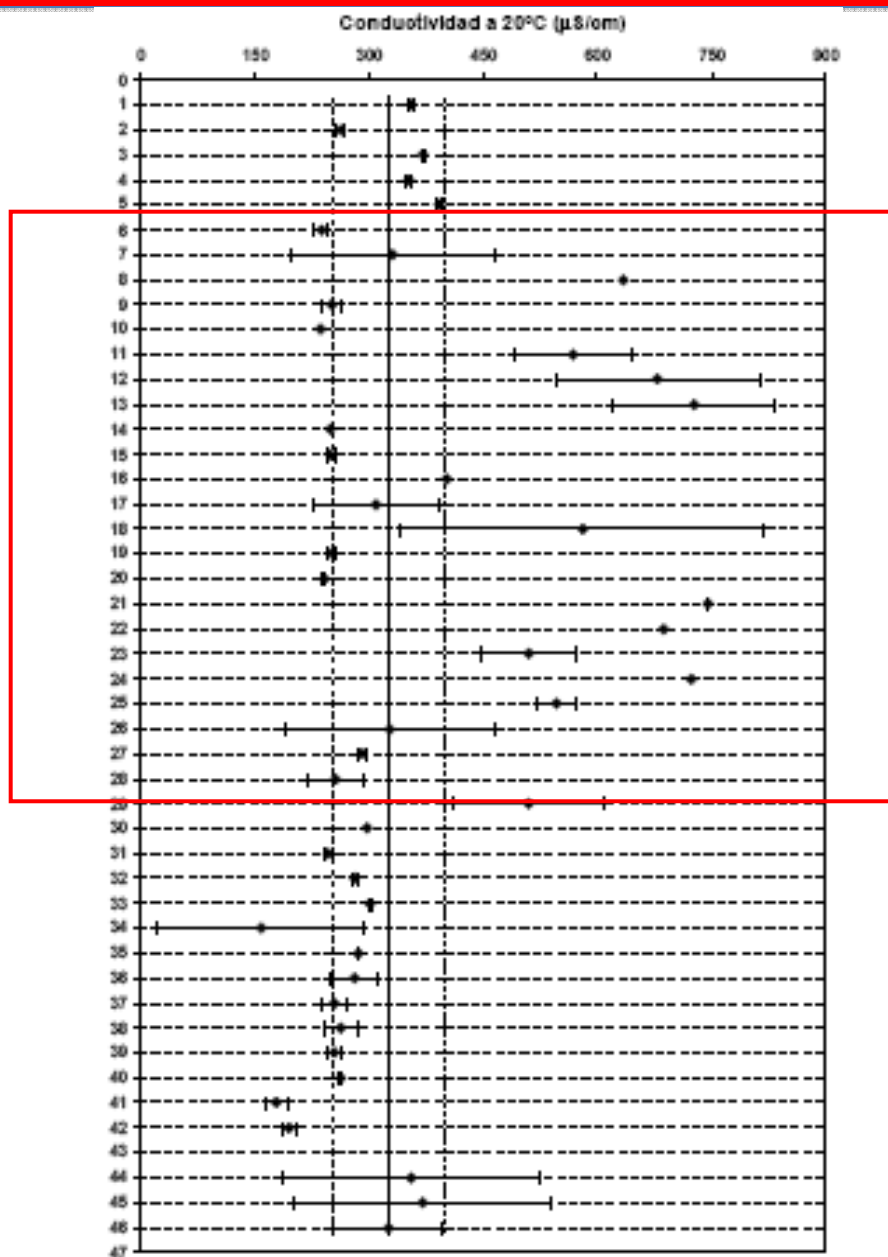
Determinación de conductividad en suelo agrícola



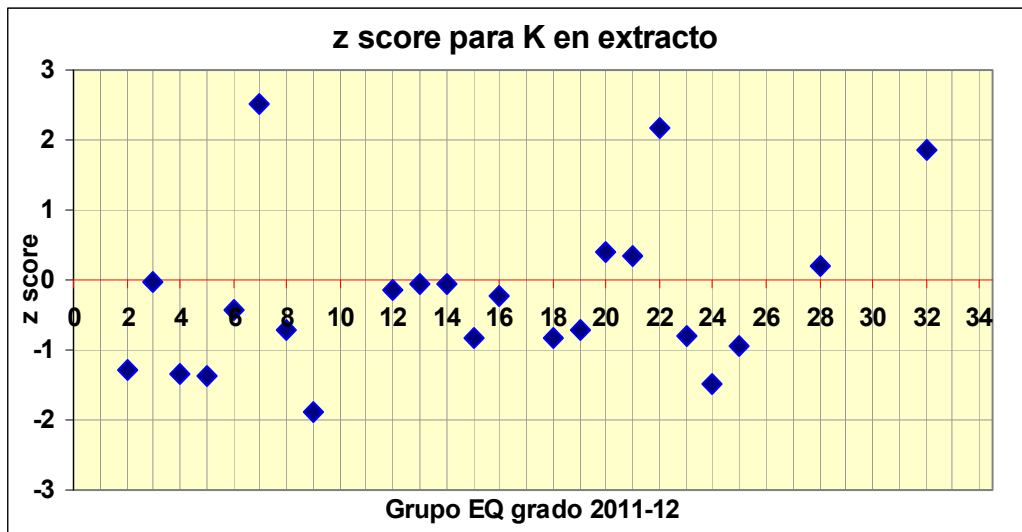
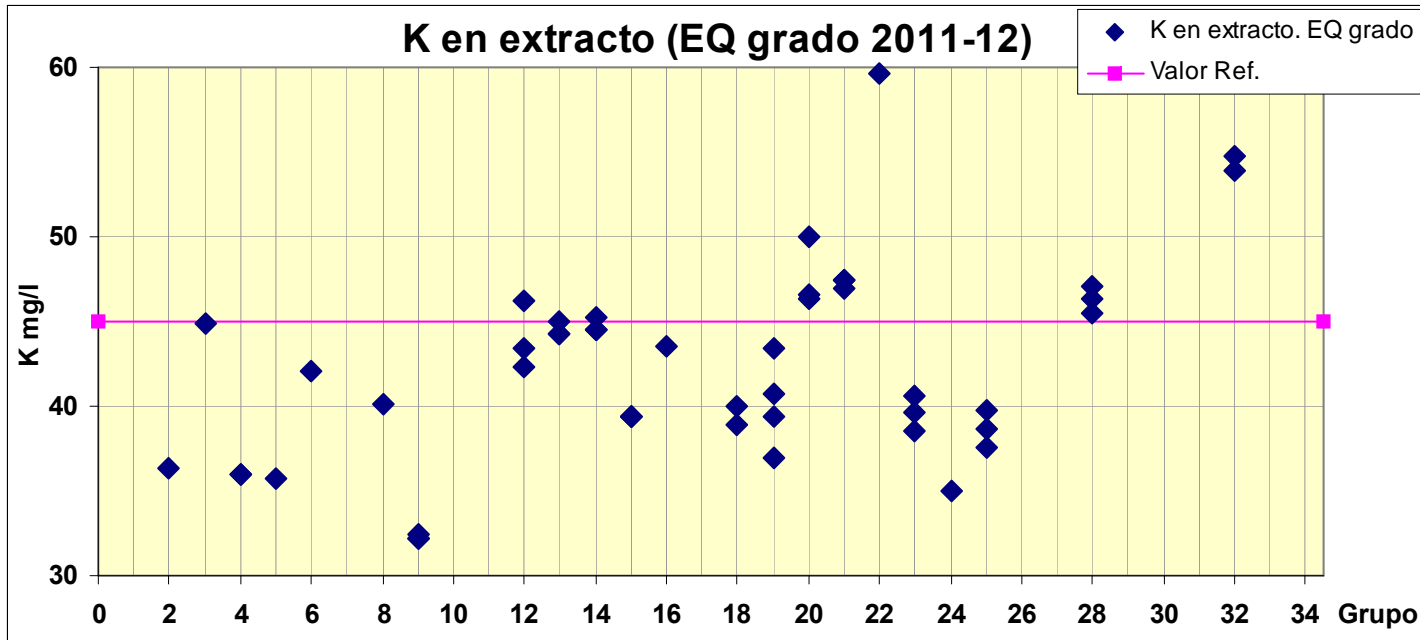
Determinación de conductividad en suelo agrícola. Interlaboratorios



**EQ grado
UCM**



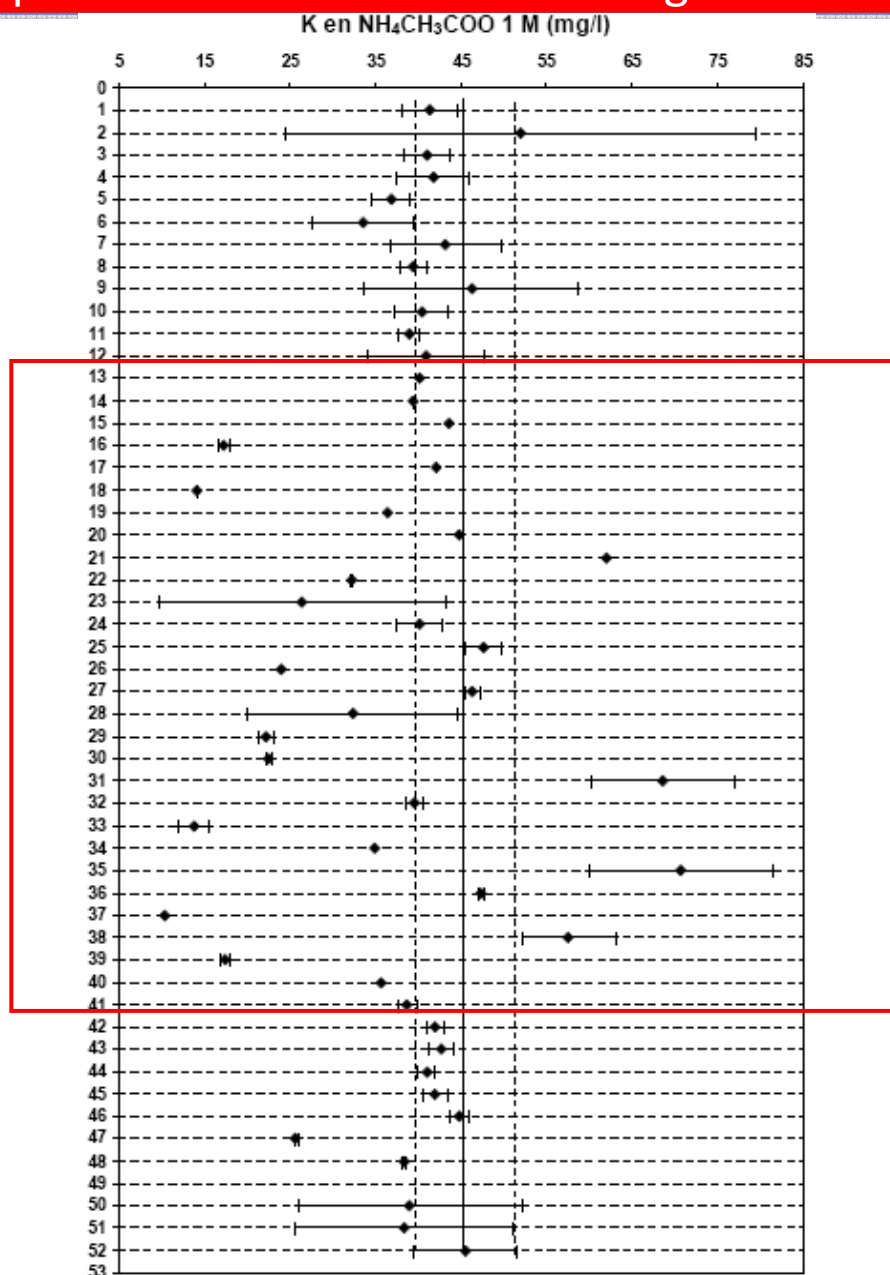
Determinación de potasio en extracto de suelo agrícola



Determinación de potasio en extracto de suelo agrícola. Interlaboratorios



**EQ grado
UCM**

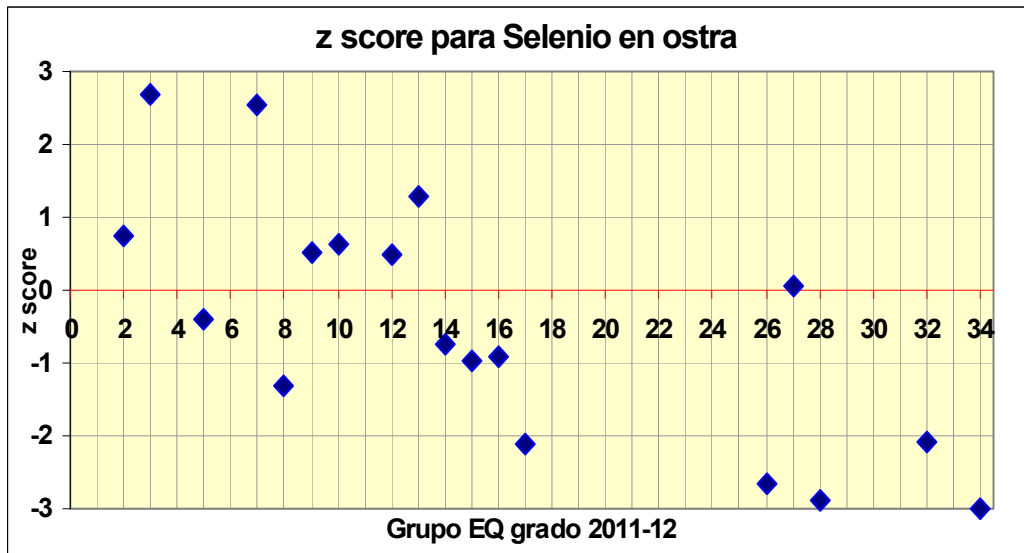
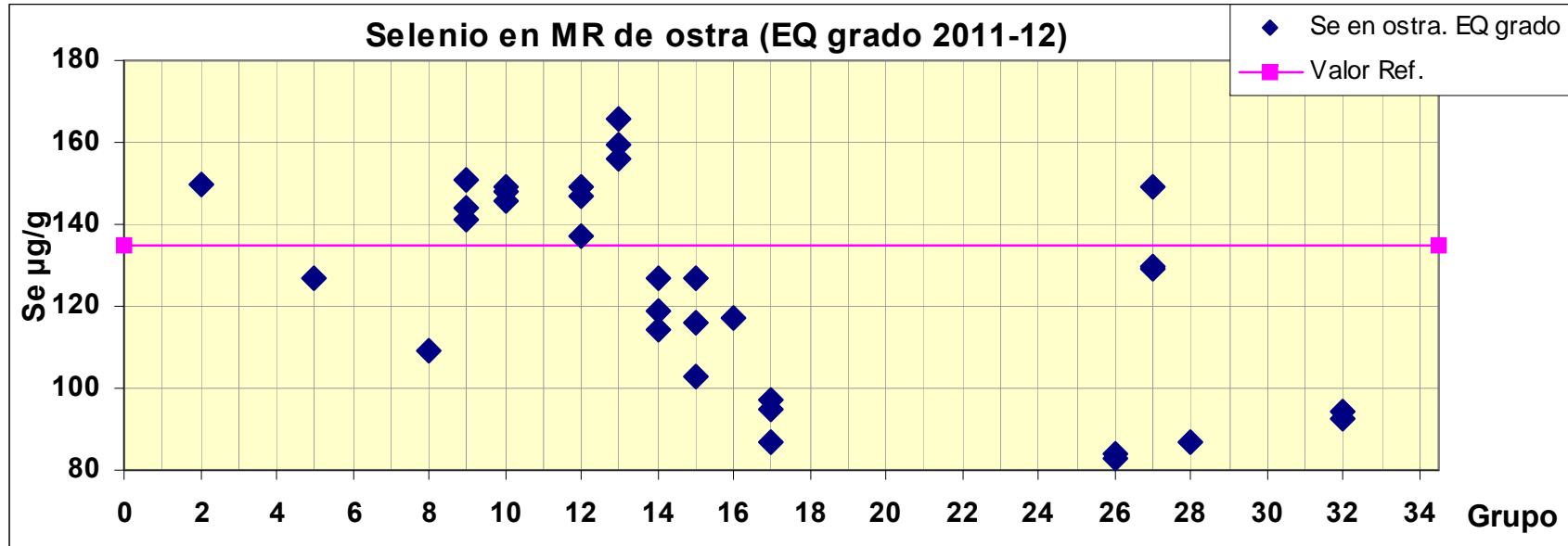


