



Universidad
Complutense
Madrid

Proyecto de Innovación Educativa

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

Resultados del segundo semestre.

Curso 2013-2014

Asignatura: Exp. en Química Analítica.

3º curso Grado en Química

Introducción y Objetivos



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

Introducción y Objetivos



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.

Introducción y Objetivos



Control de un laboratorio analítico. Ejercicios de intercomparación.

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

- **Caracteriza la incertidumbre** de cada laboratorio en el ejercicio.
- Se calcula a partir de la fórmula:

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

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

μ : valor de referencia asignado.

s (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.

Introducción y Objetivos



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, **menos de dos veces** la desviación estándar de reproducibilidad.

Permite establecer un **índice de calidad (capacidad técnica)** de un laboratorio a partir de los resultados del índice z medio o acumulado a lo largo de sucesivos ejercicios en los diferentes parámetros que forman parte del ejercicio de intercomparación.

ENSAYOS



● Muestra de un preparado farmacéutico analgésico (Cerebrino Mandri)

Analitos: ***Paracetamol***. Método: HPLC/UV

Ácido acetilsalicílico. Método: HPLC/UV

● Muestra de cerveza (Carrefour)

Analitos: ***pH***. Método: Potenciometría

Acidez (ac. láctico). Método: Valoración potenciométrica

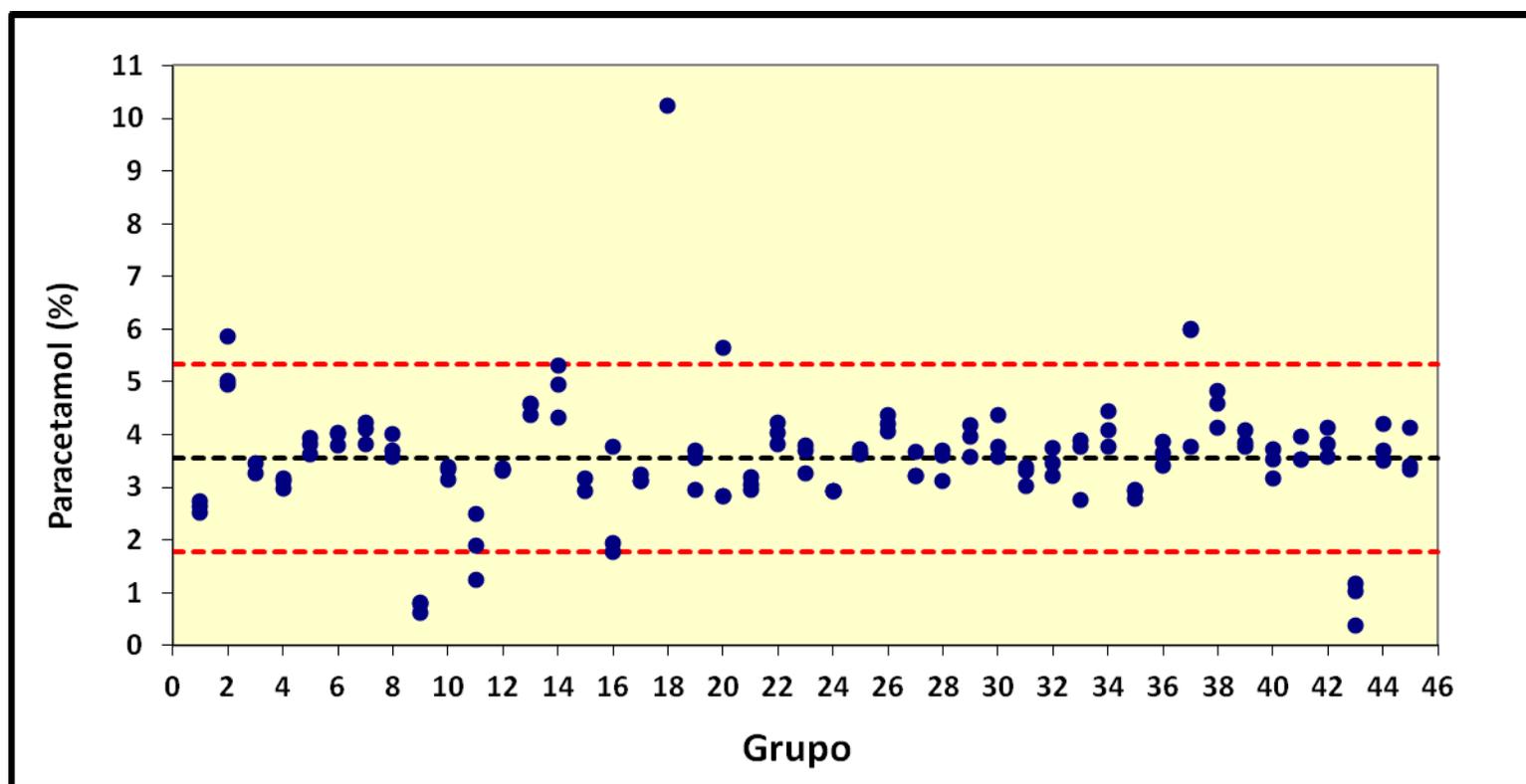
Etanol. Método: Cromatografía de gases (HS-GC-FID)

Determinación de paracetamol



	Paracetamol (%)
Valor de referencia	3.56
SD asignada	0.54
CV (%)	15

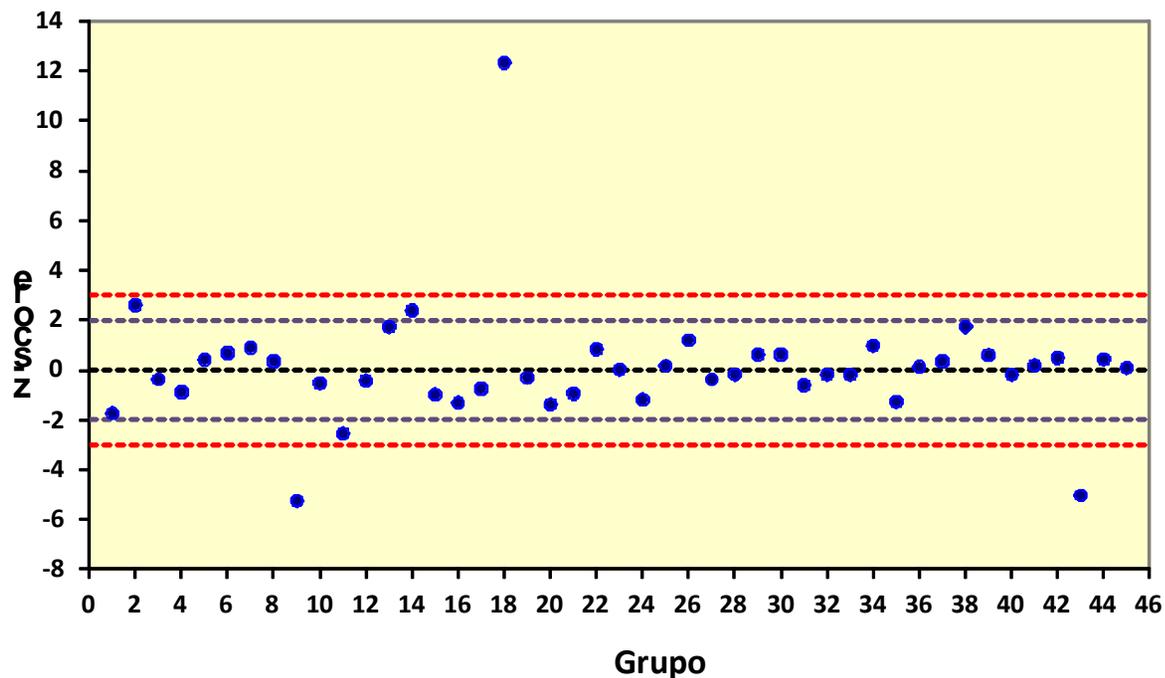
Criterio para datos discrepantes: Diferencia con el valor de referencia **mayor del 50%**



