



**VNiVERSiDAD
D SALAMANCA**

AYUDAS DE LA UNIVERSIDAD DE SALAMANCA PARA LA INNOVACIÓN DOCENTE

MEMORIA JUSTIFICATIVA

TÍTULO DEL PROYECTO: Ejercicio de Intercomparación entre estudiantes de Química Analítica de las Universidades Españolas. Evaluación comparativa de la Calidad

REFERENCIA: ID9/111

RESPONSABLES DEL PROYECTO:

Prof. Dra. D^a: María Jesús Almendral Parra;

Prof. Dra. D^a: María Inmaculada González Martín

Profesoras Titulares del Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología

MEMORIA DEL PROYECTO

RESUMEN DEL PROYECTO

En este proyecto se ha llevado a cabo la participación de la Universidad de Salamanca, con alumnos de las titulaciones de Ciencias Químicas y Biotecnología e Ingeniería química en un Ejercicio de Intercomparación entre Universidades, que tiene como objetivo principal comparar el trabajo de los alumnos de las diferentes Universidades participantes y servir como foro de discusión interuniversitario.

La realización se ha llevado a cabo mediante el desarrollo y evaluación de una práctica de laboratorio idéntica para alumnos de diferentes titulaciones de distintas universidades españolas, (determinación de parámetros como % de etanol, grado de acidez en una muestra idéntica de cerveza) y la valoración de los resultados por parte de los alumnos de la Facultad de Ciencias Químicas, en la asignatura “*Experimentación en Química Analítica*” y los alumnos de Biotecnología, Ciencias Químicas e Ingeniería Química en la asignatura “*Control de Calidad*”, profundizando sobre los puntos débiles y fuertes de la experiencia realizada.

INTRODUCCIÓN

Un Ejercicio Interlaboratorio se basa en la aceptación por parte de varios laboratorios de llevar a cabo un mismo trabajo analítico bajo la coordinación de una organización con objeto de evaluar la calidad de su trabajo de laboratorio, comprobar un método o determinar el contenido de uno o varios analitos de un material determinado. Los ejercicios interlaboratorios son uno de los mejores medios de que dispone un laboratorio para evaluar su calidad, comprobar la bondad de la planificación de su trabajo y del programa de control diseñado.

Para un laboratorio experimentado, los ejercicios de intercomparación se utilizan para demostrar la exactitud de su laboratorio. Cuando se utilizan como método de aprendizaje por alumnos de una determinada materia en estudios universitarios avanzados se convierten en una herramienta de gran interés que se viene poniendo en práctica en algunas Universidades en los últimos años.

Para la llevar a cabo el ejercicio se realiza una sesión introductoria donde se comentan los objetivos de un interlaboratorio, el uso de materiales de referencia, control de calidad, metodología, etc., con especial referencia a los diferentes aspectos de la práctica concreta que se propone. Posteriormente se plantea un calendario para el

desarrollo del ejercicio, sesión de discusión de los resultados obtenidos y su comparación con el resto de los centros, y discusión de la experiencia, planteando una mejora continua.

Uno de los parámetros a determinar por los alumnos que participaron en el ejercicio interlaboratorio ha sido en nuestro caso el % de etanol en la cerveza. Para esta determinación cada uno de los Centros participantes puede aplicar la metodología que estime oportuno lo que es otro punto de interés para ellos, ya que les permite comparar resultados y métodos entre sí. Nuestros estudiantes en el análisis de etanol utilizaron la técnica de Análisis por Inyección en Flujo y una reacción enzimática, lo que además les sirve para poner en la práctica conceptos aprendidos en la Asignatura Química Analítica Avanzada, de 4º Curso. El resto de parámetros son pH y grado de acidez, para la que se han seguido los procedimientos oficiales del Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación.

