



GUÍA DOCENTE 2012-2013

Control y garantía de calidad de procedimientos, procesos y productos

1. Denominación de la asignatura:

Control y garantía de calidad de procedimientos, procesos y productos

Titulación

Máster Universitario en Química Avanzada

Código

5249

2. Departamento(s) responsable(s) de la asignatura:

Departamento de Química, Departamento de Matemáticas y Computación

3.a Profesor que imparte la docencia (Si fuese impartida por mas de uno/a incluir todos/as) :

M^a Cruz Ortiz, Luis A. Sarabia, Ana Herrero, M^a Sagrario Sánchez

3.b Coordinador de la asignatura

M^a Cruz Ortiz Fernández

4. Curso y semestre en el que se imparte la asignatura:

Primer semestre

5. Tipo de la asignatura: (Básica, obligatoria u optativa)

Optativa



6. Requisitos de formación previos para cursar la asignatura:

Se recomienda tener conocimientos de estadística básica, así como conocimientos básicos de procedimientos de análisis químico y de técnicas instrumentales

7. Número de créditos ECTS de la asignatura:

5

8. Competencias que debe adquirir el alumno/a al cursar la asignatura

COMPETENCIAS GENÉRICAS (INSTRUMENTALES, INTERPERSONALES Y SISTÉMICAS).

- C12. Tomar decisiones objetivas en ambiente de incertidumbre.
- C13. Aplicar los conocimientos teóricos a la práctica.
- C14. Usar razonamiento crítico.
- C15. Aplicar razonamiento deductivo y aprovechar la capacidad creativa, mediante su introducción en la investigación aplicada.
- C16. Aportar soluciones a problemas en los términos en que son planteados.
- C17. Evaluar, interpretar y resumir datos e información química.
- C18. Ser capaz de analizar y sintetizar
- C19. Ser capaz de elaborar y presentar informes.
- C20. Comunicarse correctamente de forma oral y escrita en la lengua nativa.
- C21. Conocer a nivel de usuario las herramientas informáticas y tecnologías de la información (TIC's).
- C22. Ser capaz de de organizar y adaptarse a nuevas situaciones.
- C23. Integrarse en grupos de trabajo y capacidad de autoevaluación.
- C24. Organizarse el estudio y el aprendizaje de forma autónoma.
- C25. Preocupación por la calidad.
- C26. Ser capaz de llevar a cabo los diferentes aspectos técnicos en el ámbito de trabajo.
- C27. Adquirir habilidades para la búsqueda y obtención de información, ya sea en fuentes primarias como en las secundarias, incluyendo la que se consigue a través de comunicación on-line y mediante acceso a bancos de datos.

COMPETENCIAS ESPECÍFICAS (DESTREZAS Y CONOCIMIENTOS)

- C1. Conocer las normativas internacionales relacionadas con la medida química y buenas prácticas de laboratorio.
- C2. Manejar técnicas adecuadas para procesos de evaluación y auditoría.



- C3. Adecuar los procesos de medida a objetivos de calidad y de mejora continua.
- C4. Implementar buenas prácticas científicas de medida y experimentación.
- C5. Manejar software específico.
- C6. Controlar cualidades, sucesos o cambios en la materia (fiabilidad y robustez).
- C7. Analizar la capacidad de un proceso.
- C8. Construir e interpretar cartas de control.
- C9. Diseñar planes de muestreo por atributos o por variables.
- C10. Diseñar y evaluar ensayos colaborativos y de capacitación.
- C11. Planificar, diseñar y ejecutar (desarrollar) investigaciones prácticas desde el reconocimiento del problema hasta la evaluación de los resultados.

9. Programa de la asignatura

9.1- Objetivos docentes

1. Comprender la necesidad de una metodología objetiva para controlar un procedimiento, un proceso o un producto.
2. Conocer la metodología estadística para validar una medida y/o un efecto.
3. Comprender la metodología robusta, su necesidad y utilidad.
4. Conocer las cartas de control, univariantes o multivariantes, su significado, validación y uso.
5. Saber dar la certidumbre en una medida analítica.
6. Comparar resultados en un rango de concentraciones.
7. Manejar intervalos y test de hipótesis paramétricos y no paramétricos.
8. Manejar la metodología de un ANOVA para establecer efectos significativos en los factores tanto si son fijos como aleatorios.
9. Descomponer la variabilidad total de un proceso en la suma de sus componentes.
10. Construir ANOVAS encajados.
11. Determinar tamaños muestrales adecuados para potencias de los test prefijadas.
12. Detectar datos anómalos mediante las técnicas robustas apropiadas tanto en ensayos interlaboratorio como en técnicas de regresión.
13. Determinar la repetibilidad y reproducibilidad de un procedimiento.
14. Construir el modelo de calibrado señal en función de la concentración para todo tipo de instrumentación analítica.
15. Construir cartas de control univariante para medidas de centralización y dispersión.
16. Construir intervalos de confianza para la media, desviación típica y rango para la construcción de las cartas de control.
17. Estimar la matriz de covarianzas para las cartas multivariantes basadas en la T^2 de Hotelling.
18. Manejar las curvas operativas de las cartas de control basadas en distintas distribuciones de probabilidad.
19. Manejar las distribuciones de Poisson, normal y binomial.
20. Construir cartas de control fijando los límites AQL, LQ, AOQL o por selección de



la curva característica.