Metales en material de referencia de ostra

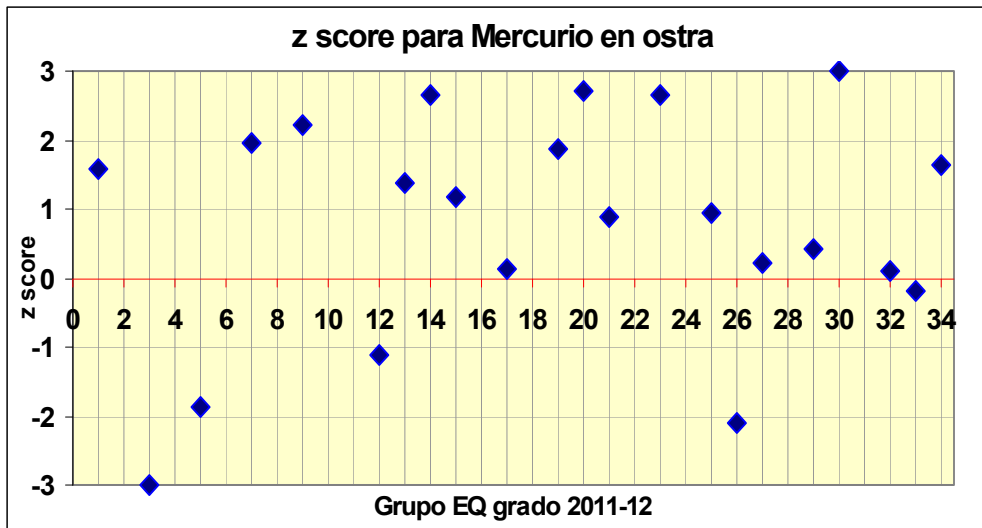
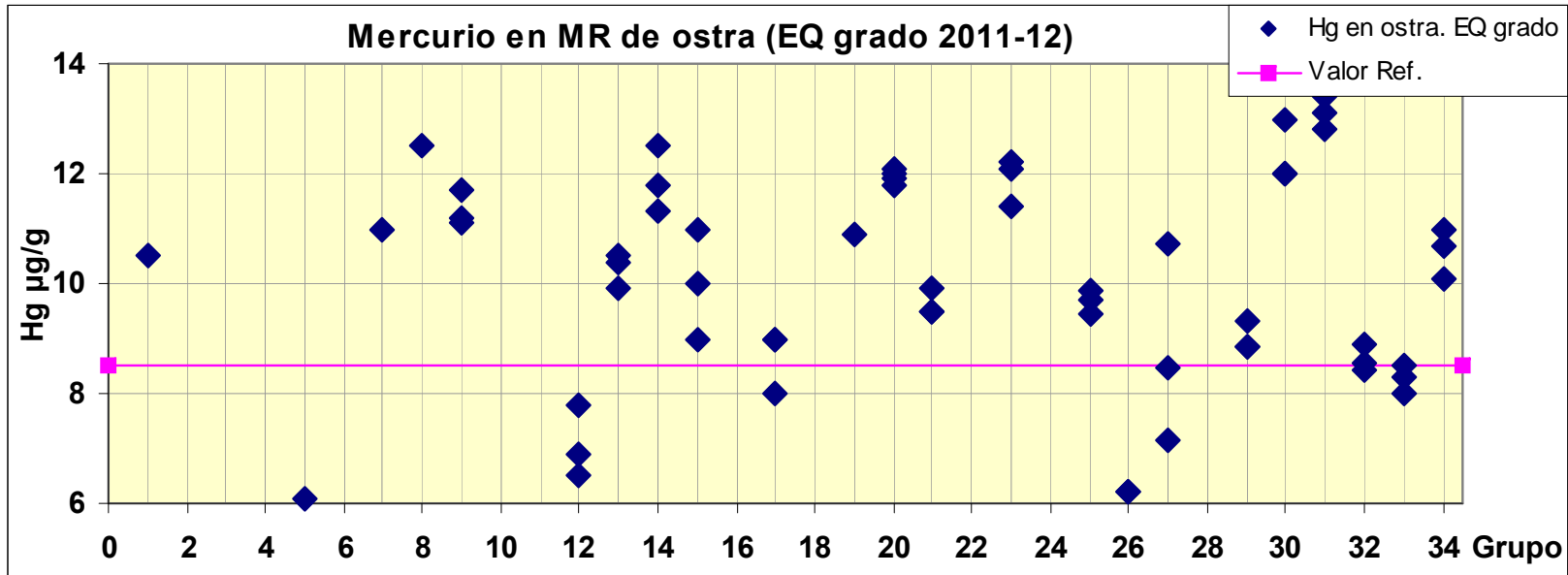


G r.	S e l e n i o		M e r c u r i o	
	M g r u p o	z s c o r e	M g r u p o	z s c o r e
1	2 5 7	6 , 1 0	1 0 , 5	1 , 5 7
2	1 5 0	0 , 7 5	\$ i n d a t o s	1 0 , 0 0
3	1 8 9	2 , 7 0	4 , 6	- 3 , 0 0
4	\$ i n d a t o s	1 0 , 0 0	\$ i n d a t o s	1 0 , 0 0
5	1 2 7	- 0 , 4 0	6 , 1	- 1 , 8 8
6	\$ i n d a t o s	1 0 , 0 0	\$ i n d a t o s	1 0 , 0 0
7	1 8 6	2 , 5 5	1 1 , 0	1 , 9 6
8	1 0 9	- 1 , 3 0	1 2 , 5	3 , 1 4
9	1 4 5	0 , 5 2	1 1 , 3	2 , 2 2
1 0	1 4 8	0 , 6 3	2 1 0 . 0	1 5 8 , 0 4
1 1	\$ i n d a t o s	1 0 , 0 0	\$ i n d a t o s	1 0 , 0 0
1 2	1 4 4	0 , 4 7	7 , 1	- 1 , 1 2
1 3	1 6 0	1 , 2 7	1 0 , 3	1 , 3 9
1 4	1 2 0	- 0 , 7 6	1 1 , 9	2 , 6 4
1 5	1 1 5	- 0 , 9 8	1 0 , 0	1 , 1 8
1 6	1 1 7	- 0 , 9 0	3 , 3	- 4 , 0 8
1 7	9 3	- 2 , 1 0	8 , 7	0 , 1 3
1 8	\$ i n d a t o s	1 0 , 0 0	\$ i n d a t o s	- 1 0 , 0 0
1 9	4 5	- 4 , 5 0	1 0 , 9	1 , 8 8
2 0	4 6	- 4 , 4 3	1 1 , 9	2 , 7 0
2 1	7 2	- 3 , 1 5	9 , 6	0 , 8 9
2 2	\$ i n d a t o s	1 0 , 0 0	\$ i n d a t o s	1 0 , 0 0
2 3	6 8	- 3 , 3 3	1 1 , 9	2 , 6 7
2 4	\$ i n d a t o s	1 0 , 0 0	\$ i n d a t o s	1 0 , 0 0
2 5	6 1	- 3 , 7 1	9 , 7	0 , 9 3
2 6	8 2	- 2 , 6 5	5 , 8	- 2 , 0 9
2 7	1 3 6	0 , 0 5	8 , 8	0 , 2 2
2 8	7 7	- 2 , 9 0	2 0 . 1	9 , 1 0
2 9	6 2	- 3 , 6 7	9 , 0	0 , 4 1
3 0	7 0	- 3 , 2 7	1 2 , 3	3 , 0 0
3 1	7 2	- 3 , 1 3	1 3 , 1	3 , 6 1
3 2	9 4	- 2 , 0 8	8 , 6	0 , 1 0
3 3	6 6	- 3 , 4 7	8 , 3	- 0 , 1 8
3 4	7 5	- 3 , 0 0	1 0 , 6	1 , 6 5
M e d i a =	1 0 5		9 , 5 1	
S d =	4 2		2 , 5 4	
S d % =	4 0		2 7	
V . R e f . =	1 3 5		8 , 5 0	
S d a s i g . =	2 0		1 , 2 8	
S d a s i g % =	1 5		1 5	

Determinación de selenio en ostra



Determinación de mercurio en ostra

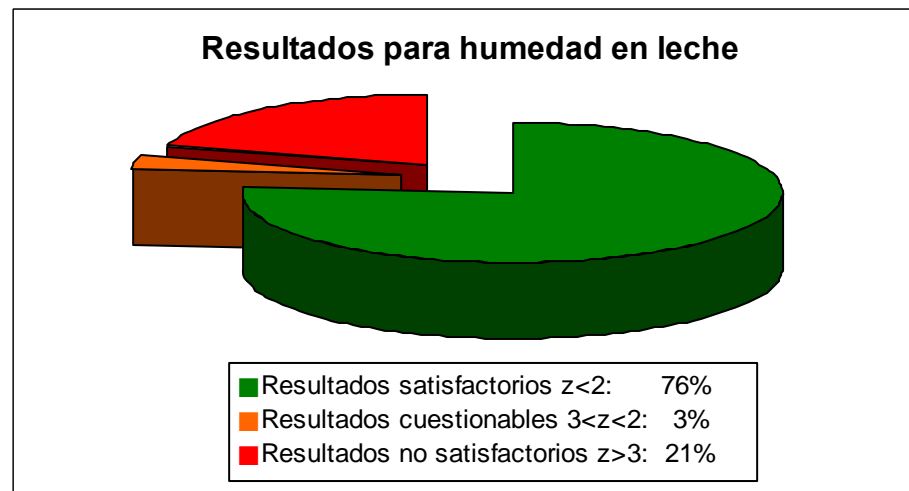
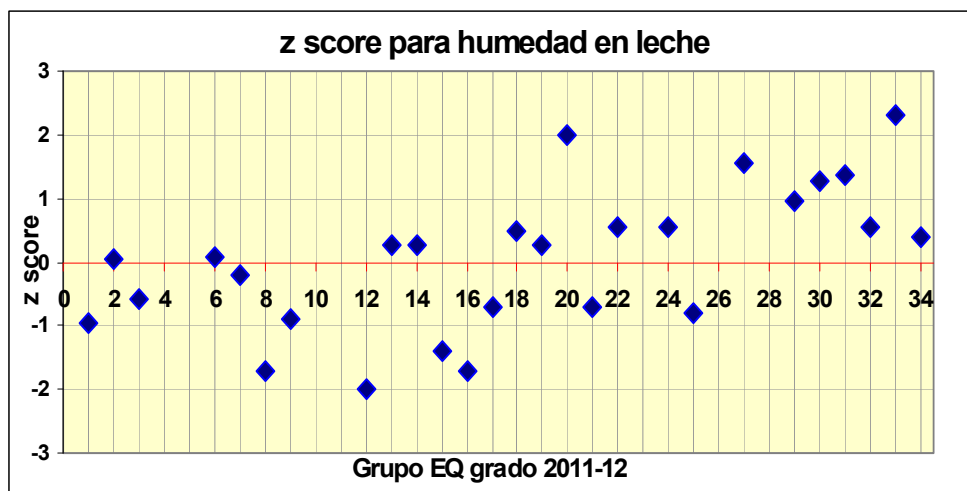
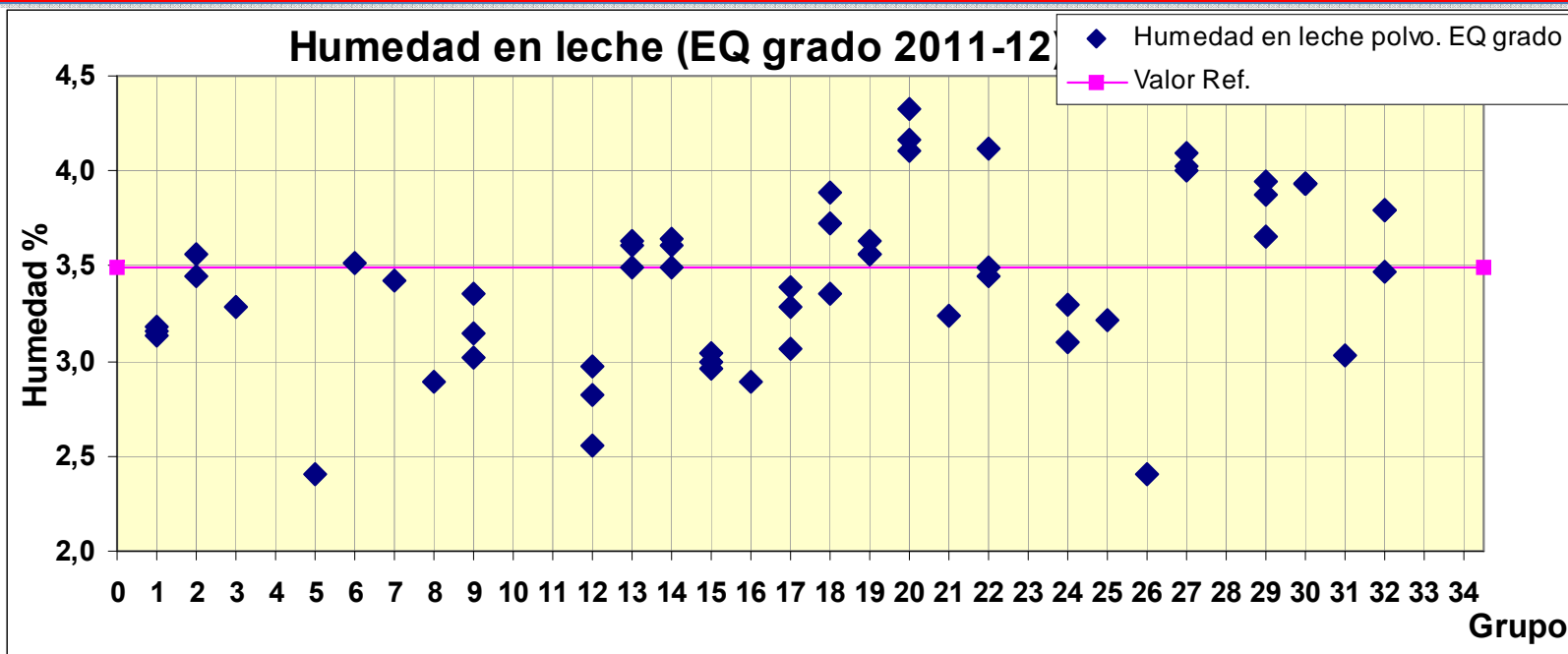