OBJETIVOS

Los objetivos que se proponían para el proyecto eran la evaluación de una práctica de laboratorio idéntica para alumnos de 4º Curso de Ciencias Químicas de distintas universidades españolas, que participan como si se tratara de un ensayo de intercomparación común, profundizando sobre los puntos débiles y fuertes de cada uno de ellos, de modo que permita a los alumnos de los últimos años de la titulación de Ciencias Químicas disponer de una herramienta adicional para la toma de decisiones de las medidas en un laboratorio de prácticas.

Los alumnos de Control de Calidad de 5º de Ciencias Químicas, 5º Curso de Ingeniería Química y 5º Curso de Biotecnología evaluarían los resultados obtenidos del ensayo interlaboratorio efectuado por alumnos de diversas universidades españolas, para evaluar la capacidad de un laboratorio (en este caso de prácticas) para obtener resultados fiables

OBJETIVOS CONCRETOS

La descripción general anterior de objetivos se puede concretar en los siguientes puntos:

Para los alumnos de Experimentación en Química Analítica de 4º Curso de Ciencias Químicas

1.- Introducir esta importante herramienta de evaluación y mejora de la Calidad en los Centros Docentes que impartan Química Analítica

- 2.- Familiarizar a los estudiantes con los Métodos Oficiales de Análisis
- 3.- Ofrecer a los estudiantes la posibilidad de comparar sus resultados con los obtenidos por otros Centros Universitarios Españoles
- 4.- Ofrecer a los Profesores un Proyecto atractivo para desarrollar con los estudiantes, muy dentro de los objetivos que propone en Espacio Europeo de Educación Superior.

Para los alumnos de Control de Calidad de las diferentes titulaciones que participarán en el ejercicio (Ciencia Químicas y Biotecnología)

- 1.- Capacidad para interpretar los datos y medidas obtenidos su laboratorio y comparar con el resto de los resultados de los laboratorios participantes.
2. - Aplicación de las herramientas estadísticas al control de los resultados de un ensayo interlaboratorios.
- 3.- Reconocer y analizar problemas generados en su trabajo de prácticas a través de sus resultados.
- 4.- Cálculo de los parámetros que definan los resultados de la calidad en un laboratorio de análisis.
- 5.- Evaluación de los resultados tal como solicita la Norma de referencia de valoración de la competencia técnica de laboratorios de ensayo UNE-EN ISO/IEC 17025.

DESCRIPCIÓN DE LA EXPERIENCIA

Los ejercicios interlaboratorios son uno de los mejores medios de que dispone un laboratorio para evaluar su calidad, comprobar la bondad de la planificación de su trabajo y del programa de control diseñado.

Un ejercicio de intercomparación se basa en la aceptación por parte de varios laboratorios de llevar a cabo un mismo trabajo analítico bajo la coordinación de una organización con objeto de evaluar la calidad de su trabajo de laboratorio, evaluar un método o determinar el contenido de uno o varios analitos de un material determinado.

METODOLOGÍA UTILIZADA

El esquema siguiente representa las distintas fases del ejercicio interlaboratorio, desde los primeros acuerdos entre la Organización y las Universidades participantes, hasta las Conclusiones finales



Las muestras de cervezas, material de referencia, especialmente preparadas para este ejercicio interlaboratorio por la Unidad de Materiales de Referencia de la Universidad de Barcelona, que garantiza la calidad de los materiales. Dichas muestras fueron suministradas, a petición y previo pago de cada Departamento participante, en cantidad suficiente para que cada alumno pudiera realizar tres réplicas del parámetro a determinar y así poder realizar de forma correcta el tratamiento estadístico.

Con los alumnos de 4º de Ciencia Químicas se hizo hincapié en los aspectos metodológicos siguientes:

- Conservación y almacenamiento de muestra problema y de los materiales de referencia certificados (estabilidad de la muestra)
- Análisis de los materiales dentro de un periodo de tiempo prefijado.
- Realización las determinaciones de etanol el método elegido, con tres réplicas/alumno.
- Elaboración de un informe final con los resultados individuales, incluyendo el valor de los blancos analíticos.
- Suministrar todos los datos de laboratorio y la documentación que se solicite.
- Si los datos de laboratorio parecen ilógicos se investigó y sometió a discusión los posibles fallos.