Determinación de paracetamol

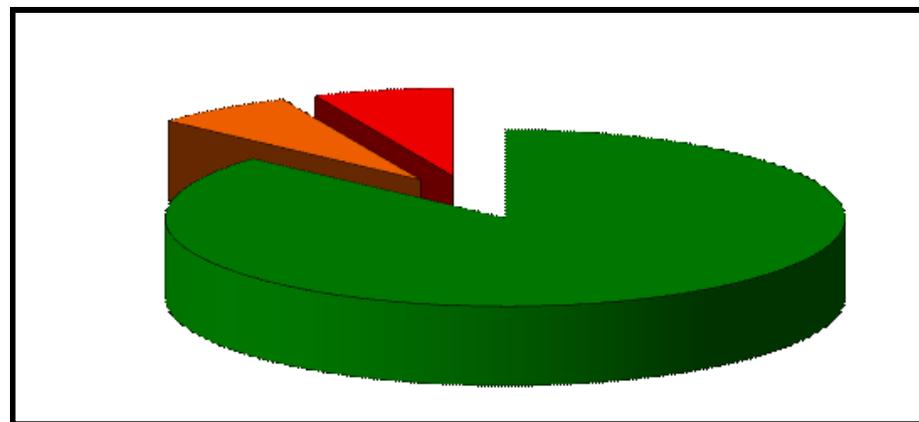


z-score. *Paracetamol* en el preparado farmacéutico



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

- Resultados satisfactorios ($|z| \leq 2$): 86%
- Resultados cuestionables ($2 < |z| < 3$): 7%
- Resultados no satisfactorios ($|z| \geq 3$): 7%

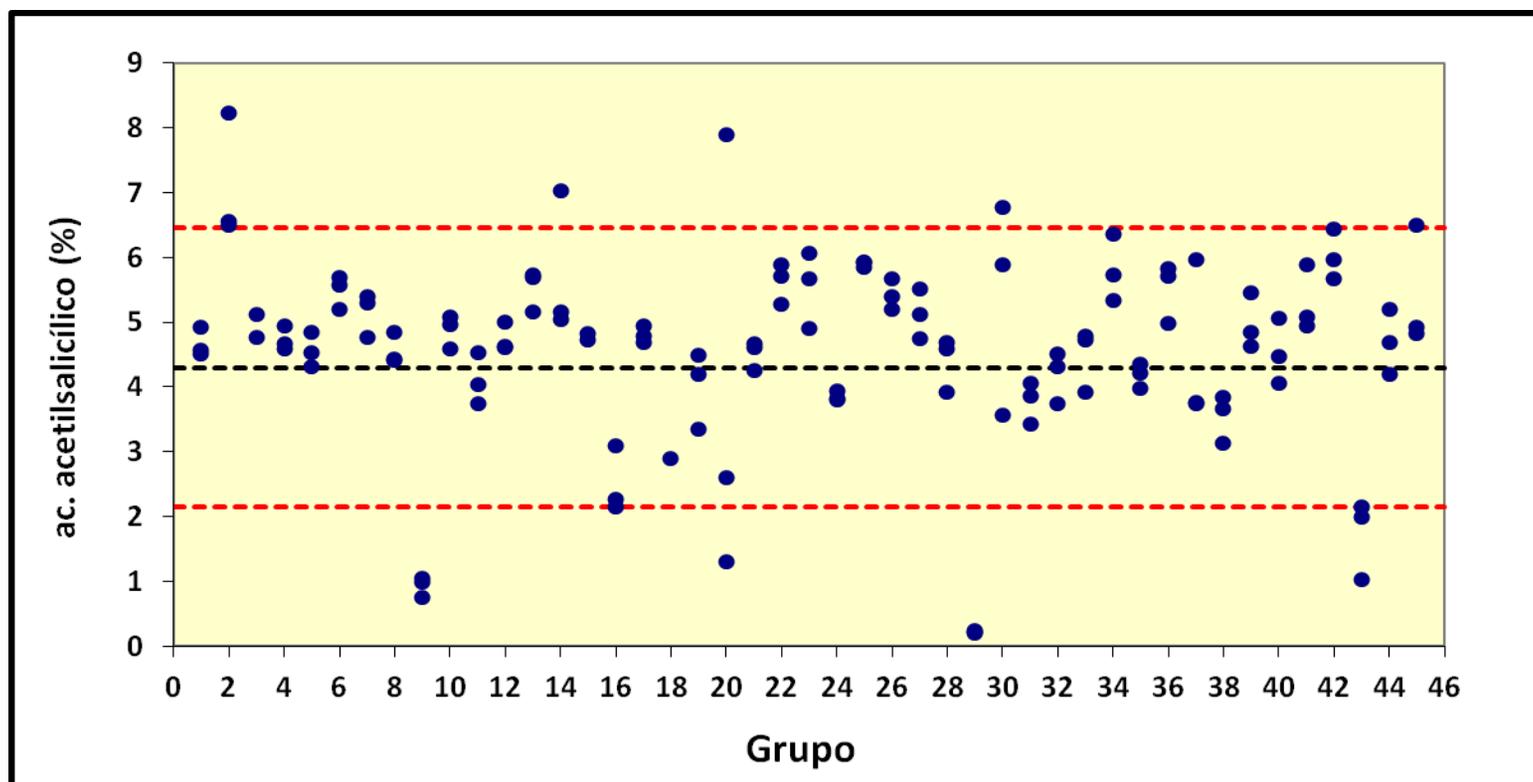


Determinación de **ácido acetilsalicílico**

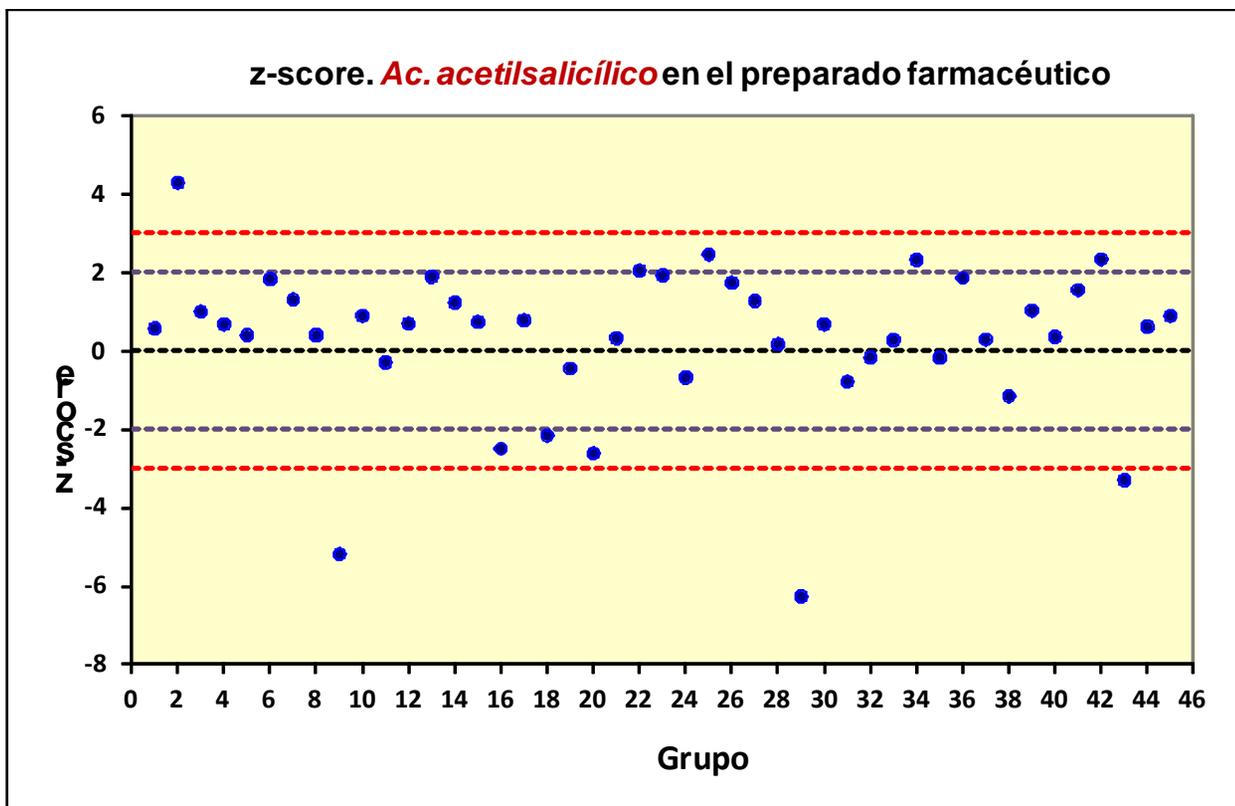


	ac. acetilsalicílico (%)
Valor de referencia	4.30
SD asignada	0.65
CV (%)	15

Criterio para datos discrepantes: Diferencia con el valor de referencia **mayor del 50%**