Leche en polvo



Gr.	Humedad %		Cenizas %		Zn mg/kg sms		Ca % sms		Fe mg/kg sms	
	Media	z score	Media	z score	Media	z score	Media	z score	Media	z score
1	3,16	-0,94	6,10	0,23	32,1	-0,31	0,70	-0,44	7,3	0,08
2	3,51	0,04	6,30	0,56	31,0	-0,53	0,61	-1,24	3,0	-1,14
3	3,29	-0,57	6,35	0,64	33,0	-0,12	0,66	-0,80	7,0	0,00
4	12,4	25,46	6,20	0,39	34,0	0,08	0,74	-0,09	5,3	-0,49
5	2,40	-3,11	6,10	0,23	31,6	-0,41	0,60	-1,37	1,7	-1,51
6	3,52	0,09	6,32	0,59	33,0	-0,13	0,67	-0,71	42,3	10,09
7	3,42	-0,20	6,22	0,43	33,2	-0,08	0,45	-2,65	19,0	3,44
8	2,89	-1,71	6,18	0,36	30,0	-0,73	0,61	-1,24	13,6	1,89
9	3,17	-0,90	6,07	0,17	25,4	-1,66	0,63	-1,09	2,6	-1,26
10	Sin dato	10,00	Sin datos	10,00	Sin dato	10,00	Sin datos	10,00	Sin dato	10,00
11	Sin dato	10,00	Sin datos	10,00	Sin dato	10,00	Sin datos	10,00	Sin dato	10,00
12	2,78	-2,00	5,56	-0,66	20,5	-2,65	0,49	-2,27	2,6	-1,26
13	3,58	0,25	6,15	0,31	34,2	0,12	0,80	0,41	4,9	-0,60
14	3,58	0,26	6,19	0,37	30,8	-0,57	0,71	-0,38	6,6	-0,12
15	3,00	-1,41	6,16	0,32	31,2	-0,48	0,62	-1,18	0,8	-1,78
16	2,89	-1,71	6,31	0,57	33,3	-0,07	0,65	-0,88	13,3	1,80
17	3,25	-0,70	2,66	-5,41	34,2	0,12	1,10	3,11	3,7	-0,94
18	3,66	0,48	5,19	-1,26	38,5	1,00	0,63	-1,02	23,6	4,74
19	3,58	0,27	5,54	-0,68	32,0	-0,33	0,55	-1,77	6,6	-0,13
20	4,20	2,00	6,13	0,28	29,6	-0,81	0,61	-1,24	8,3	0,38
21	3,24	-0,71	6,17	0,34	29,6	-0,82	0,54	-1,86	27,7	5,91
22	3,69	0,56	6,16	0,33	2,2	-6,38	0,46	-2,57	10,5	1,00
23	4,69	3,43	6,02	0,10	23,2	-2,11	0,56	-1,66	8,8	0,52
24	3,68	0,54	6,15	0,31	29,3	-0,88	0,50	-2,18	6,1	-0,27
25	3,21	-0,80	5,84	-0,20	20,6	-2,64	0,55	-1,77	9,2	0,64
26	2,13	-3,89	6,14	0,29	34,4	0,16	0,69	-0,58	5,7	-0,37
27	4,04	1,56	5,74	-0,36	37,1	0,71	0,45	-2,63	7,4	0,12
28	0,00	-9,97	6,50	0,89	35,0	0,29	0,74	-0,12	3,3	-1,06
29	3,82	0,94	6,11	0,25	30,7	-0,58	0,51	-2,15	5,0	-0,58
30	3,93	1,26	5,76	-0,33	37,2	0,74	0,26	-4,34	10,3	0,95
31	3,97	1,36	5,95	-0,01	23,0	-2,15	0,50	-2,18	3,4	-1,04
32	3,68	0,55	5,93	-0,05	32,7	-0,17	0,65	-0,91	7,5	0,15
33	4,30	2,31	6,13	0,27	36,7	0,62	0,55	-1,74	5,7	-0,36
34	3,63	0,39	5,20	-1,24	32,6	-0,20	0,64	-1,00	9,5	0,70
Media=	3,46		6,03		31,3		0,62		9,13	
Sd=	0,54		0,31		4,57		0,13		8,52	
Sd%=	15,68		5,12		14,6		20,4		93	
V. Ref.=	3,49		5,96		33,6		0,75		7,00	
Sd asig.=	0,35		0,61		4,92		0,11		3,50	
Sd asig%=	10		10		15		15		50	

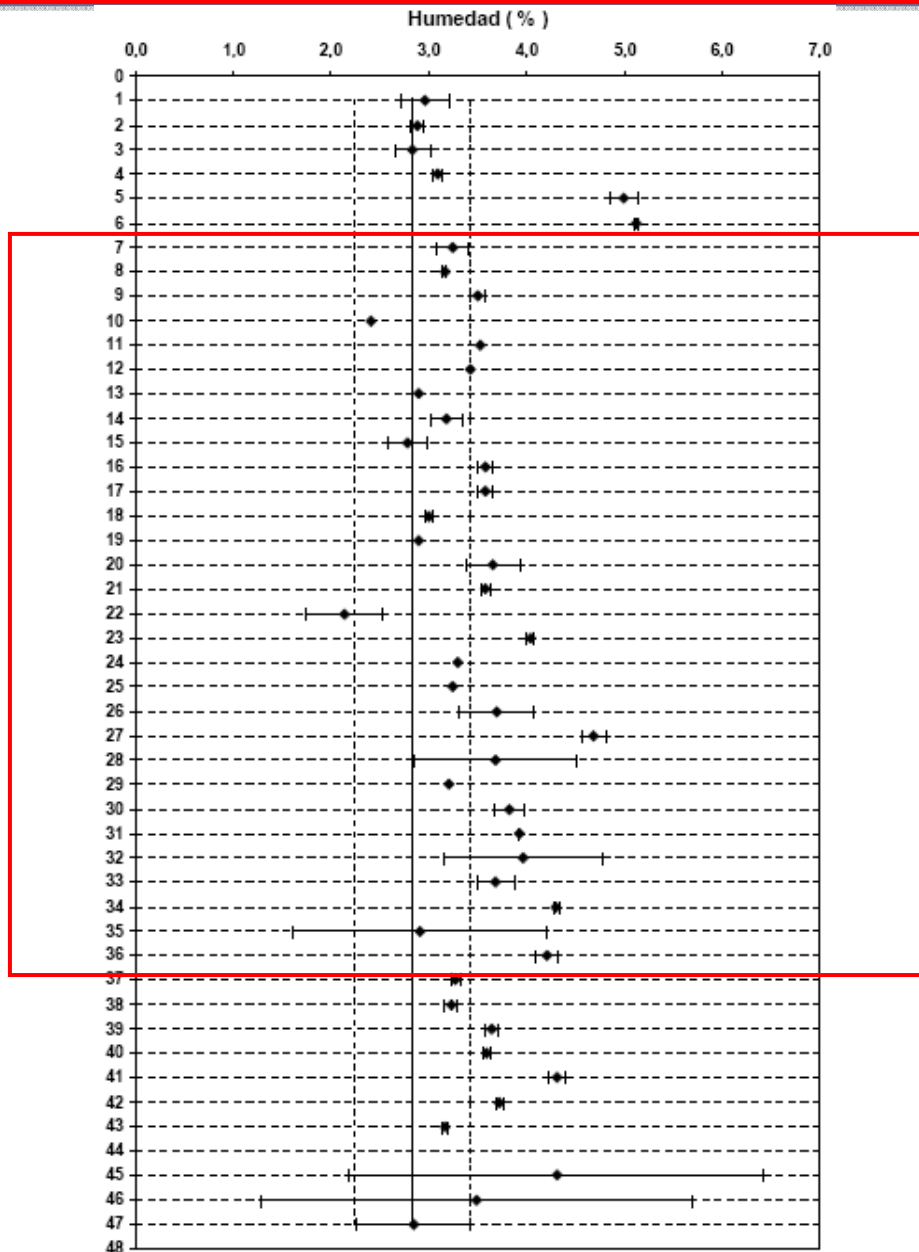
Determinación de humedad en leche en polvo



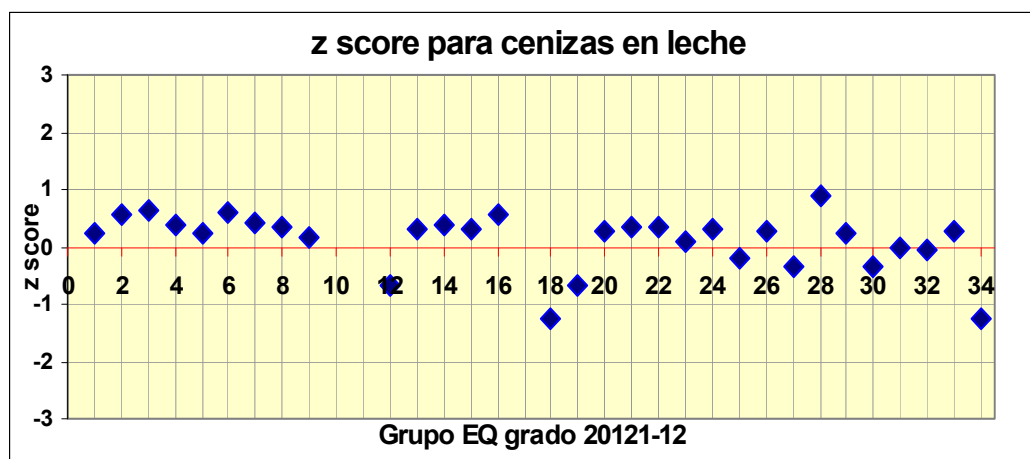
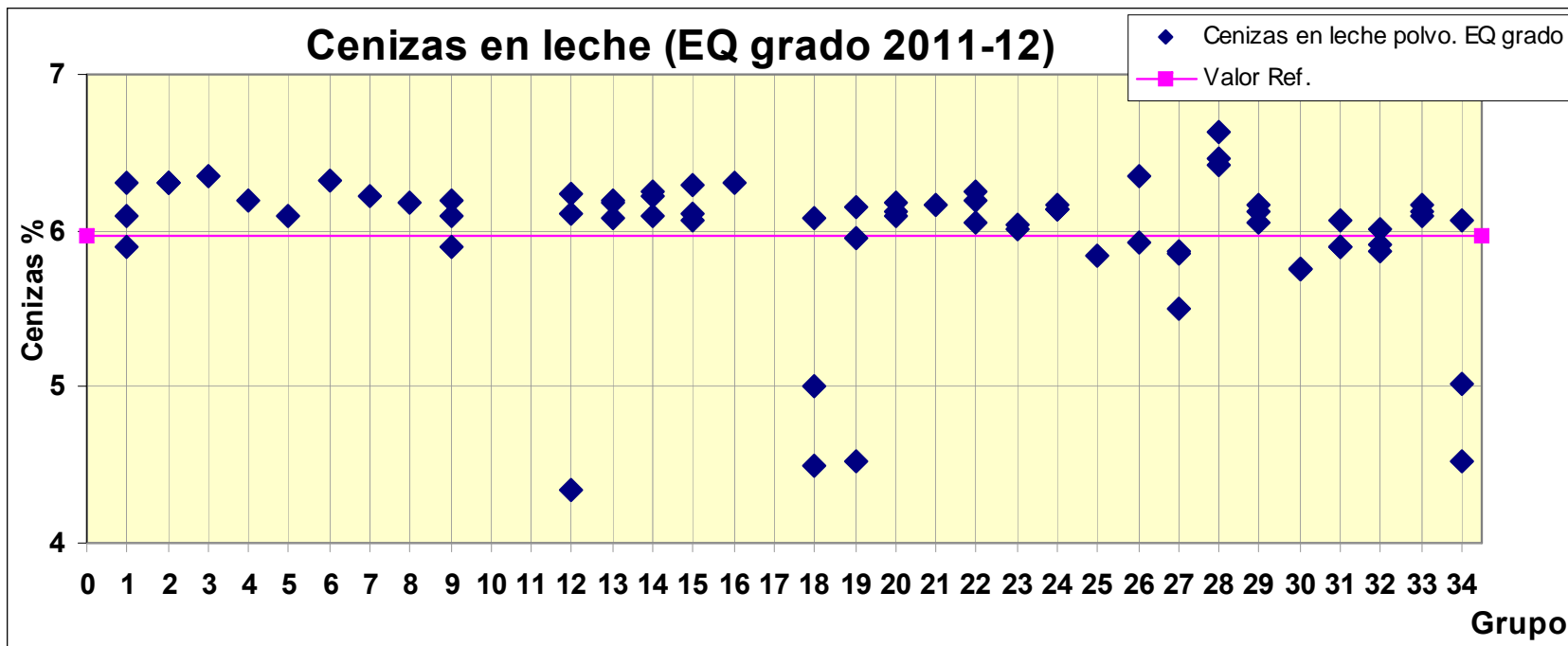
Determinación de humedad en leche en polvo. Interlaboratorios