Con los alumnos de Control de Calidad de las diferentes titulaciones se hizo hincapié en los aspectos metodológicos siguientes:

Evaluación de la competencia técnica de los laboratorios de ensayo a través de:

- Estudio comparativo de la composición del material de referencia certificado y las muestras reales
- Cálculo de los parámetros estadísticos que permiten obtener resultados fiables
- Puntuación de los scores
- Diagrama de cajas
- Expresión del contenido de alcohol en la muestra de cerveza de una forma correcta.

RESULTADOS.

Alumnos participantes: En la asignatura Experimentación en Química Analítica de 4º Curso, 49 alumnos. En la asignatura Control de Calidad 40 alumnos de la titulación de Ciencias Químicas, 25 de Ingeniería Química y 35 de Biotecnología

Tareas realizadas en el primer cuatrimestre del Curso 2009-2010. En este cuatrimestre se realizó la parte práctica, en el Laboratorio del Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, correspondiente a la asignatura Experimentación en Química Analítica de 4º Curso. Se analizaron las muestras de acuerdo a la metodología propuesta y se enviaron a la entidad organizadora los informes de los alumnos, junto la metodología empleada y las posibles incidencias observadas durante el trabajo, que ha llevado a cabo con los estudiantes a lo largo de tres meses. Se comenta con los estudiantes de Experimentación en Química Analítica estos resultados, extrayendo las conclusiones más importantes del trabajo realizado. Teniendo en cuenta el siguiente protocolo:

Muestras a analizar

Muestras de cerveza, materiales de referencia, especialmente preparadas para este Ejercicio de Intercomparación por Mat Control (Laboratorio de Preparación de materiales de referencia de la Universidad de Barcelona). El valor de referencia es establecido por el Comité Organizador. Las muestras fueron conservadas a 4°C desde su recepción y abiertas en el momento de realizar los correspondientes análisis.

Reactivos

Etanol material de referencia certificado (5% Alcohol by Volume). LGC ERM-AC404e, Cerveza material de referencia certificado (4.75 Alcohol by Volume) LGC ERM5005, Alcohol Deshidrogenasa de *Saccaromices cerevisiae* (SIGMA), NAD, (ROCHE), Tampon pirofosfato de pH 8.7, disolución normalizada de NaOH 0.100 M.

Parámetros a analizar

Parámetros: % de etanol; acidez (ácido láctico).

Métodos de análisis

% de etanol:

Determinación enzimática, utilizando la enzima alcohol deshidrogenasa (ADH) y la técnica de Análisis por Inyección en Flujo.

Grado de acidez:

Métodos oficiales de análisis del Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación

Tareas realizadas en el segundo cuatrimestre del Curso 2009-2010.

En este periodo se evaluaron los resultados por parte de los alumnos de la asignatura Control de Calidad de las tres titulaciones mencionadas.

La evaluación de los resultados implica establecer parámetros adecuados para valorar los datos de los alumnos participantes en función de los criterios utilizados para establecer μ (media) y σ (desviación estándar). Los modelos de precisión de Horwitz se utilizan en diferentes ensayos de aptitud para establecer la desviación estándar utilizada para valoración de los *z-scores* con el fin de comprobar el grado de confianza en el valor asignado (satisfactorio / cuestionable) y descubrir los datos que se apartan del valor más probable del parámetro analizado (“Proficiency Testing”)

Los resultados se interpretan por cada uno de los parámetros analizados a lo largo del año 2009-2010 y se compara con los resultados del año 2008-2009, a la vista de los diagrama de cajas y de los gráficos de scores.