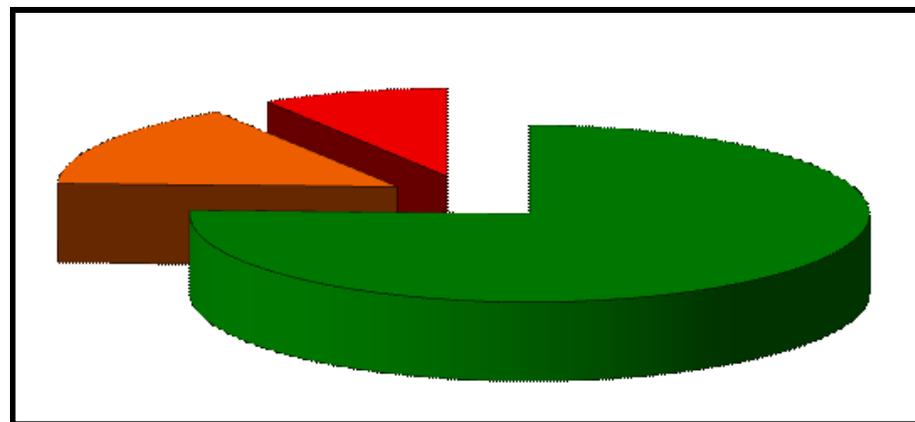


Determinación de ácido acetilsalicílico



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

■ Resultados satisfactorios ($ z = 2$):	75%
■ Resultados cuestionables ($3 > z > 2$):	16%
■ Resultados no satisfactorios ($ z = 3$):	9%

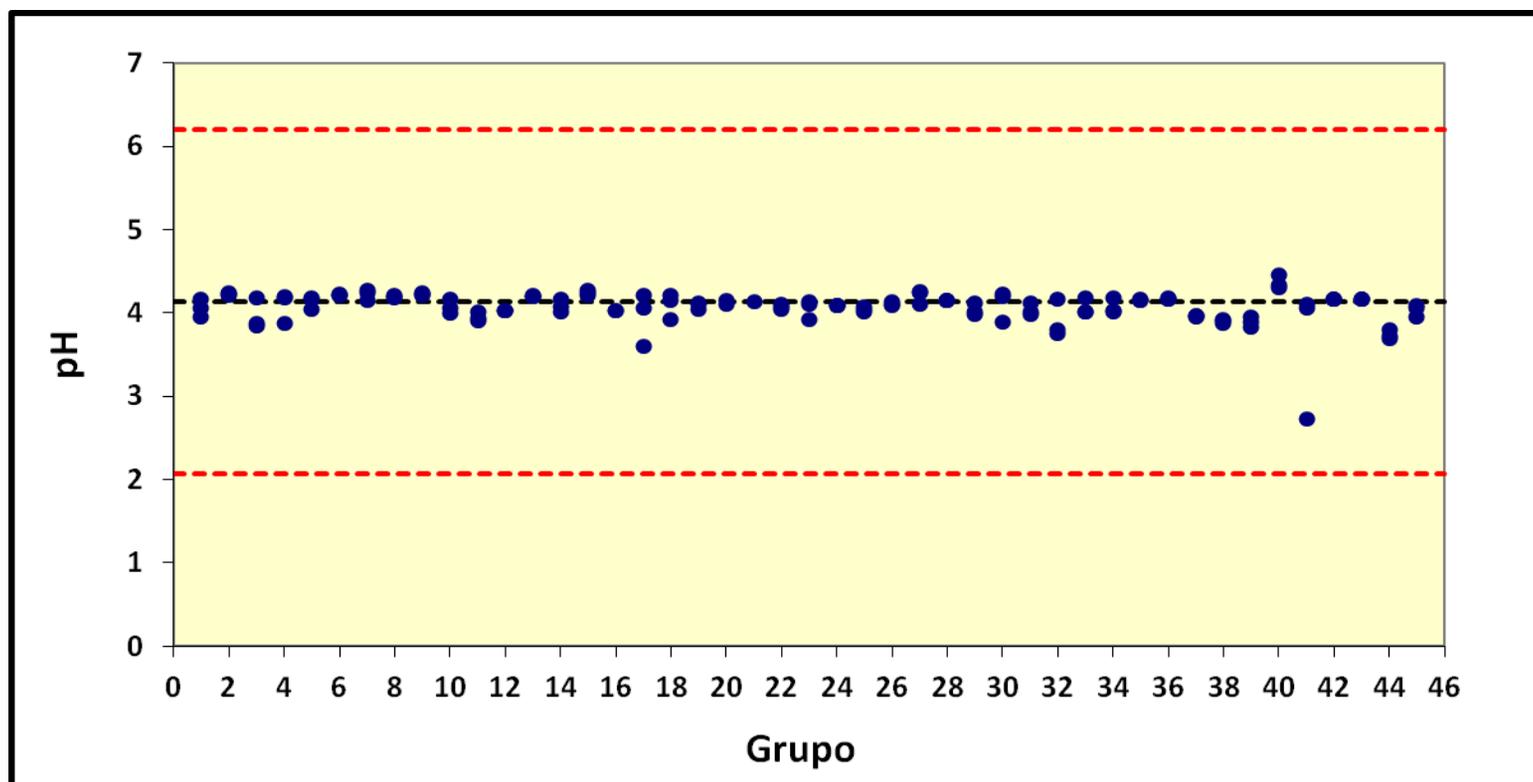


Determinación del pH en la cerveza

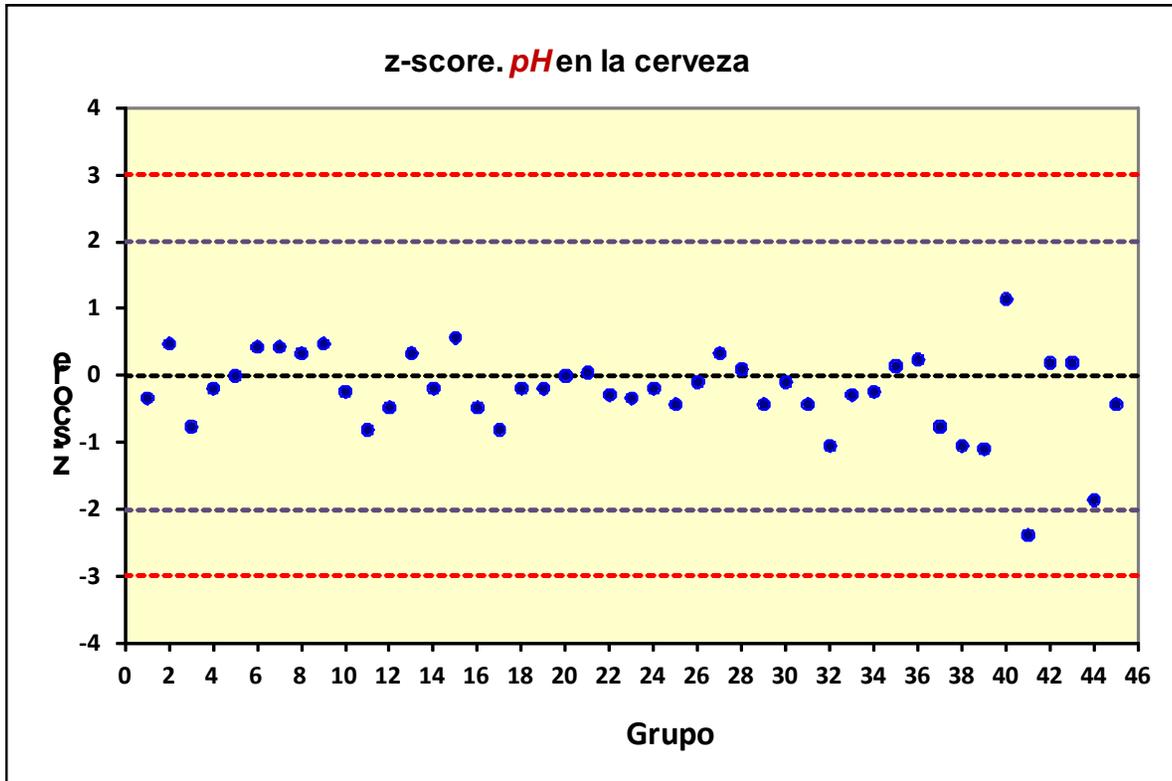


	pH
Valor de referencia	4.13
SD asignada	0.2

Criterio para datos discrepantes: Diferencia con el valor de referencia **mayor del 50%**