**EQ grado
UCM**



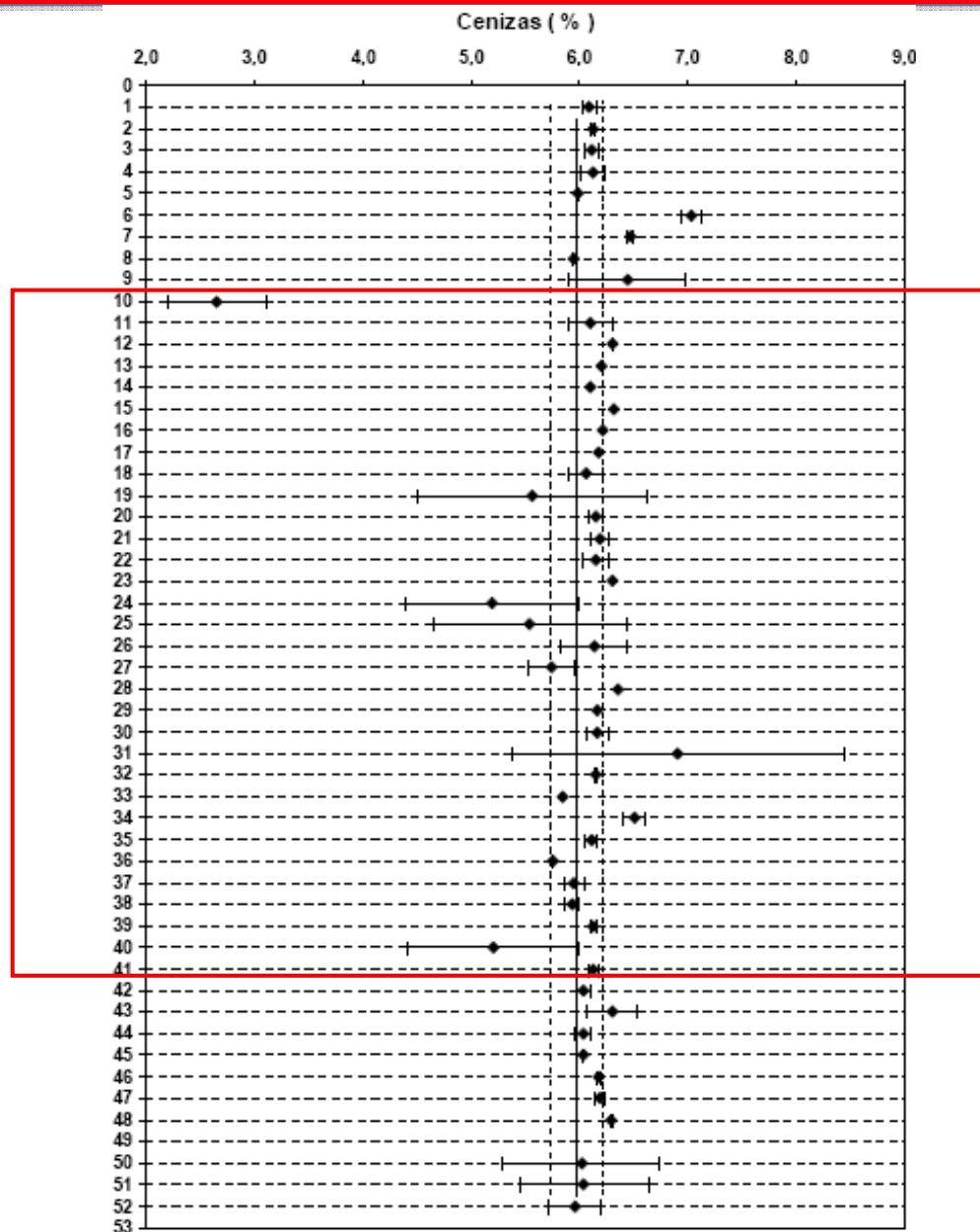
Determinación de cenizas en leche en polvo



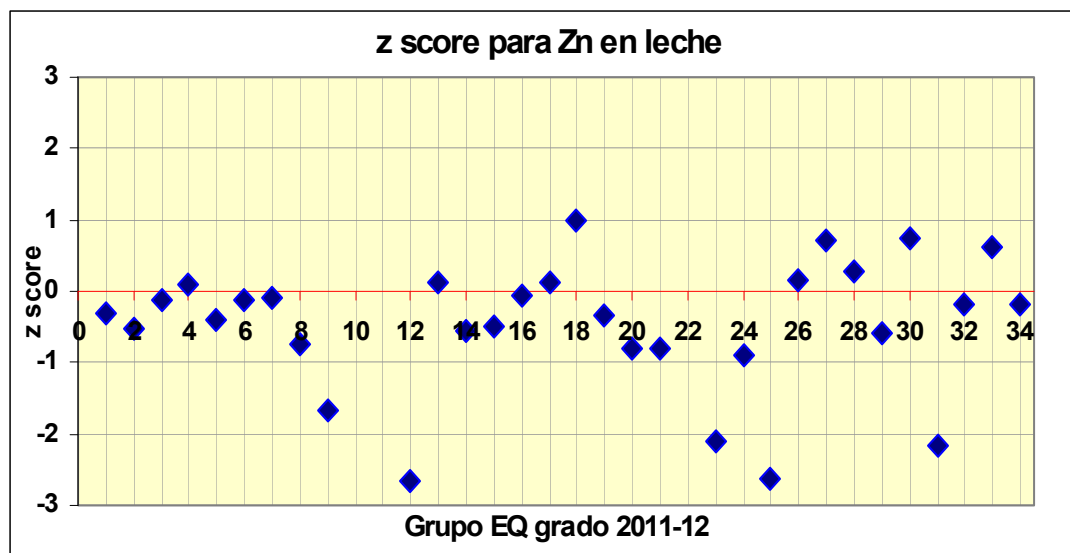
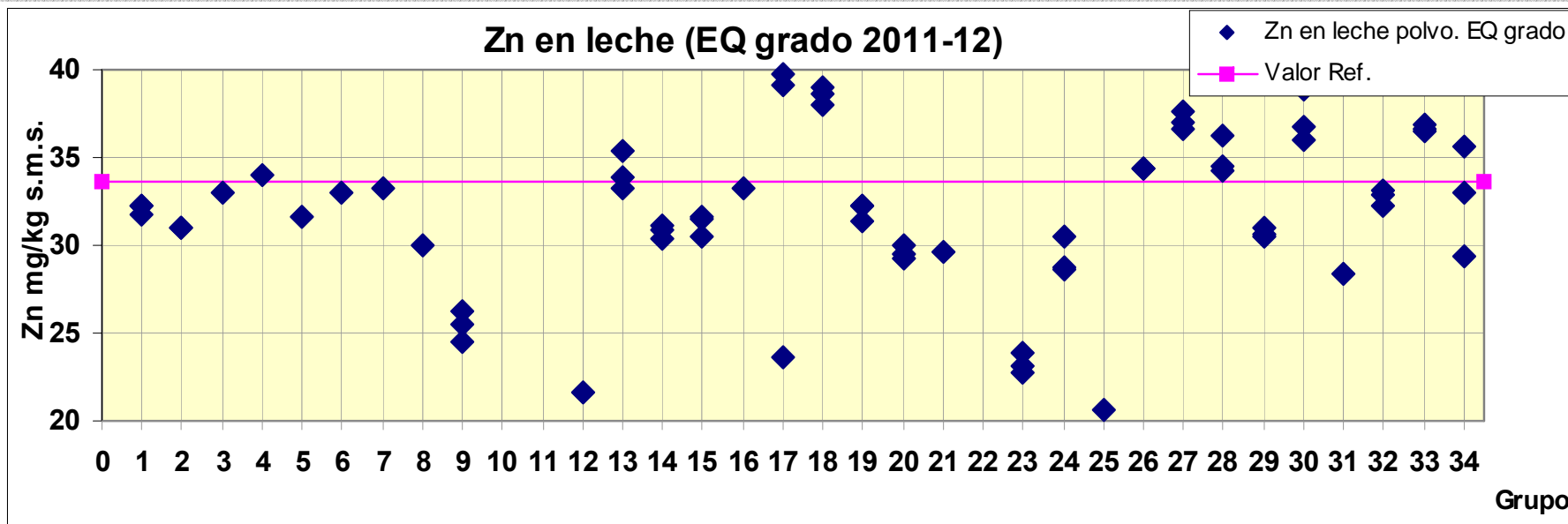
Determinación de cenizas en leche en polvo. Interlaboratorios



**EQ grado
UCM**



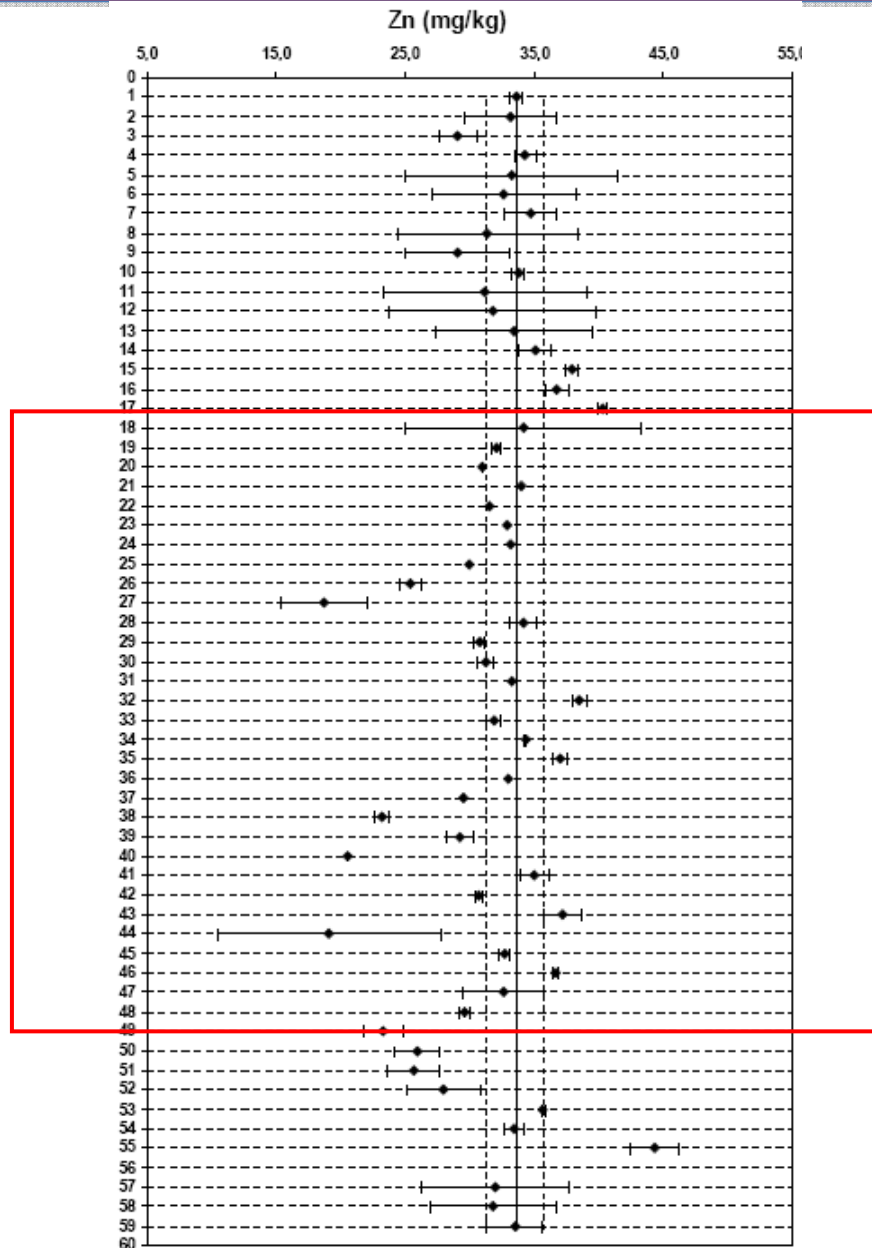
Determinación de cinc en leche en polvo



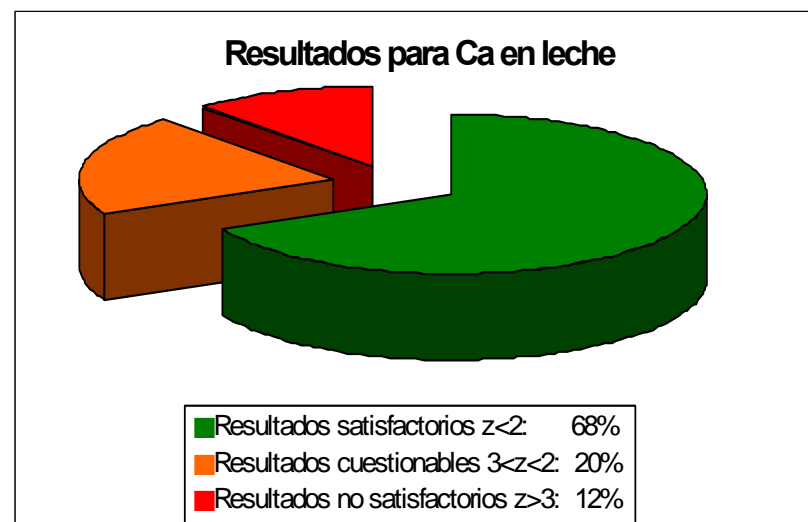
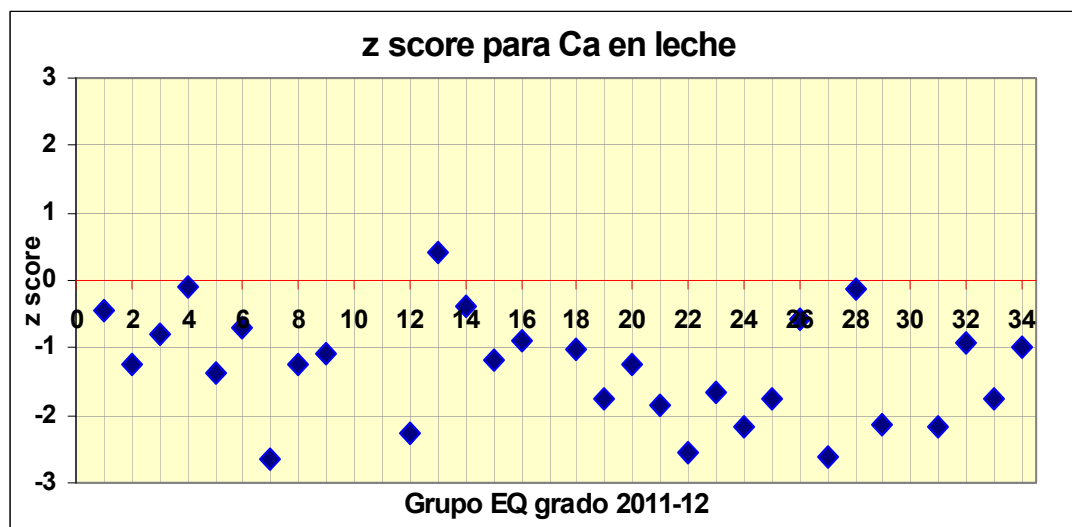
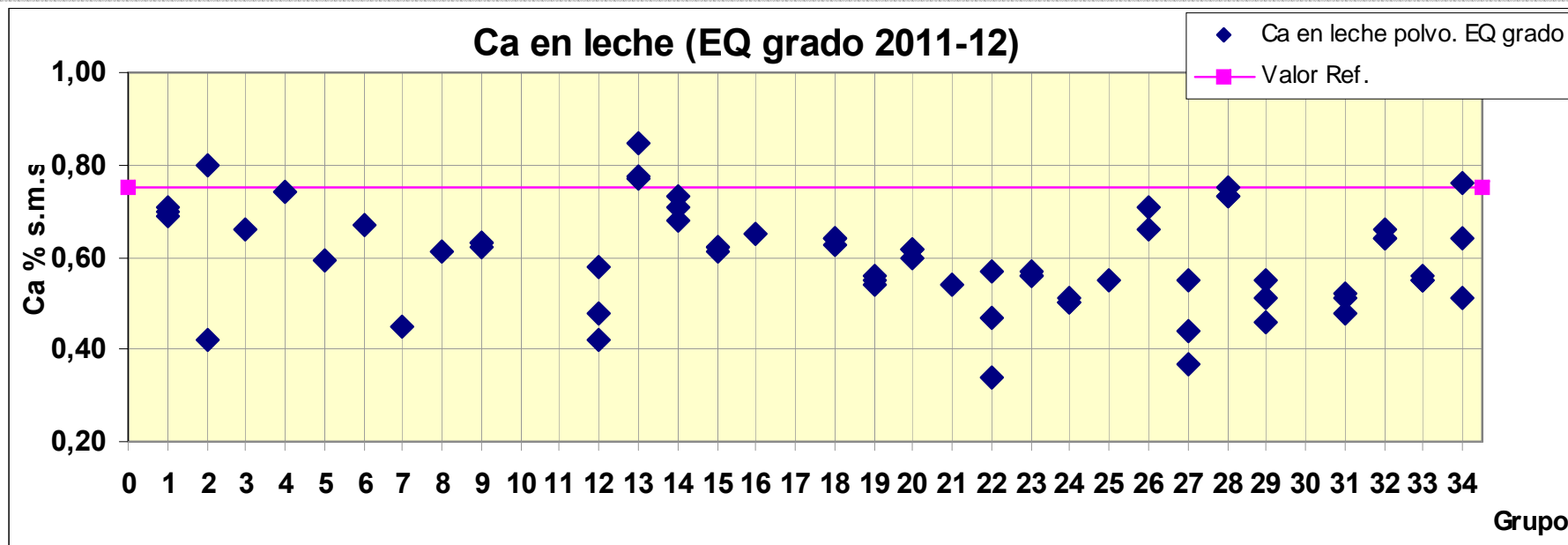
Determinación de cinc en leche en polvo. Interlaboratorios