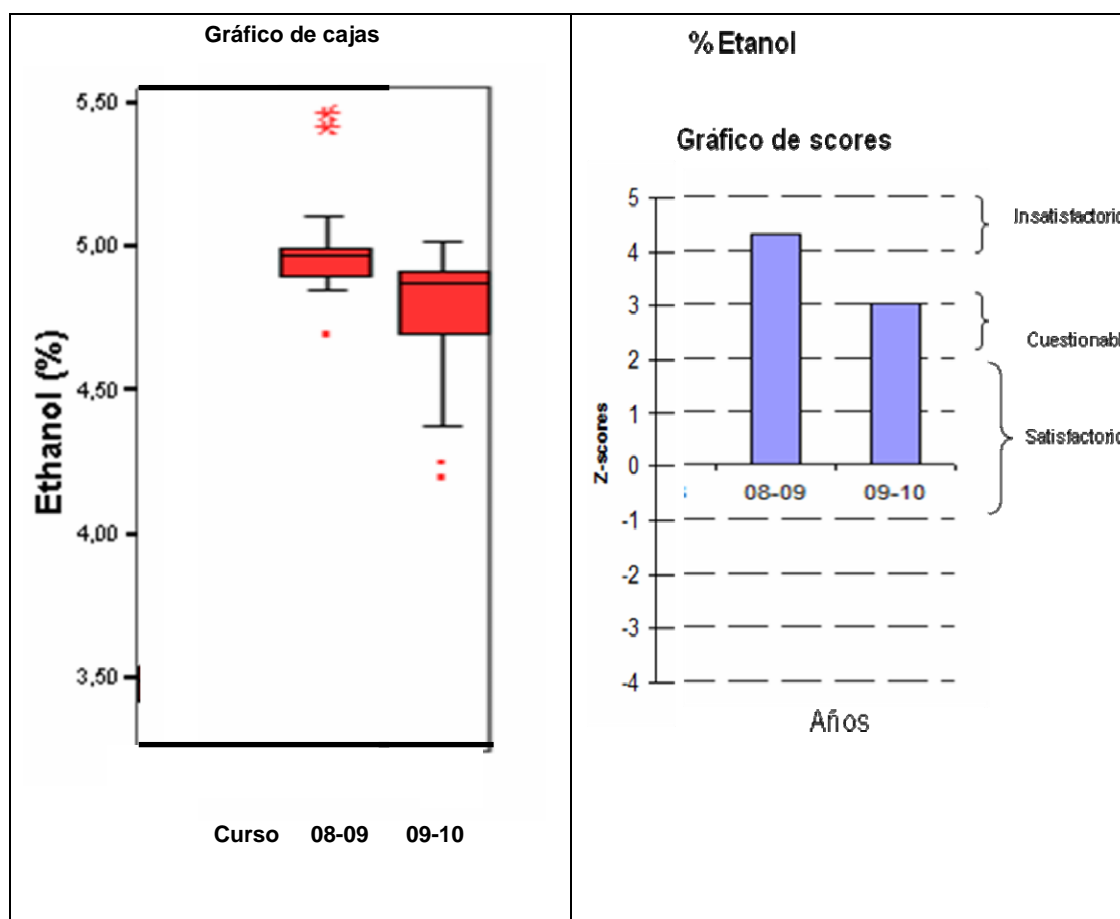


Figura 1. Evolución del parámetro % de etanol en cerveza del ensayo interlaboratorio: Diagrama de cajas y escores entre los años 2008-2010.

En función de lo anterior se puede observar, Figura 1, que la dispersión, el rango y el recorrido intercuartílico de los datos obtenidos para el % de etanol, son diferentes dependiendo del año, siendo mayor en el año 09-10. Con respecto al valor de los escores son insatisfactorios los obtenidos para el año 2008-2009, cuestionables en 2009-2010. A la vista de estos resultados podemos decidir que con respecto al parámetro % de etanol presenta dificultades el método que implica un análisis enzimático e inyección en flujo, metodología difícil de controlar para los alumnos en formación.