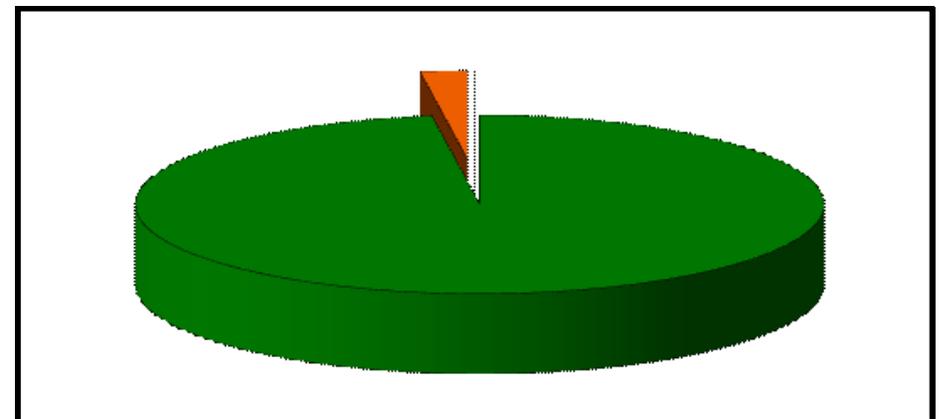


Determinación del pH en la cerveza



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

■ Resultados satisfactorios ($ z \leq 2$):	98%
■ Resultados cuestionables ($2 < z < 3$):	2%
■ Resultados no satisfactorios ($ z \geq 3$):	0%

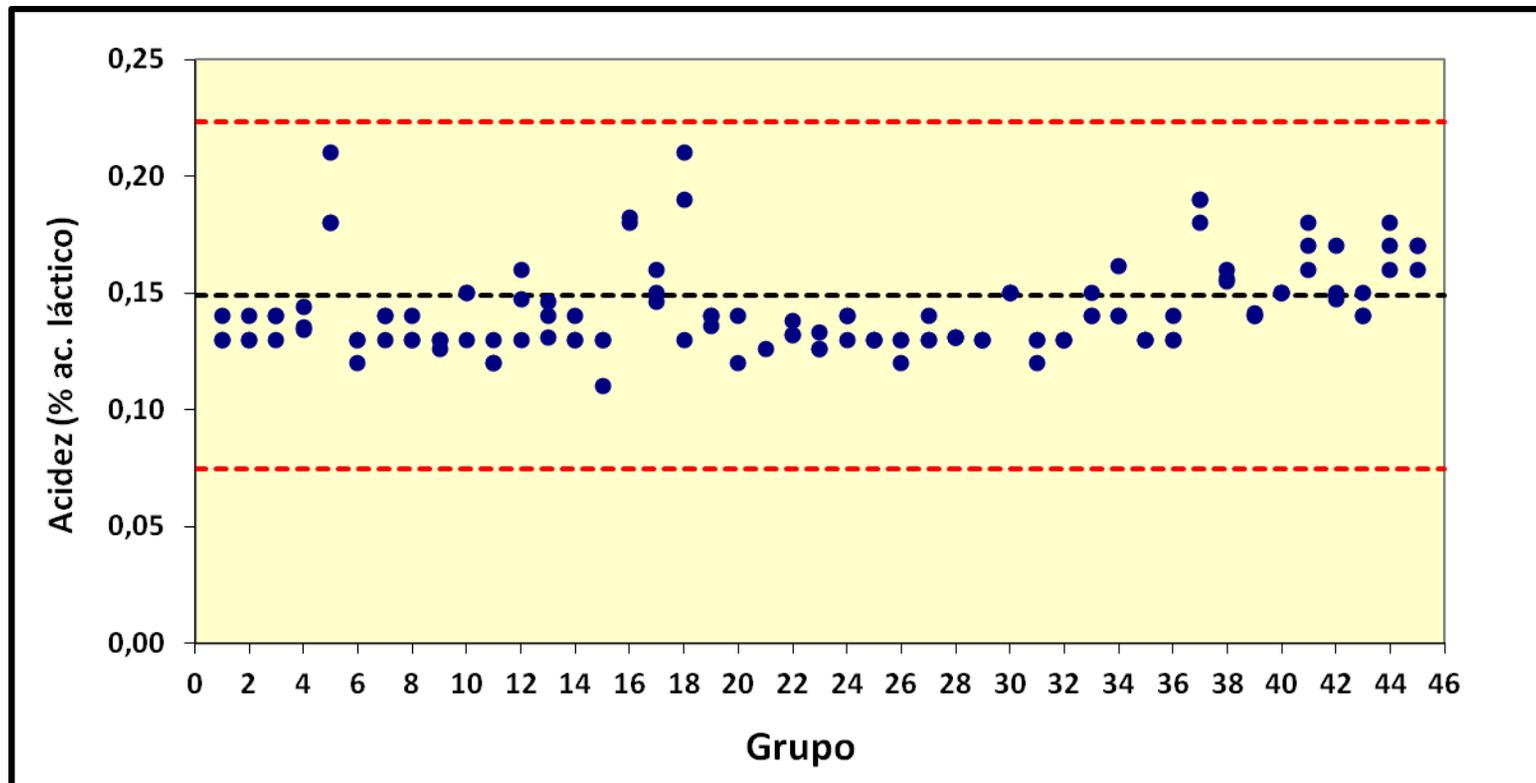


Determinación de la **acidez (ac. láctico)** de la cerveza

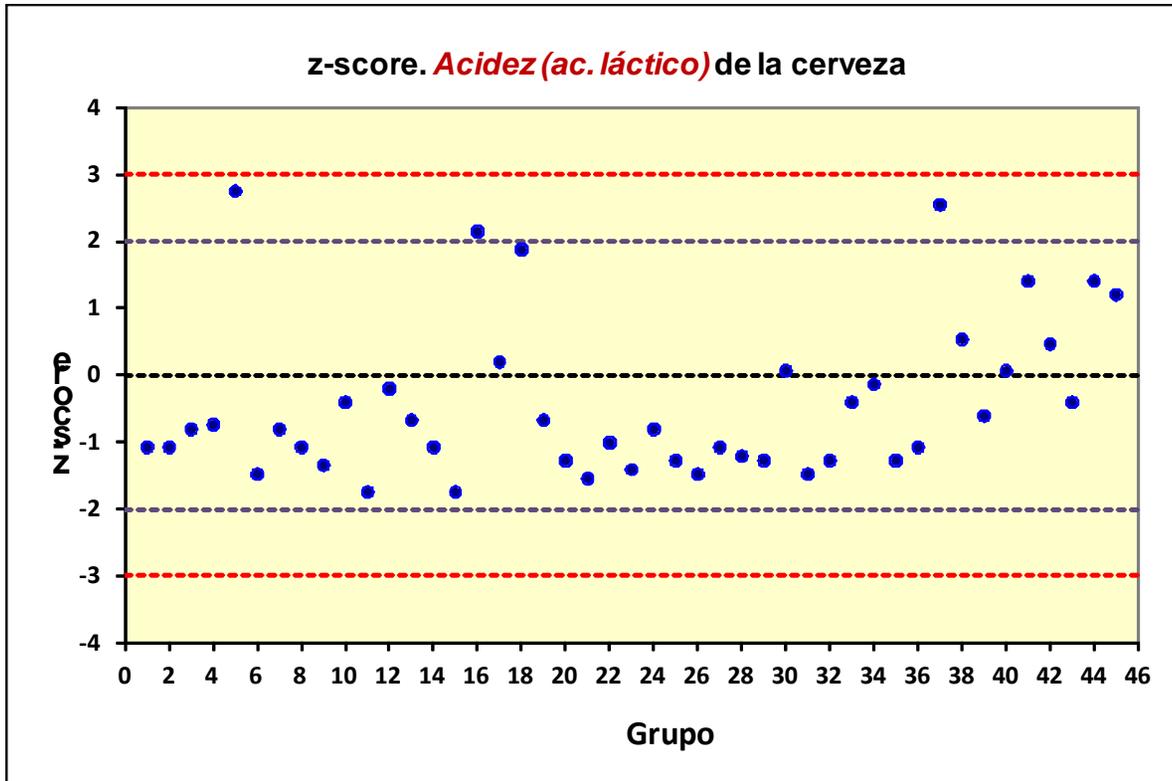


	Acidez (% ac. láctico)
Valor de referencia	0.149
SD asignada	0.015
CV (%)	10

Criterio para datos discrepantes: Diferencia con el valor de referencia **mayor del 50%**