**EQ grado
UCM**



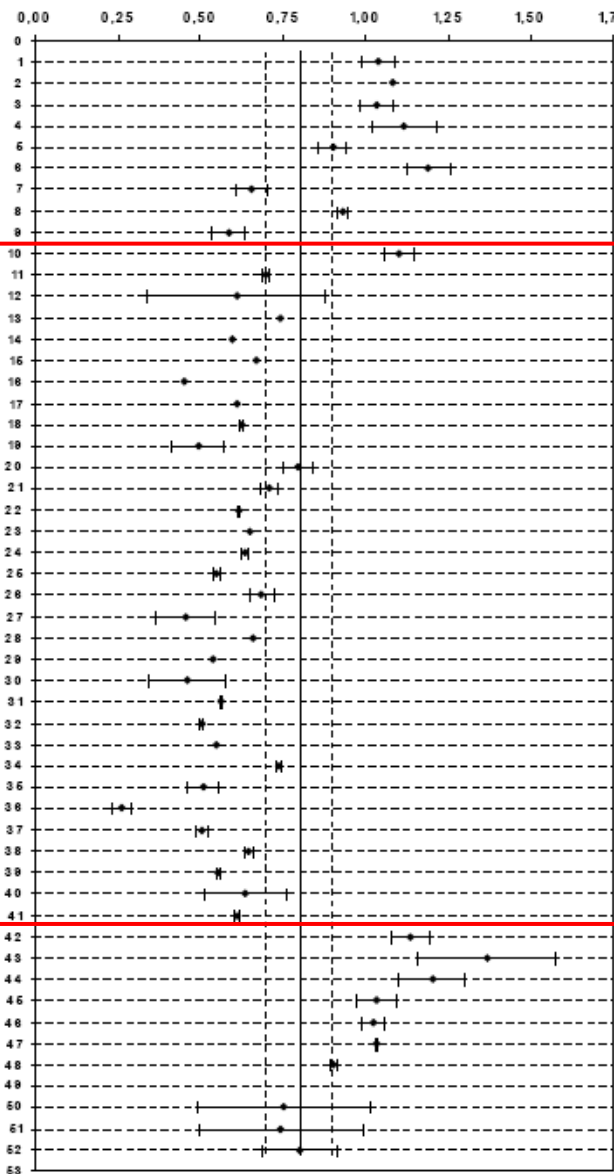
Determinación de calcio en leche en polvo



Determinación de calcio en leche en polvo. Interlaboratorios

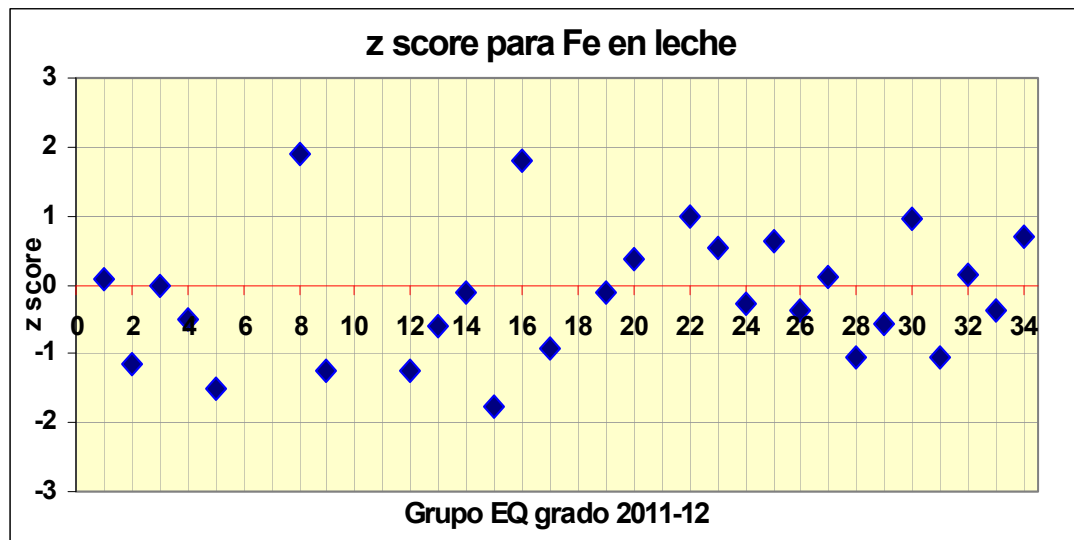
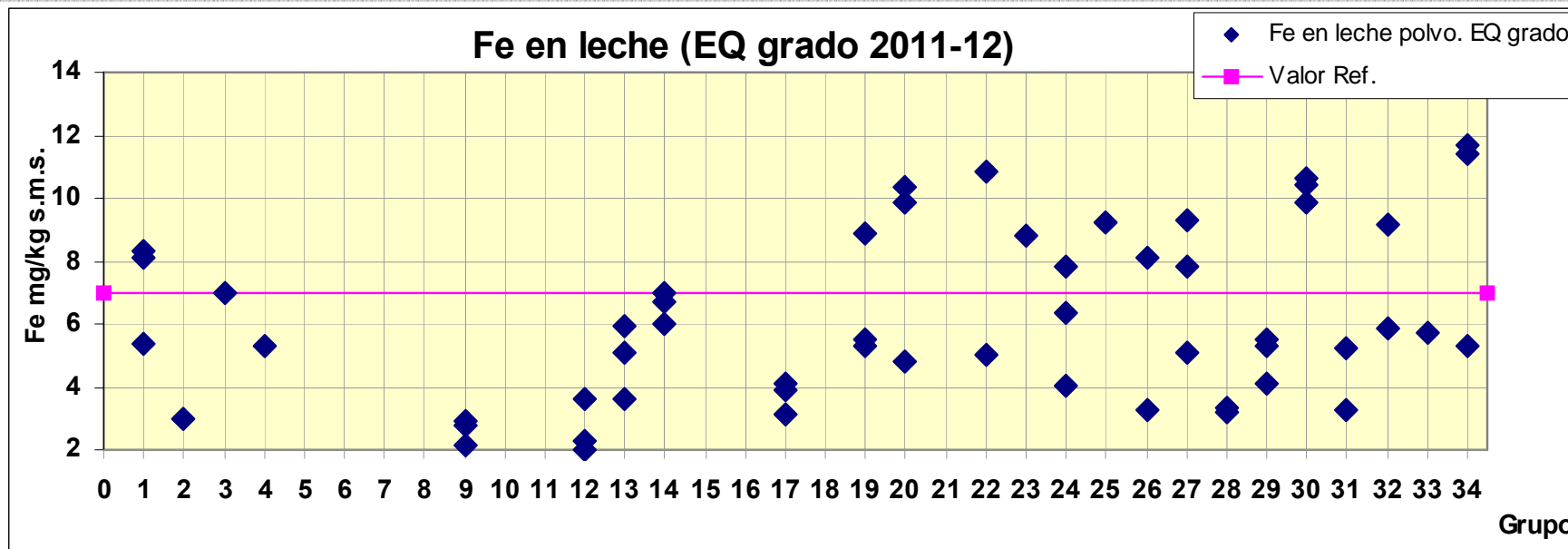


Ca (%)



**EQ grado
UCM**

Determinación de hierro en leche en polvo

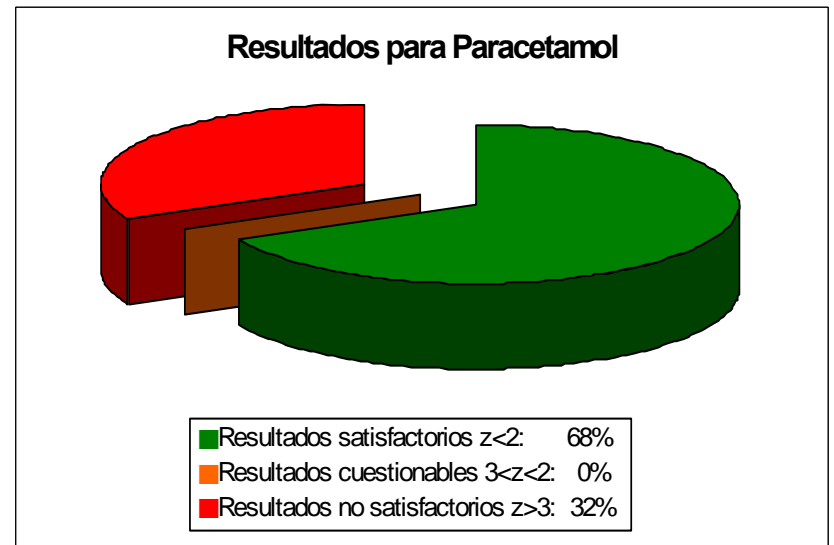
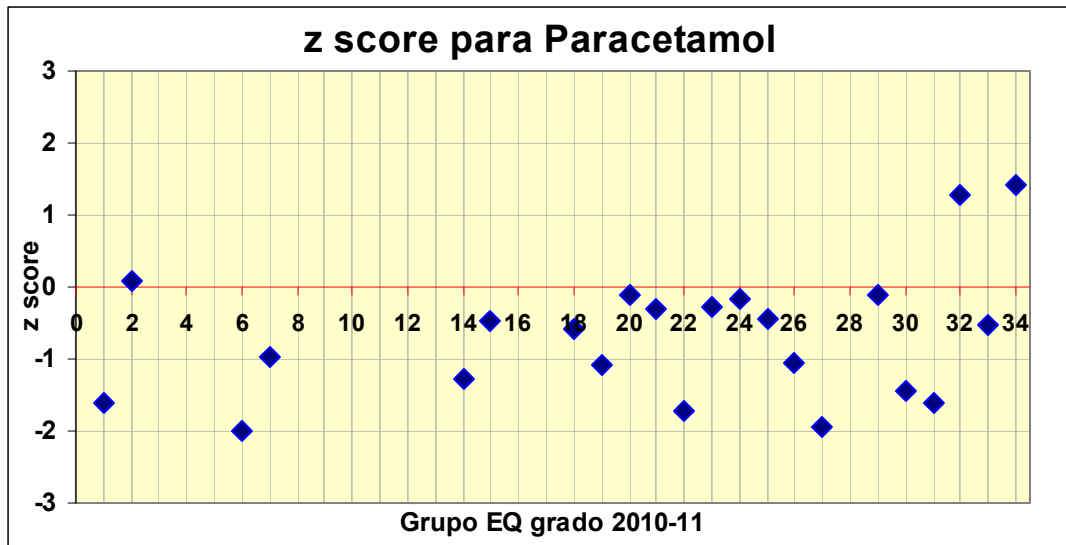
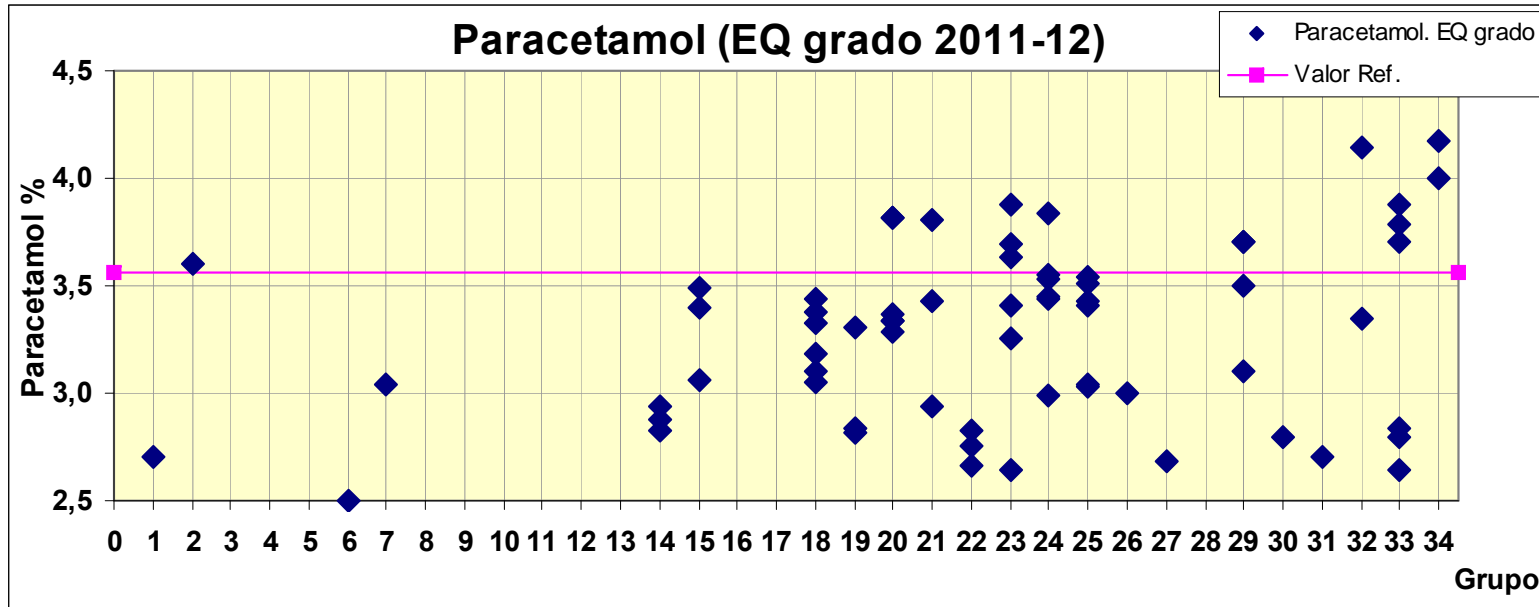