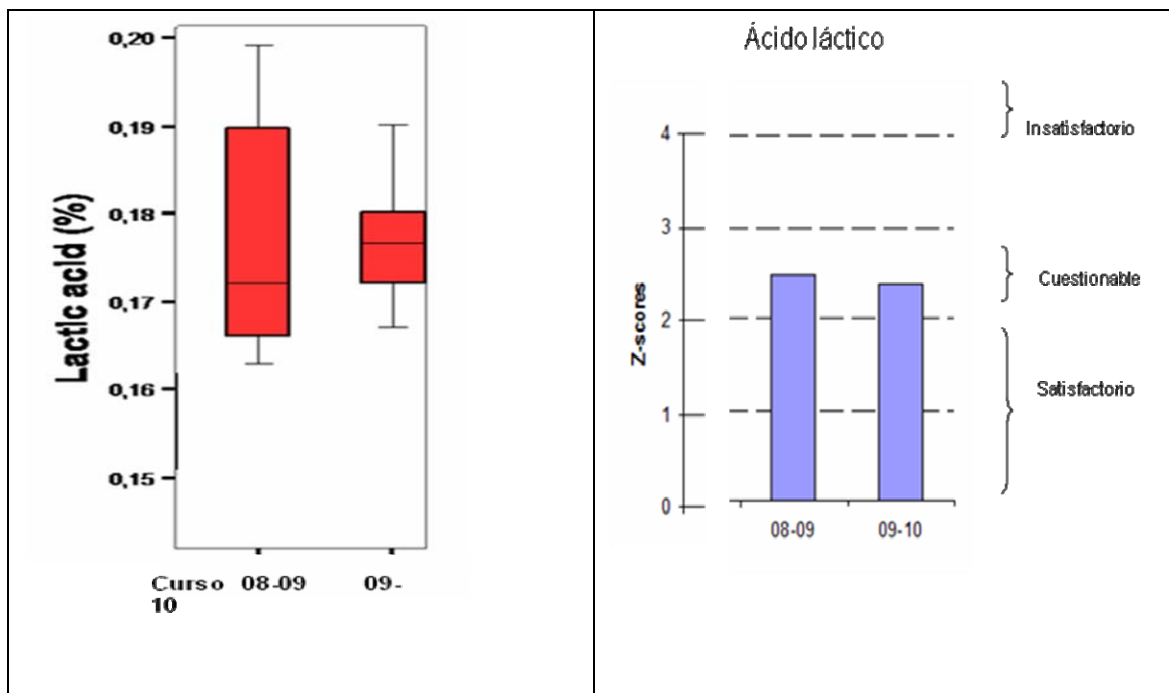


Figura 2. Evolución del parámetro acidez en cerveza del ensayo interlaboratorio: Diagrama de cajas y escores entre los años 2008-2010.

Con respecto a los resultados obtenidos en el parámetro acidez (% de a. láctico), se observa en la Figura 2, que la dispersión, rango y recorrido intercuartílico son mayores que en el caso del % de etanol en contra de lo que se podría pensar inicialmente, pues la experiencia a realizar en el laboratorio es mucho más sencilla que en el caso del % de etanol. La causa hay que buscarla en la evolución con el tiempo del producto analizado, *cerveza*, que es un producto vivo y su acidez cambia dependiendo del momento en que se analiza, debido principalmente a la segunda fermentación que se produce en la botella, que se ve afectada por el tiempo de residencia en ella y por la temperatura no siempre controlada. En el gráfico de los escores se refleja, por una parte, su tendencia

positiva, lo que está indicando un error positivo frente al valor asignado en todos los casos (sesgo que se repite en el resto de las universidades participantes); los datos son cuestionables, lo que justificaría los gráficos del diagrama de cajas.

CONCLUSIONES

Los resultados esperados del Proyecto Docente que se ha realizado han sido beneficiosos para todos y cada uno de los alumnos implicados; les hizo sentir que trabajan en un marco mas global del conocimiento y profundizó en el concepto del rigor en el trabajo de laboratorio, lo que les puso en una mayor disposición para realizar un trabajo profesional adecuado en el futuro, objetivos todos ellos marcados en el Espacio Europeo de Educación Superior.