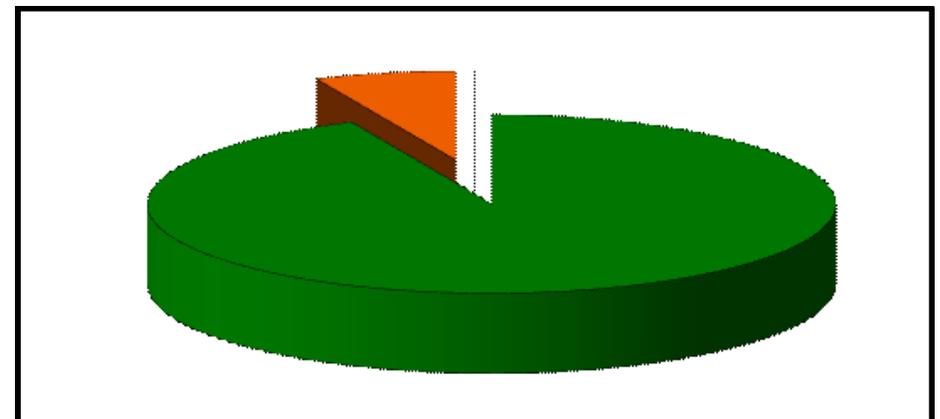


Determinación de la **acidez (ac. láctico)** de la cerveza



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

■ Resultados satisfactorios ($ z \leq 2$):	93%
■ Resultados cuestionables ($2 < z < 3$):	7%
■ Resultados no satisfactorios ($ z \geq 3$):	0%

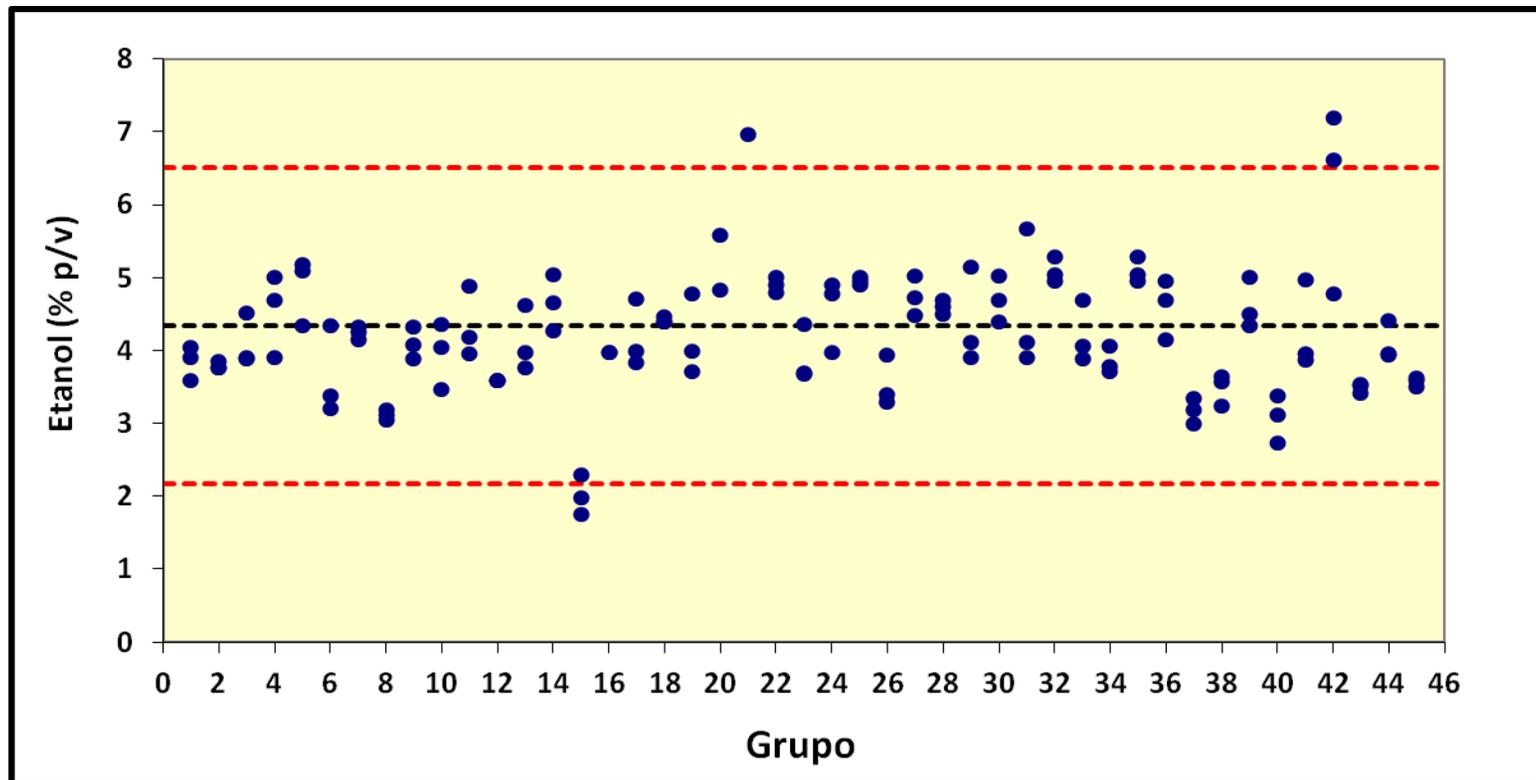


Determinación del **etanol** en la cerveza

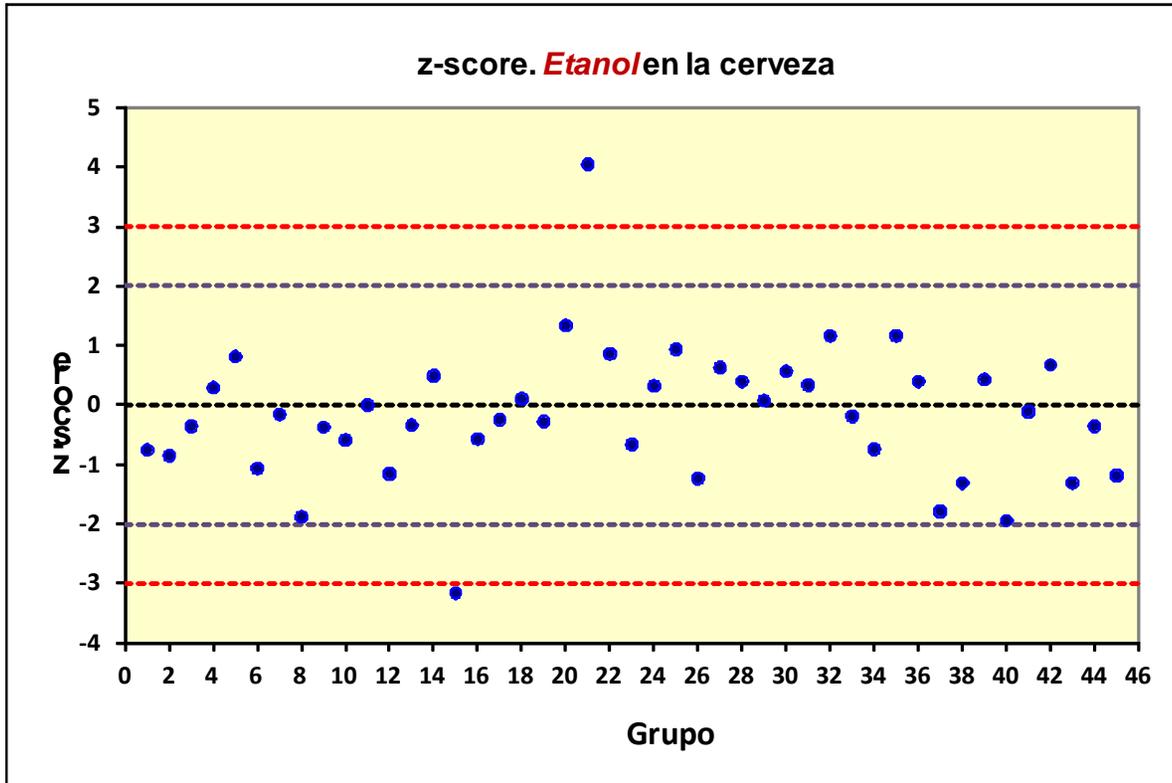


	Etanol (% p/v)
Valor Referencia	4.34
SD asignada	0.65
CV (%)	15

Criterio para datos discrepantes: Diferencia con el valor de referencia **mayor del 50%**