Preparado farmacéutico



Gr.	Paracetamol %		Aspirina %	
	M grupo	z score	M grupo	z score
1	2,70	-1,62	1,90	-3,69
2	3,60	0,08	3,50	-1,23
3	6,00	4,60	3,30	-1,54
4	7,85	8,09	6,67	3,65
5	7,00	6,49	4,00	-0,46
6	2,50	-2,00	3,41	-1,37
7	3,04	-0,98	3,56	-1,14
8	5,82	4,26	3,57	-1,12
9	5,68	4,00	3,49	-1,24
10	7,57	7,57	5,26	1,48
11	sin datos	10,00	sin datos	10,00
12	5,80	4,23	3,66	-0,98
13	5,92	4,45	4,01	-0,45
14	2,88	-1,28	3,35	-1,46
15	3,32	-0,46	3,93	-0,57
16	5,28	3,25	5,90	2,46
17	1,6	-3,70	2,40	-2,92
18	3,25	-0,59	4,42	0,18
19	2,99	-1,08	4,05	-0,39
20	3,50	-0,12	4,79	0,75
21	3,39	-0,31	4,64	0,53
22	2,65	-1,72	4,41	0,17
23	3,42	-0,27	4,90	0,92
24	3,47	-0,18	4,42	0,19
25	3,33	-0,44	4,46	0,24
26	3,00	-1,06	4,20	-0,15
27	2,54	-1,93	3,45	-1,30
28	1,53	-3,83	1,88	-3,72
29	3,50	-0,11	4,48	0,27
30	2,80	-1,43	4,28	-0,03
31	2,70	-1,62	3,60	-1,08
32	4,23	1,27	4,94	0,98
33	3,27	-0,54	4,39	0,13
34	4,31	1,42	5,26	1,48
Media=	3,39		4,13	
Sd=	0,80		0,73	
Sd%=	23,5		17,7	
V. Ref.=	3,56		4,30	
Sd sig.=	0,53		0,65	
Sd sig%=	15		15	

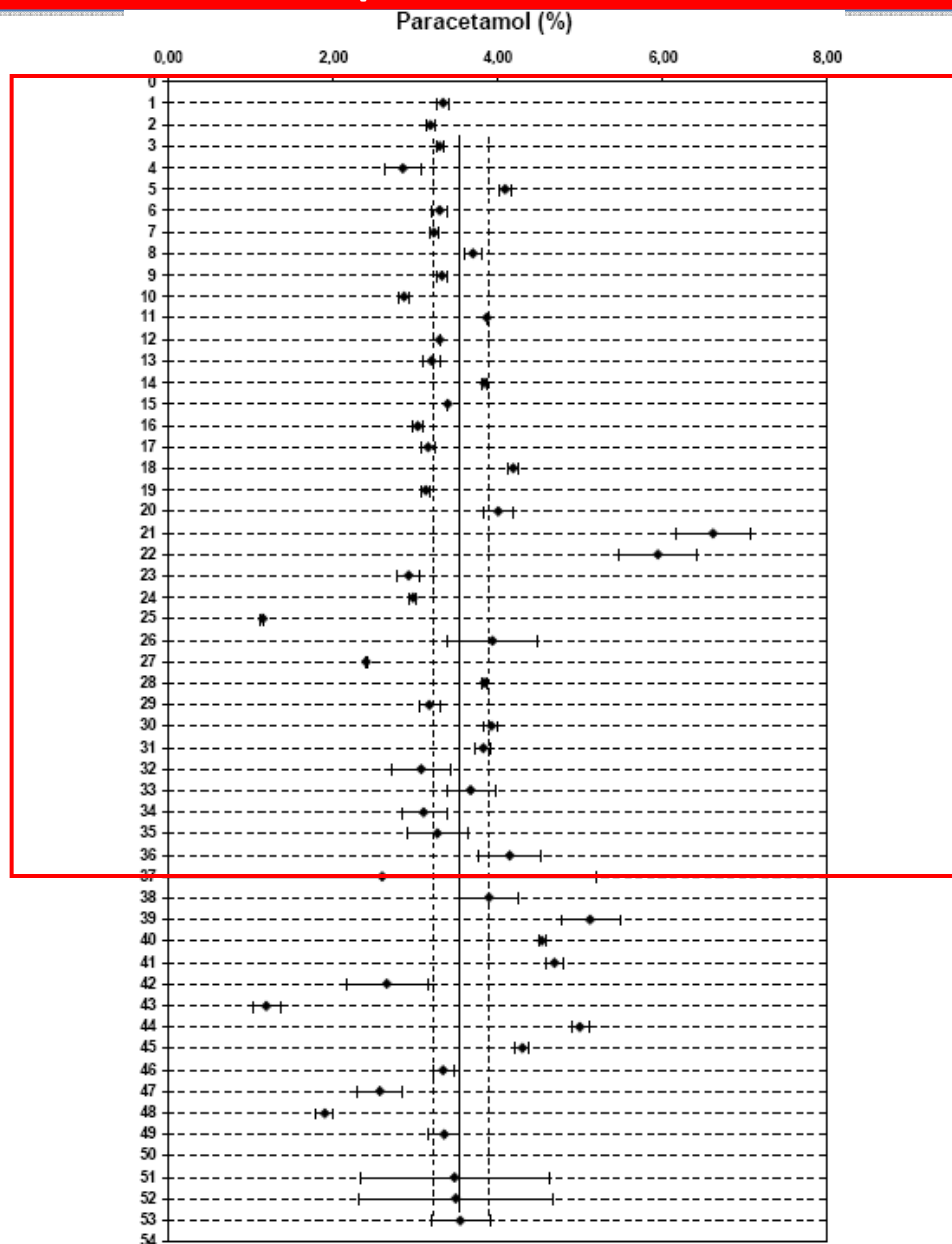
Determinación de paracetamol



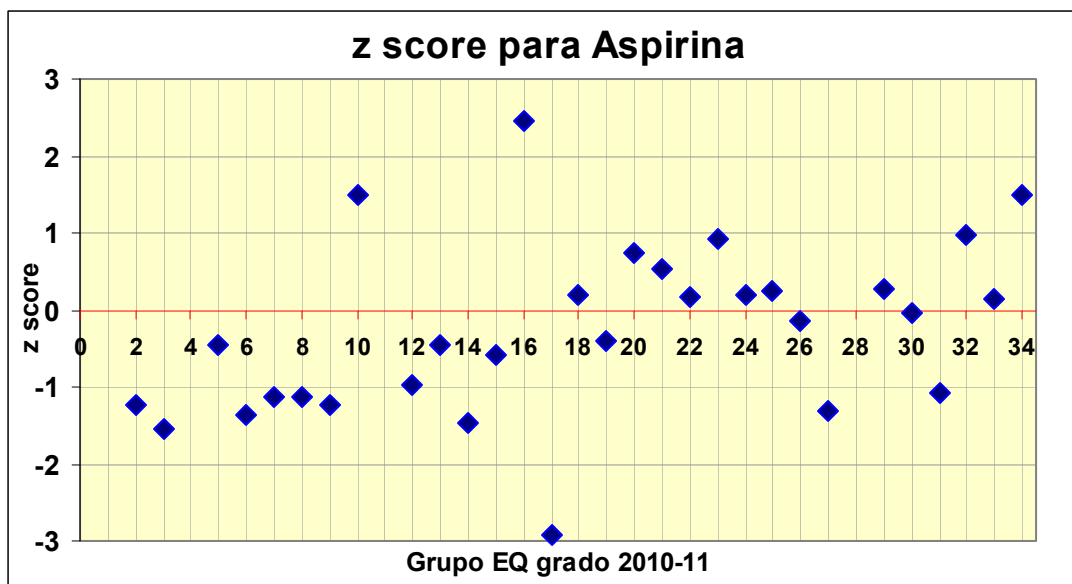
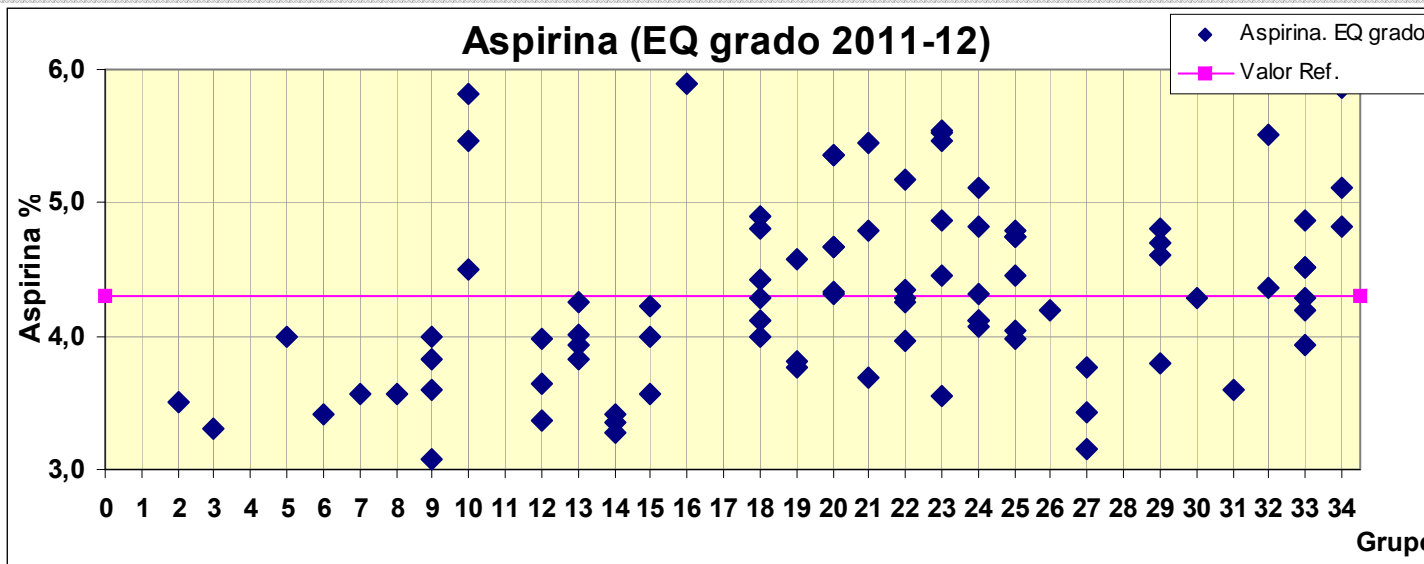
Determinación de paracetamol. Interlaboratorios



**EQ grado
UCM**



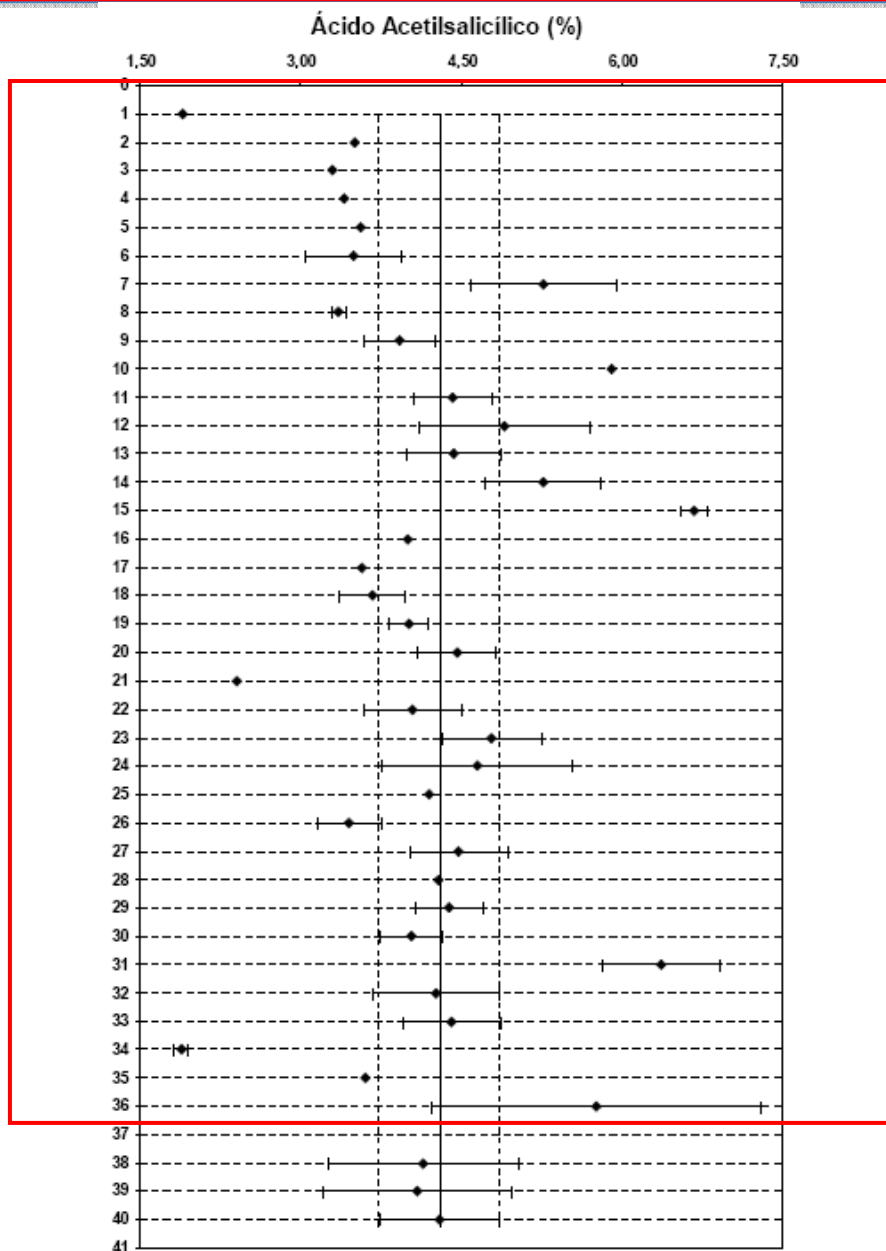
Determinación de ácido acetilsalicílico



Determinación de ácido acetilsalicílico. Interlaboratorios



**EQ grado
UCM**

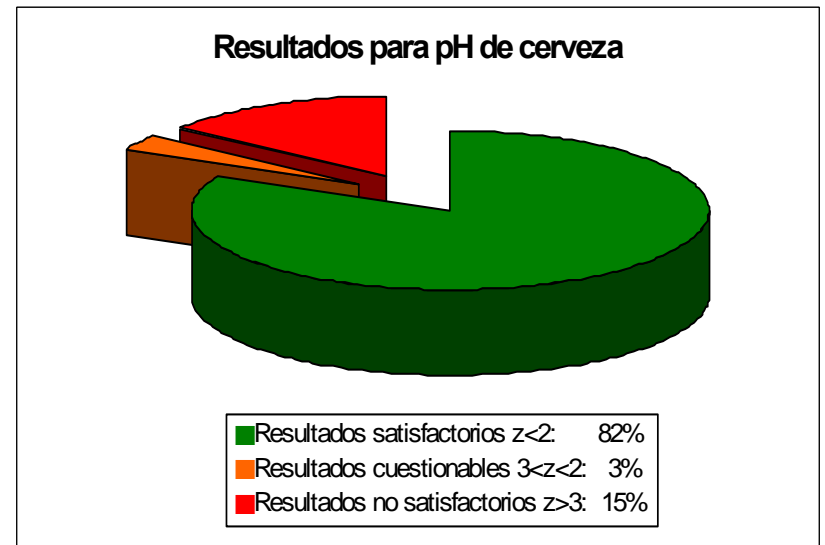
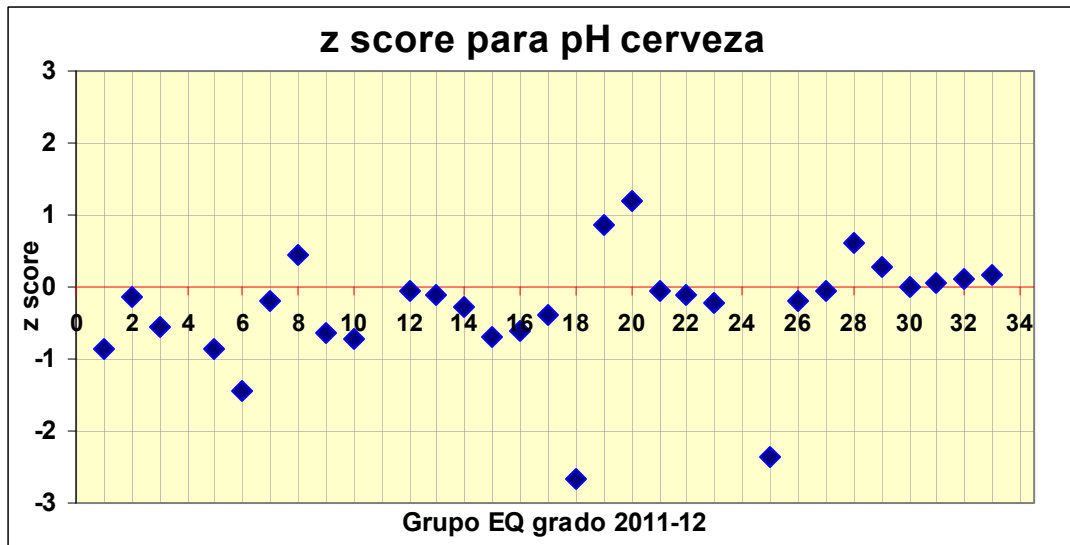
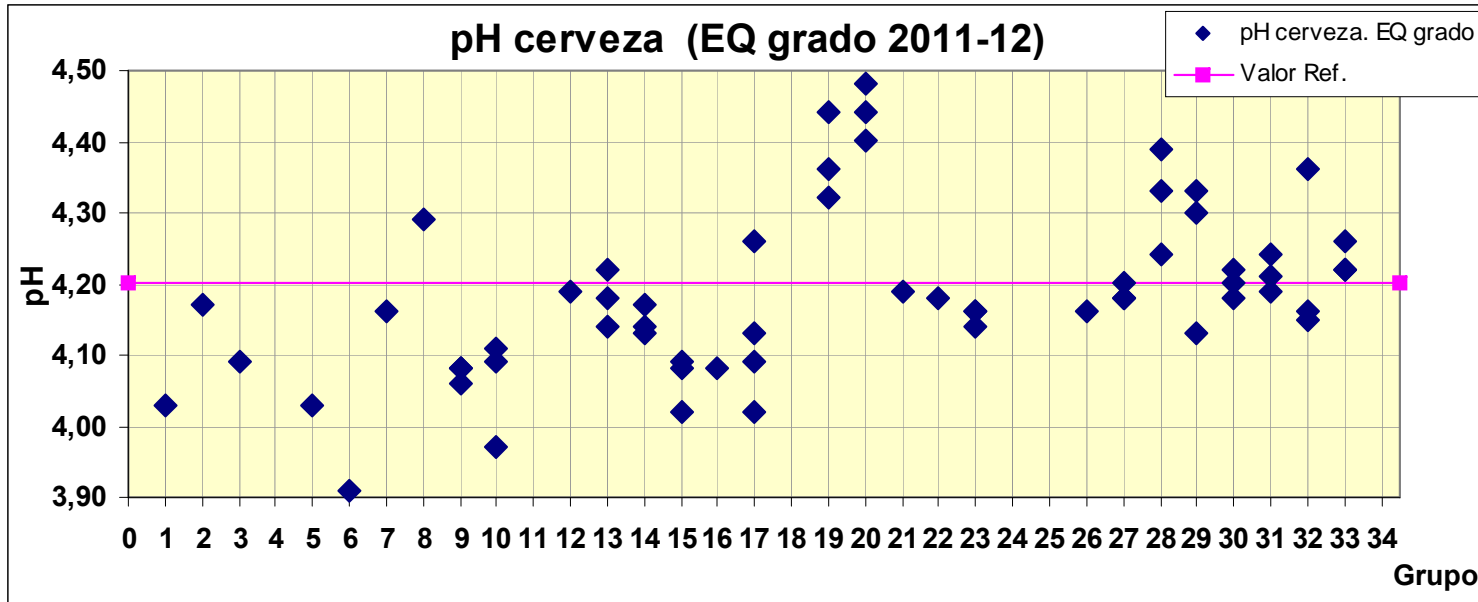


Cerveza



Gr.	pH		Acidez % a.láctic		% EtOH (p/v)	
	M grupo	z score	M grupo	z score	M grupo	z score
1	4,03	-0,85	0.250	5,94	13.00	12,17
2	4,17	-0,15	0.250	5,94	5,60	1,67
3	4,09	-0,55	0,180	1,25	6,30	2,72
4	8.13	19,15	0.280	7,81	7.41	4,07
5	4,03	-0,85	0,160	0,00	3,68	-1,19
6	3,91	-1,45	0,190	1,88	3,67	-1,21
7	4,16	-0,20	0.260	6,56	6,12	2,45
8	4,29	0,45	0,190	1,88	5,56	1,61
9	4,07	-0,63	0,170	0,63	5,01	0,79
10	4,06	-0,72	0,153	-0,42	4,76	0,41
11	Sin datos	10,00	Sin datos	10,00	Sin datos	10,00
12	4,19	-0,05	0,200	2,50	5,93	2,16
13	4,18	-0,10	0,177	1,04	4,23	-0,37
14	4,15	-0,27	0,183	1,46	5,04	0,83
15	4,06	-0,68	0,187	1,67	4,31	-0,26
16	4,08	-0,60	0,180	1,25	4,60	0,18
17	4,13	-0,38	0,228	4,22	4,55	0,11
18	3,67	-2,66	0,177	1,08	4,78	0,45
19	4,37	0,87	0,153	-0,42	5,51	1,54
20	4,44	1,20	0,162	0,15	5,00	0,78
21	4,19	-0,05	0,196	2,25	9.79	7,52
22	4,18	-0,10	0,160	0,00	2,98	-2,24
23	4,15	-0,23	0,210	3,13	6,96	3,70
24	Sin datos	10,00	Sin datos	10,00	Sin datos	10,00
25	3,73	-2,35	0,220	3,75	5,22	1,10
26	4,16	-0,20	0,180	1,25	4,22	-0,39
27	4,19	-0,07	0,160	0,00	6,50	3,01
28	4,32	0,60	0,156	-0,25	4,33	-0,22
29	4,25	0,27	0,173	0,83	4,67	0,28
30	4,20	0,00	0,167	0,42	12.75	11,81
31	4,21	0,07	0,131	-1,83	2,99	-2,22
32	4,22	0,12	0,112	-3,03	5,59	1,65
33	4,23	0,17	0,163	0,21	5,20	1,08
34	8.24	19,70	0,153	-0,42	4,47	-0,01
Media=	4,14		0,174		4,92	
Sd =	0,16		0,02		0,98	
Sd% =	3,86		14,2		19,8	
V. Ref.=	4,20		0,160		4,48	
Sd a sig.=	0,20		0,016		0,67	
Sd a sig% =	5		10		15	

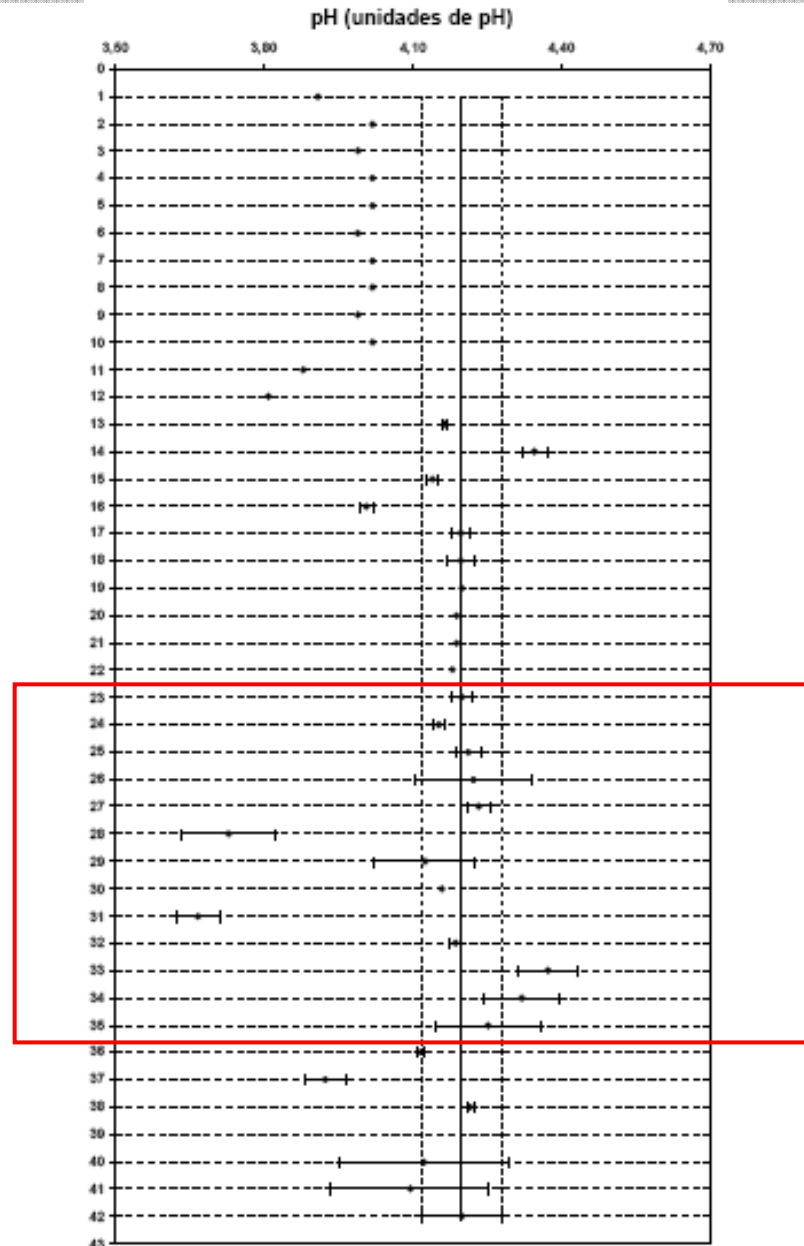
Determinación del pH de la cerveza



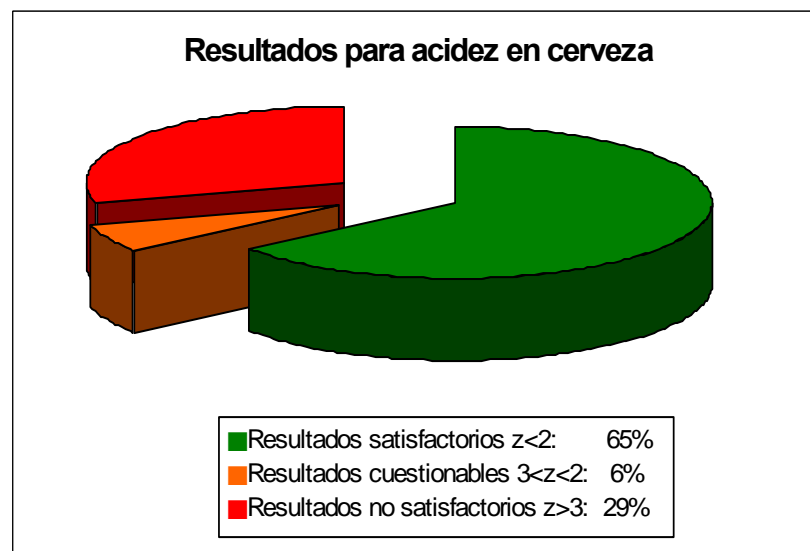
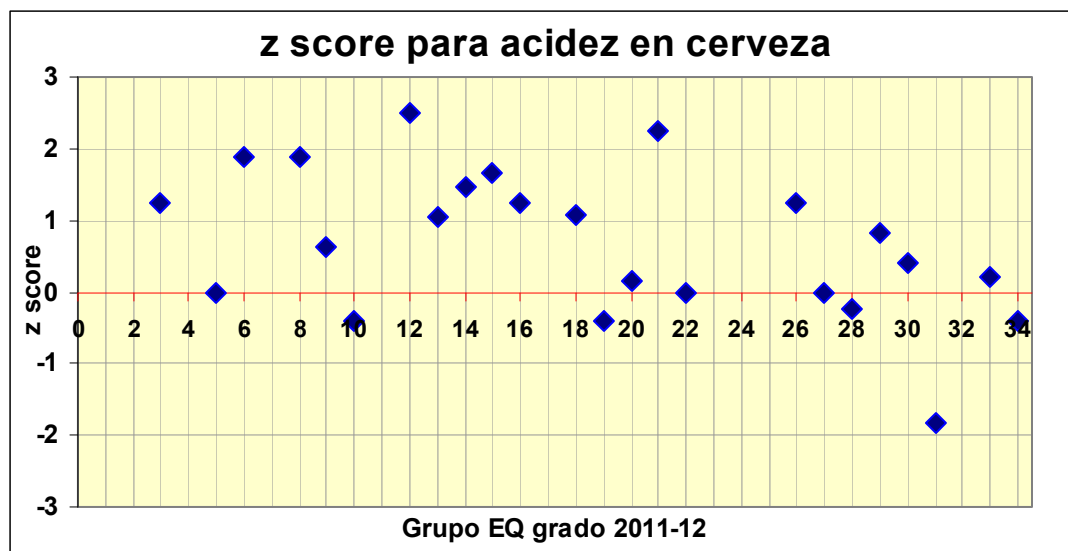
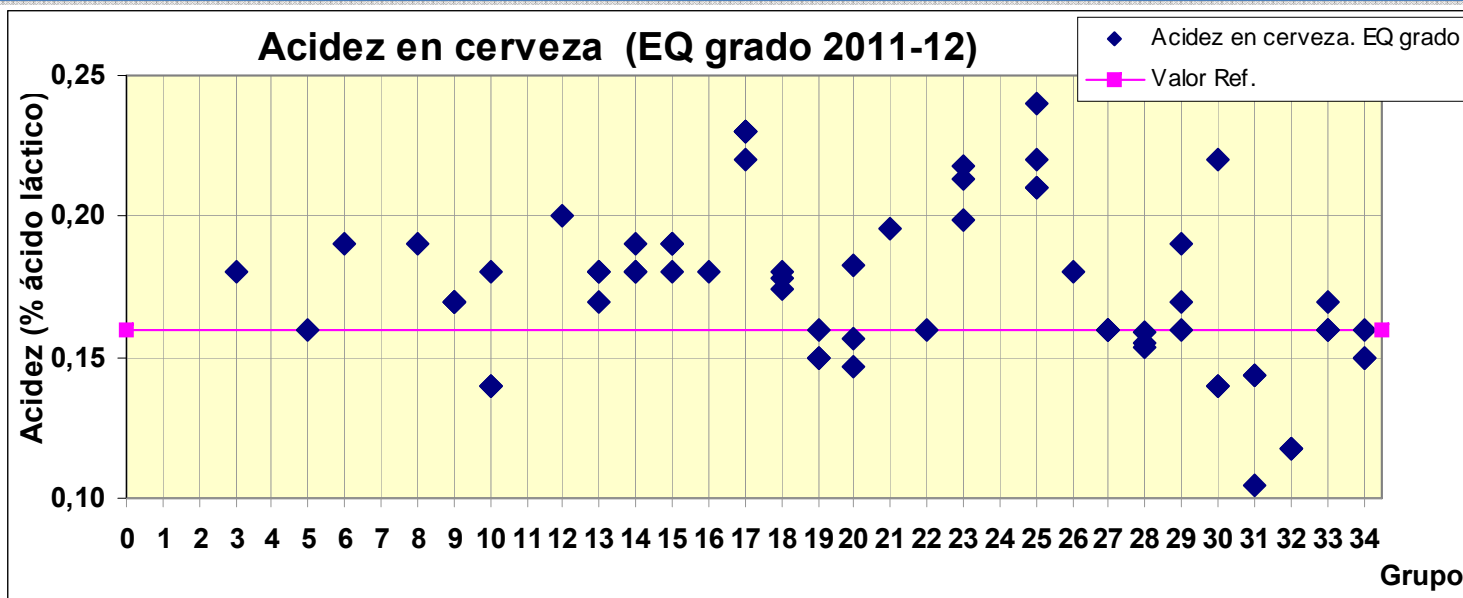
Determinación del pH de la cerveza. Interlaboratorios