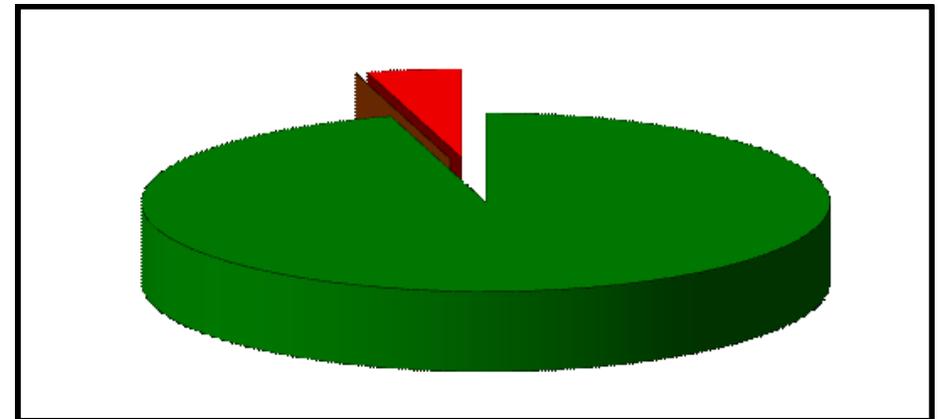


Determinación del **etanol** en la cerveza



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

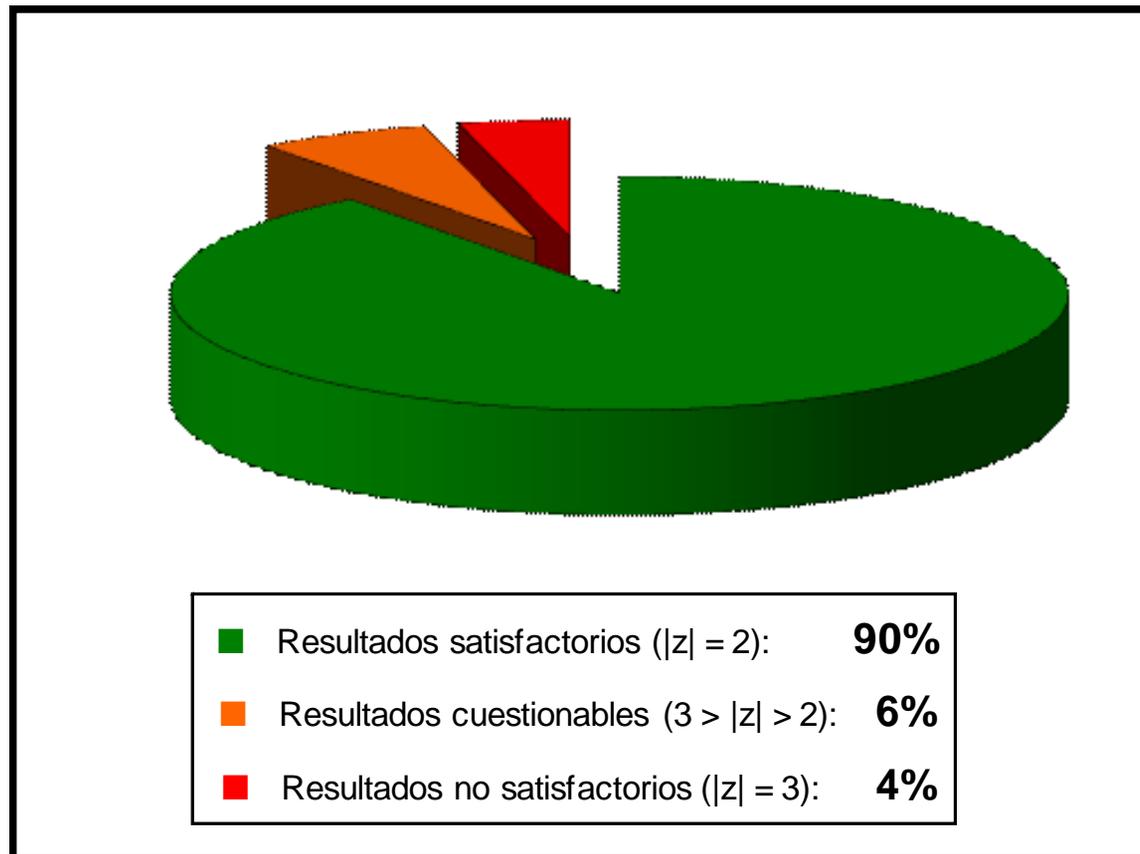
- | | |
|---|------------|
| ■ Resultados satisfactorios ($ z = 2$): | 96% |
| ■ Resultados cuestionables ($3 > z > 2$): | 0% |
| ■ Resultados no satisfactorios ($ z = 3$): | 4% |



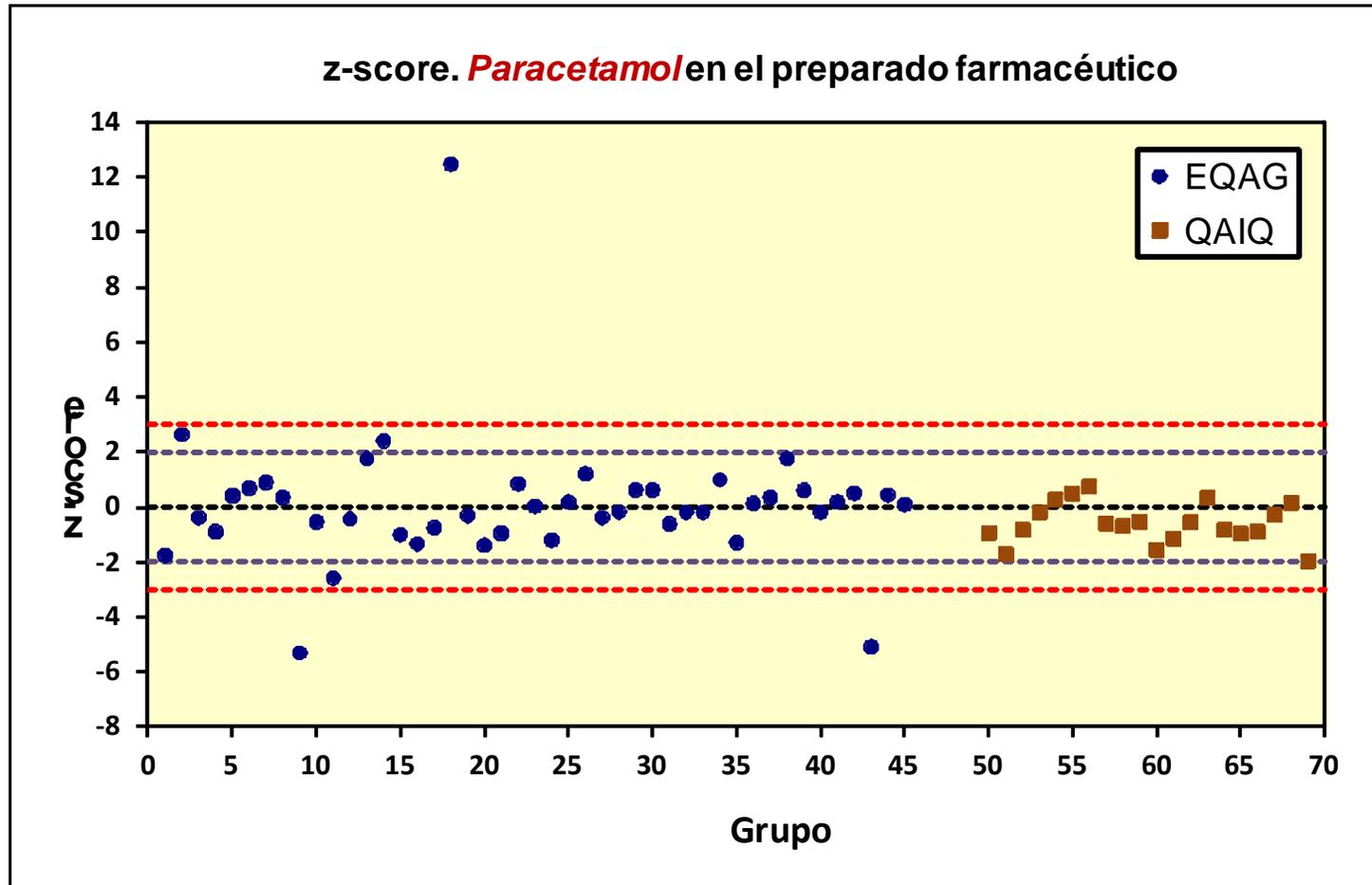
Resultados globales



z-score



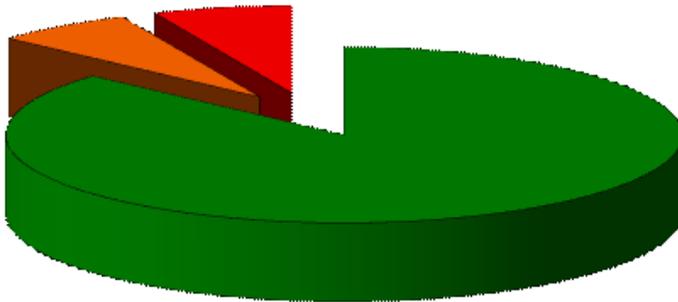
Determinación de **paracetamol**. *Interlaboratorios*





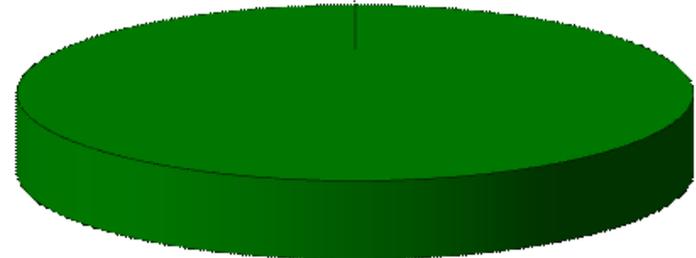
z-score

EQAG



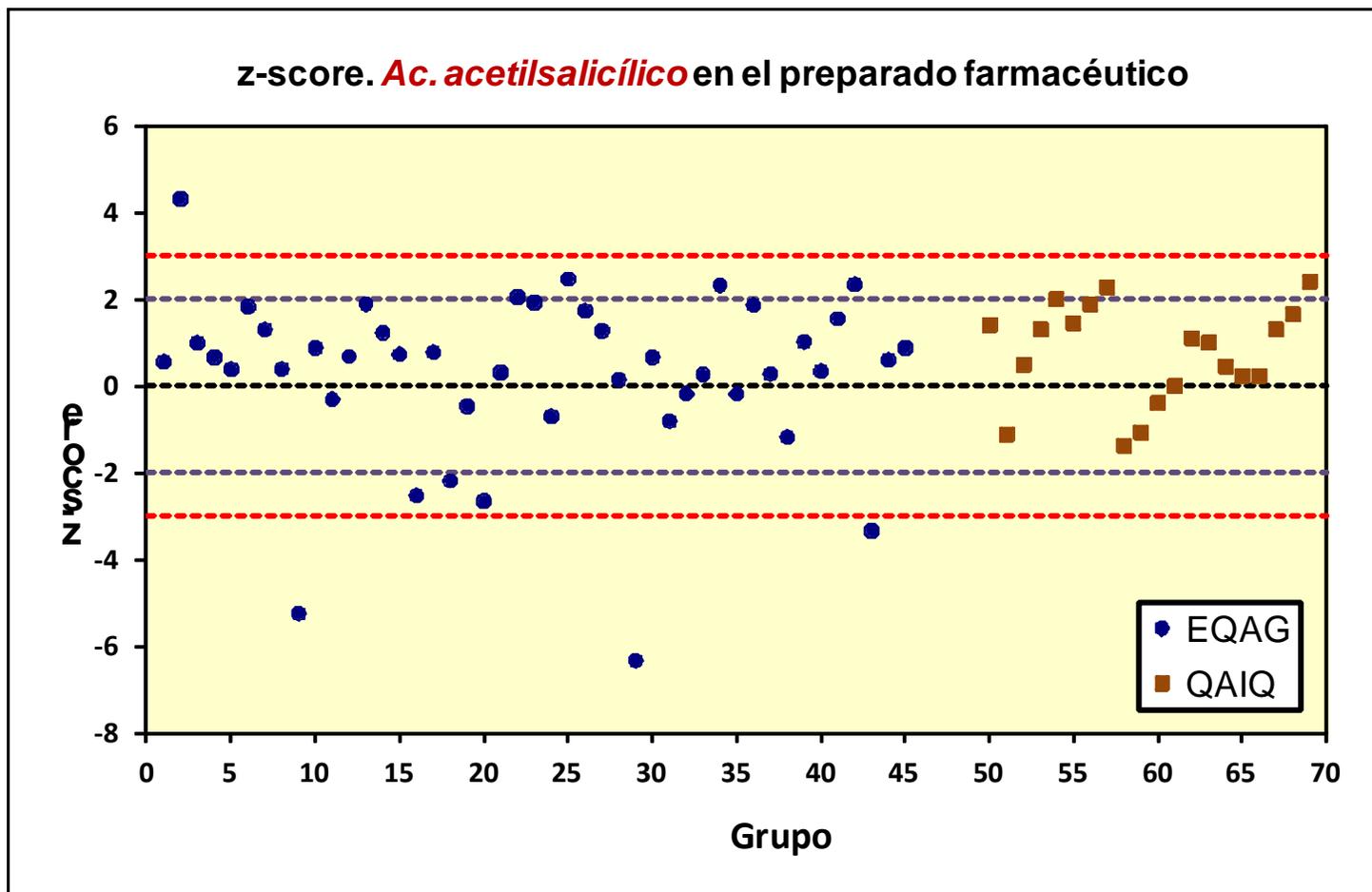
■ Resultados satisfactorios ($ z = 2$):	86%
■ Resultados cuestionables ($3 > z > 2$):	7%
■ Resultados no satisfactorios ($ z = 3$):	7%

QAIQ



■ Resultados satisfactorios ($ z = 2$):	100%
■ Resultados cuestionables ($3 > z > 2$):	0%
■ Resultados no satisfactorios ($ z = 3$):	0%

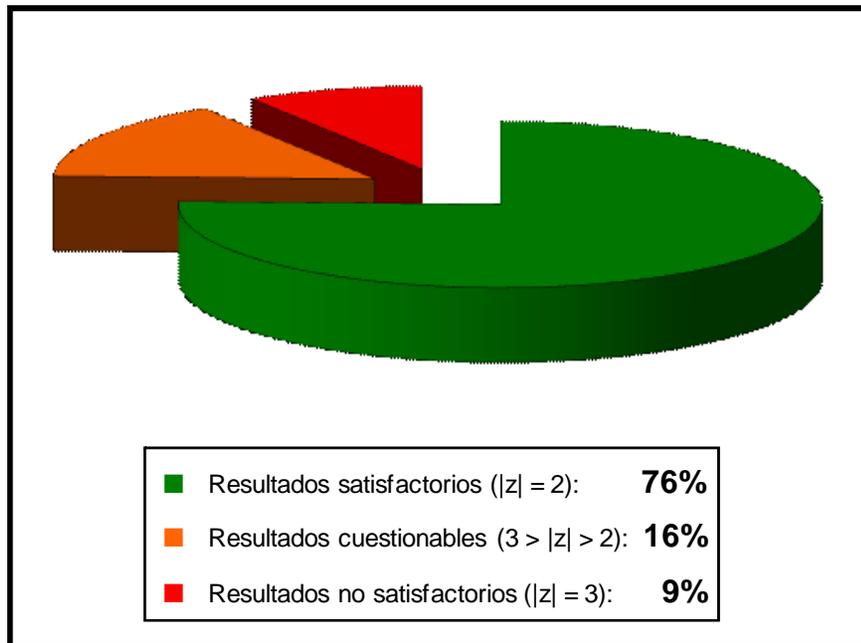
Determinación de **ac. acetilsalicílico**. *Interlaboratorios*