**EQ grado
UCM**



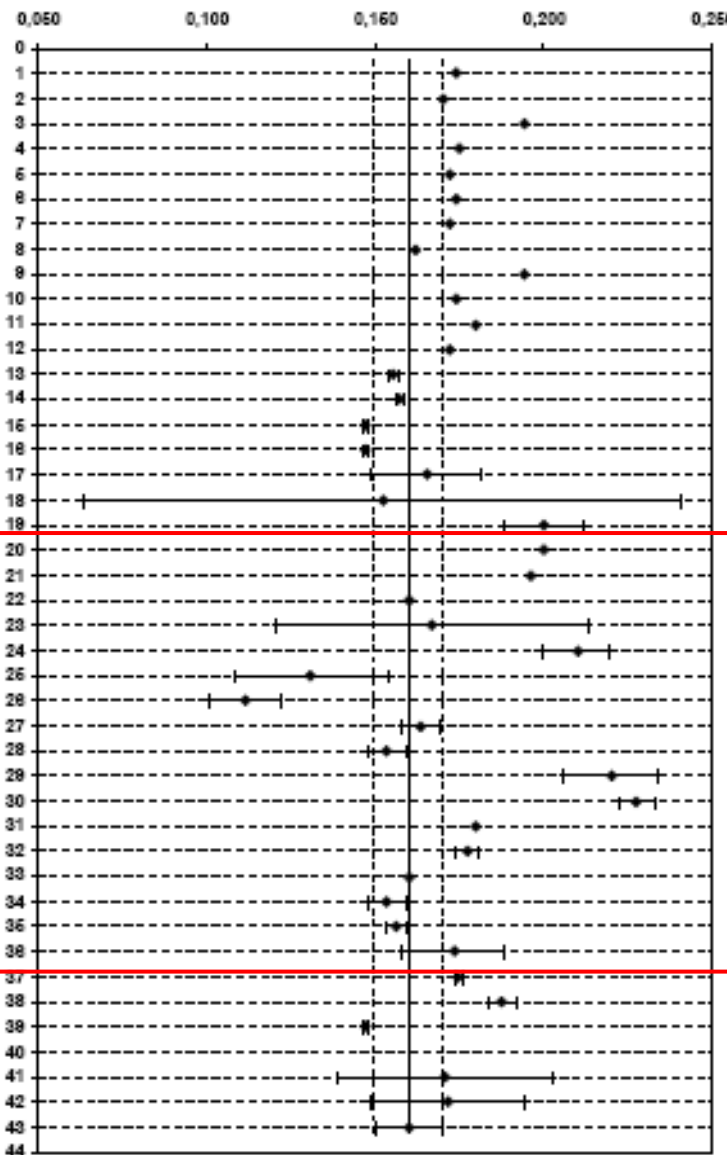
Determinación de acidez de la cerveza



Determinación de acidez de la cerveza. Interlaboratorios

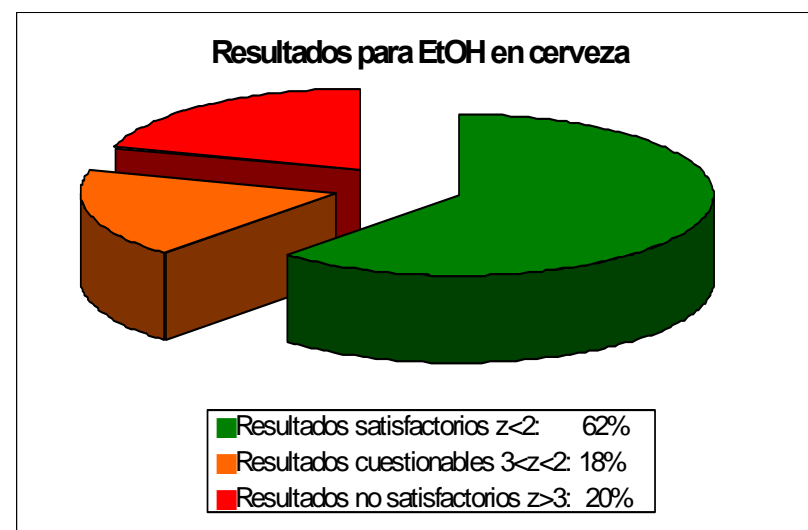
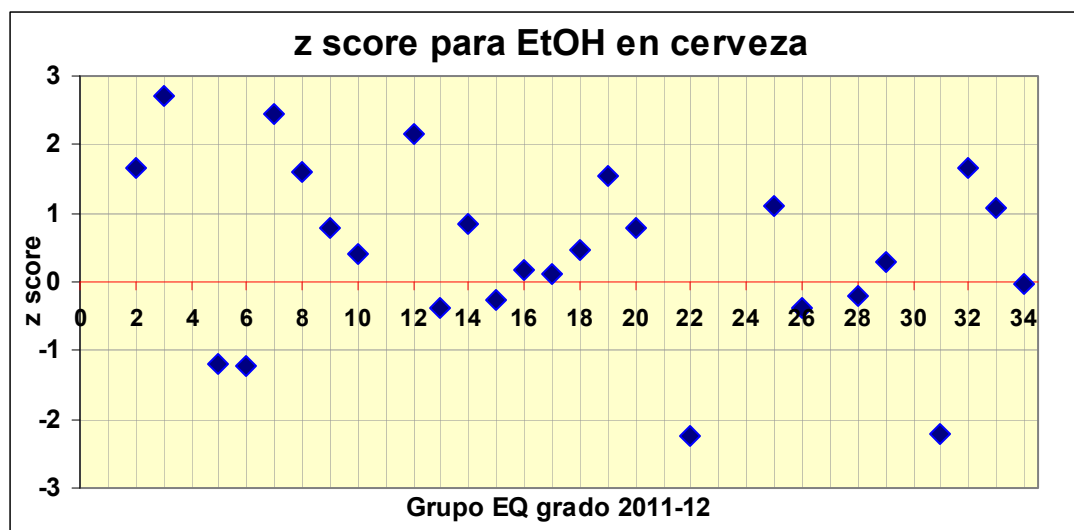
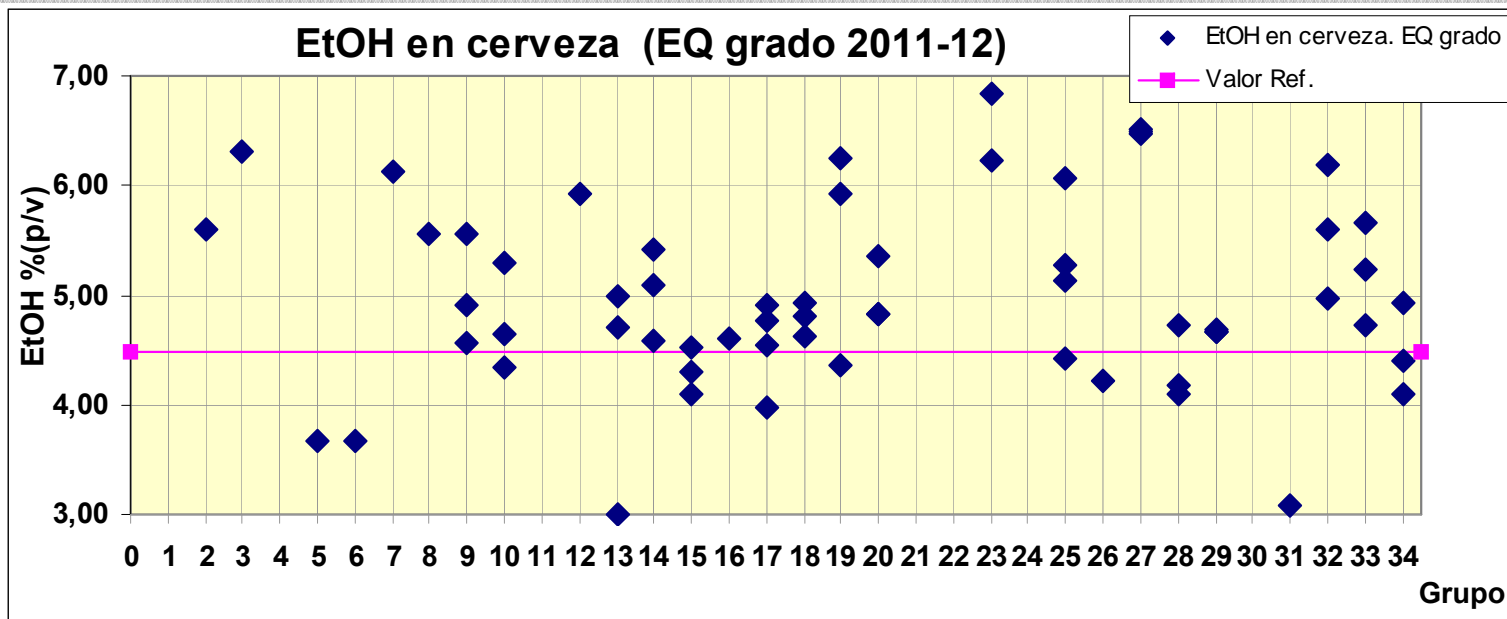


Acidez Total (% ácido láctico)



**EQ grado
UCM**

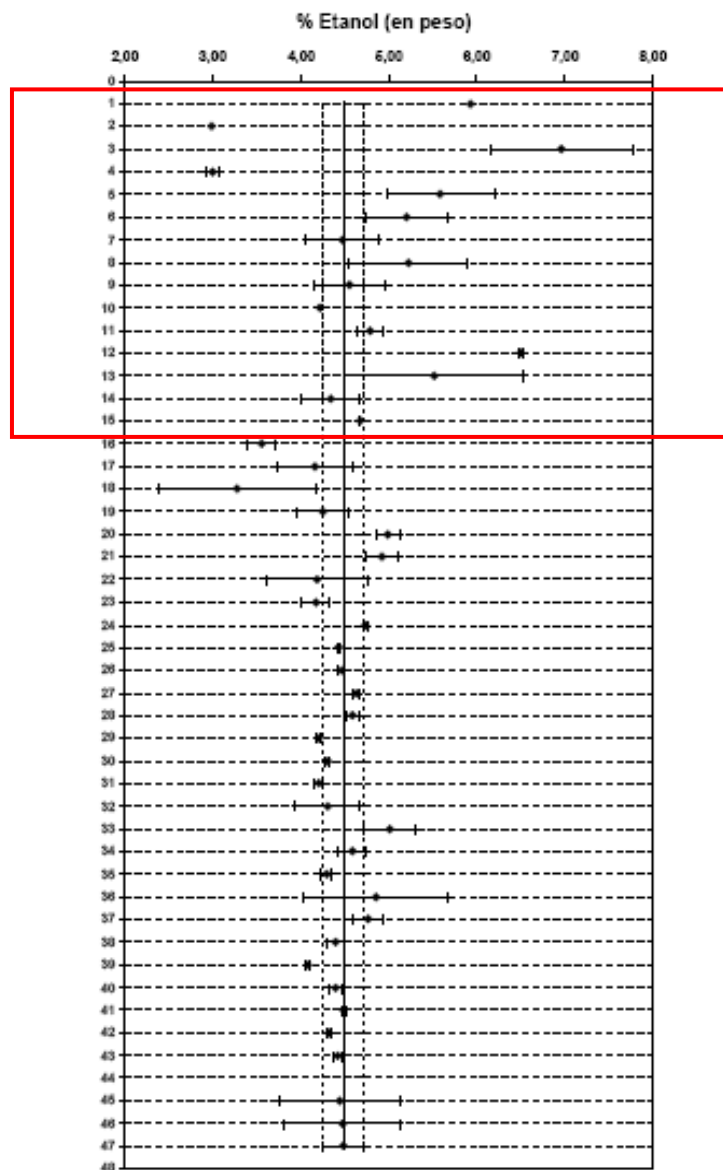
Determinación de etanol en cerveza



Determinación de etanol en cerveza. Interlaboratorios



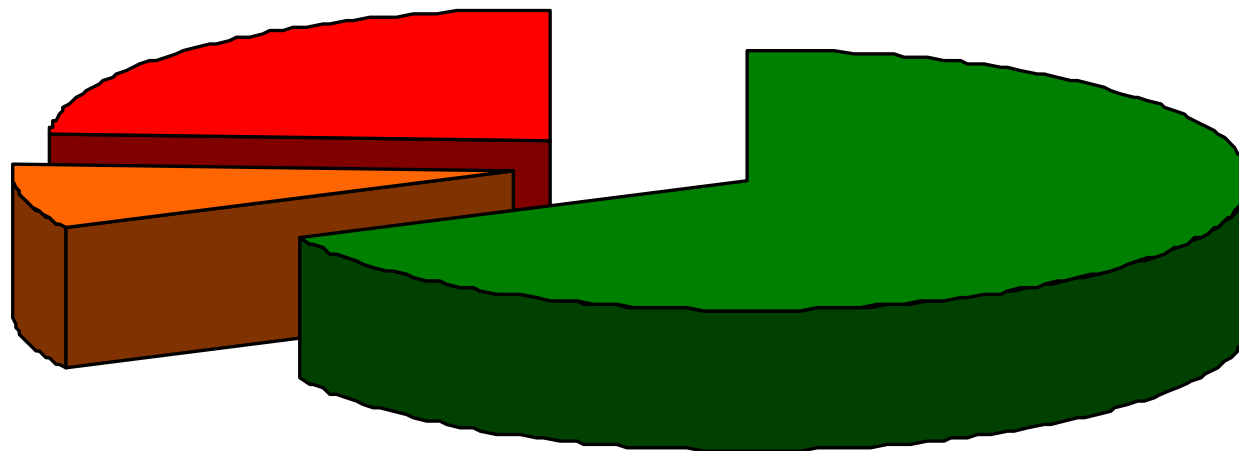
**EQ grado
UCM**



Resultados globales por asignaturas



Resultados globales Asignatura: Experimentación en Química (3º curso del grado en Química)



■ Resultados satisfactorios $z < 2$:	68%
■ Resultados cuestionables $3 < z < 2$:	8%
■ Resultados no satisfactorios $z > 3$:	24%