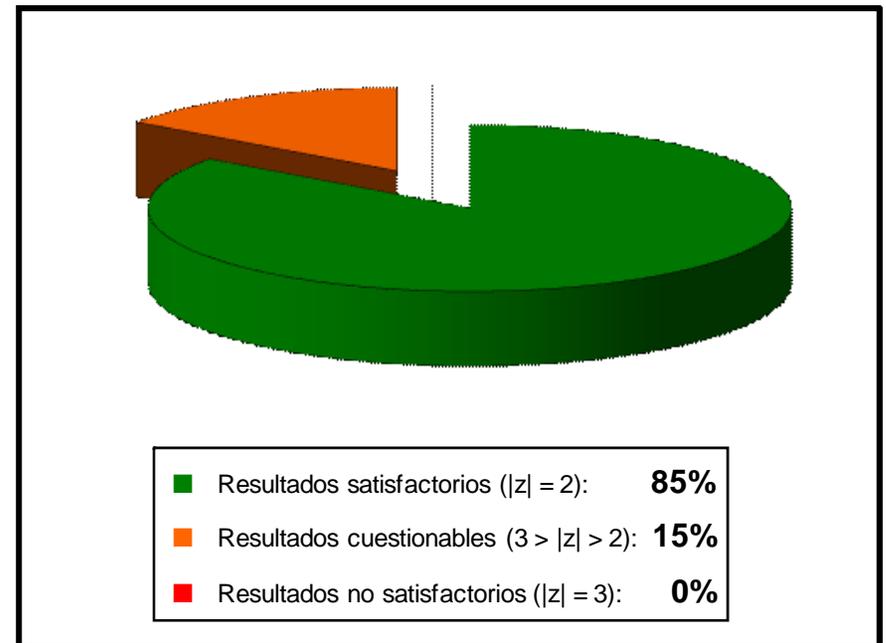


z-score

EQAG



QAIQ



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 de análisis químico.

Cerveza



Gr.	pH		Acidez % a.láctid		%Etanol (p/v)	
	Mgrupo	z score	Mgrupo	z score	Mgrupo	z score
1	4,06	-0,35	0,133	-1,05	3,85	-0,75
2	4,23	0,50	0,133	-1,05	3,79	-0,84
3	3,97	-0,80	0,137	-0,83	4,11	-0,36
4	4,09	-0,20	0,138	-0,76	4,53	0,30
5	4,13	0,00	0,190	2,75	4,87	0,82
6	4,22	0,45	0,127	-1,50	3,65	-1,07
7	4,22	0,45	0,137	-0,83	4,24	-0,15
8	4,20	0,35	0,133	-1,05	3,12	-1,88
9	4,23	0,50	0,129	-1,36	4,10	-0,37
10	4,08	-0,25	0,143	-0,38	3,96	-0,58
11	3,96	-0,85	0,123	-1,72	4,34	0,00
12	4,03	-0,50	0,146	-0,22	3,59	-1,15
13	4,20	0,35	0,139	-0,67	4,12	-0,33
14	4,09	-0,20	0,133	-1,05	4,66	0,49
15	4,25	0,60	0,123	-1,72	2,29	-3,15
16	4,03	-0,50	0,181	2,15	3,97	-0,57
17	3,96	-0,85	0,152	0,20	4,18	-0,24
18	4,09	-0,20	0,177	1,86	4,41	0,11
19	4,09	-0,20	0,139	-0,69	4,16	-0,27
20	4,13	0,00	0,130	-1,28	5,21	1,34
21	4,14	0,05	0,126	-1,54	6,97	3,72
22	4,07	-0,30	0,134	-1,01	4,90	0,86
23	4,06	-0,35	0,128	-1,40	3,91	-0,66
24	4,09	-0,20	0,137	-0,83	4,55	0,33
25	4,04	-0,45	0,130	-1,28	4,95	0,94
26	4,11	-0,10	0,127	-1,50	3,54	-1,23
27	4,20	0,35	0,133	-1,05	4,75	0,63
28	4,15	0,10	0,131	-1,21	4,60	0,40
29	4,04	-0,45	0,130	-1,28	4,39	0,08
30	4,11	-0,10	0,150	0,07	4,71	0,56
31	4,04	-0,45	0,127	-1,50	4,56	0,34
32	3,91	-1,10	0,130	-1,28	5,10	1,17
33	4,07	-0,30	0,143	-0,38	4,22	-0,18
34	4,08	-0,25	0,147	-0,13	3,86	-0,74
35	4,16	0,15	0,130	-1,28	5,10	1,17
36	4,18	0,25	0,133	-1,05	4,60	0,39
37	3,97	-0,80	0,187	2,55	3,18	-1,79
38	3,97	-0,80	0,157	0,54	3,49	-1,30
39	3,90	-1,15	0,140	-0,58	4,62	0,43
40	4,37	1,20	0,150	0,07	3,08	-1,94
41	4,08	-0,25	0,170	1,41	4,27	-0,11
42	4,17	0,20	0,156	0,45	4,78	0,68
43	4,17	0,20	0,143	-0,38	3,49	-1,30
44	3,74	-1,95	0,170	1,41	4,11	-0,35
45	4,04	-0,45	0,167	1,19	3,57	-1,18
Media=	4,09		0,143		4,23	
Sd=	0,11		0,017		0,74	
Sd%=	2,70		12,2		17,5	
V. Ref.=	4,13		0,149		4,34	
Sd asig.=	0,20		0,015		0,65	
Sd asig%=	5		10		15	

Preparado farmacéutico



Gr.	Paracetamol %		Aspirina %	
	Mgrupo	z score	Mgrupo	z score
1	2,62	-1,77	4,67	0,57
2	4,97	2,66	6,50	3,38
3	3,36	-0,38	4,95	0,99
4	3,08	-0,90	4,74	0,68
5	3,79	0,43	4,56	0,41
6	3,93	0,70	5,49	1,84
7	4,04	0,91	5,15	1,31
8	3,75	0,36	4,56	0,41
9	0.73	-5,34	0.93	-5,18
10	3,28	-0,53	4,88	0,90
11	2,50	-2,00	4,11	-0,30
12	3,33	-0,43	4,75	0,69
13	4,50	1,77	5,53	1,89
14	4,62	2,00	5,10	1,23
15	3,03	-1,00	4,78	0,74
16	3,76	0,38	3,09	-1,86
17	3,16	-0,75	4,81	0,78
18	10.22	12,57	2,90	-2,15
19	3,40	-0,31	4,01	-0,44
20	2,82	-1,40	3,93	-0,57
21	3,05	-0,96	4,51	0,32
22	4,01	0,86	5,60	2,00
23	3,58	0,03	5,55	1,92
24	2,92	-1,21	3,86	-0,68
25	3,66	0,18	5,90	2,47
26	4,21	1,23	5,43	1,73
27	3,36	-0,38	5,13	1,27
28	3,47	-0,17	4,41	0,17
29	3,90	0,64	0.23	-6,26
30	3,90	0,64	4,74	0,67
31	3,23	-0,62	3,79	-0,78
32	3,47	-0,18	4,19	-0,17
33	3,46	-0,18	4,48	0,28
34	4,09	1,01	5,81	2,32
35	2,87	-1,30	4,19	-0,17
36	3,63	0,13	5,51	1,86
37	5,24	3,17	4,49	0,30
38	4,50	1,78	3,55	-1,16
39	3,89	0,62	4,97	1,04
40	3,47	-0,18	4,53	0,35
41	3,66	0,19	5,31	1,55
42	3,83	0,51	6,03	2,66
43	0.85	-5,11	1.73	-3,95
44	3,80	0,45	4,70	0,62
45	3,61	0,10	4,88	0,88
Media=	3,64		4,76	
Sd=	0,59		0,76	
Sd%=	16,1		15,9	
V. Ref.=	3,56		4,30	
Sd asig.=	0,53		0,65	
Sd asig%=	15		15	