21. Calcular la curva operativa de un plan de muestreo de aceptación prefijado.

22. Estudiar heterogeneidad en lotes.

9.2- Unidades docentes (Bloques de contenidos)

Acreditación de laboratorios de ensayo y calibración (LECs)

TEMA 1

Criterios generales de acreditación de los laboratorios de ensayo y calibración (LECs) según normas ISO, EN, UNE. Política y garantía de calidad: Sistemas de calidad, protocolos normalizados de trabajo. Evaluación y control de la calidad: Auditorías, comparación de resultados, muestras de control. Conceptos de acreditación, certificación y homologación. Tipos de ensayos comparativos: Ensayos de aptitud (z-scores, z-scores robustos, intercomparación, intercalibración), estudios colaborativos (para adoptar/comparar métodos), estudios de certificación (material de referencia y certificado de referencia)

Validación de las medidas químicas

2. Metrología de la medida química

Modelo de medida en química analítica. El efecto de los datos anómalos sobre algunas figuras de mérito en la validación analítica: exactitud, veracidad, precisión, repetibilidad, reproducibilidad, sensibilidad analítica, rango lineal, límite de detección, robustez, fiabilidad y trazabilidad. Punto de vista de algunas normativas e instituciones: ISO, EN, UNE, AOAC, IUPAC, Protocolo armonizado, EURACHEM, etc. Necesidad de utilizar estadísticos no paramétricos y/o robustos y sus estimaciones.

3. Intervalos de tolerancia, de confianza y test de hipótesis

Comparación de dos procedimientos de análisis en precisión y exactitud. Test paramétricos frente a los no paramétricos y/o robustos, eficiencia. Intervalos de tolerancia. Métodos de estimación y decisión mediante Monte Carlo y bootstrap.

4. Análisis de la varianza

Cálculo de la potencia del ANOVA y tamaños muestrales. El problema de los datos anómalos, tests de Dixon y Grubbs. Estimaciones robustas de repetibilidad y reproducibilidad en el contexto de la ISO-5725. Contrastes de múltiples medias. ANOVA de más de un factor. ANOVA con factores encajados: componentes de la varianza.



5. Alternativas a la regresión por mínimos cuadrados

Capacidad de detección según la normativa ISO-11843 y IUPAC basadas en calibrados. Riesgo de falso positivo y falso negativo. Comparación de dos o más pendientes de calibrado.

Comparación de procedimientos de análisis en un rango de concentración cuando existe error en las predictoras. Detección de datos anómalos. Regresiones robustas.

6. Control de residuos tóxicos o prohibidos

Características de funcionamiento de los métodos cualitativos y cuantitativos. Criterios de funcionamiento para sustancias prohibidas y con límites máximos permitidos de residuos (LMR) según las normativas europeas. Probabilidad de falsa conformidad y falsa no conformidad. Evaluación de $CC\alpha$ y $CC\beta$. Criterios de identificación mínimos para sustancias prohibidas cuando se utilizan técnicas cromatográficas y espectroscópicas.

Control de procesos y productos

7. Control de procesos

Control de procesos por variables. Cartas de control para la media, para la desviación típica y rangos. Cartas de control por atributos, usando una binomial (número de ítems defectuosos, proporciones, porcentajes), o una distribución de Poisson (número de defectos). Diseños de planes de control de proceso por variables y por atributos. Curvas operativas. Análisis de tendencias mediante la media móvil, técnicas acumulativas (Cusum). Metodología robusta en las cartas de control.

8. Capacidad de un proceso

Valores nominales y especificaciones. Estimación de la probabilidad de fuera de especificación. Índices de capacidad bajo hipótesis de normalidad. Intervalos de tolerancia para algunas distribuciones: normal, exponencial, lognormal, Weibull. Tolerancia para distribuciones libres de distribución y/o no paramétricas. Control por atributos: curvas operativas, planes de muestreo múltiples, secuenciales. Indicadores de calidad: Nivel de calidad aceptable (AQL), calidad límite (LQ), calidad media de salida (AQQ). Diseño de un plan de muestreo. Planes estandarizados: MIL-STD-105D (ISO 2859). Producción continua: MIL-STD 1235B. Control por variables. Diseños con desviación típica conocida: MIL-STD-414 (ISO 3951).



Análisis multivariante en el control de procesos y productos

TEMA 9

El problema de la correlación entre variables. Cartas de control multivariante basadas en la T^2 de Hotelling. Análisis multivía en la tecnología de análisis de procesos. Técnicas de descomposición de factores basadas en componentes principales y en el análisis factorial paralelo (PARAFAC) en el control de procesos. Control de proceso basado en mínimos cuadrados parciales (PLS) y técnicas afines. Nuevas tendencias en el control analítico de procesos (PAT).

9.3- Bibliografía

BIBLIOGRAFÍA BÁSICA

- B. Neidhart, W. Wegscheider (ed.), (2001) Quality in Chemical Measurements. Training concepts, Springer-Verlag,
- D.C. Montgomery, (2005) Introduction to Statistical Quality Control , 5ed., John Wiley,
- EURACHEM Working Group, (1998) The Fitness for Purpose of Analytical Methods,
- H. Martens, M. Martens, (2001) Multivariate Analysis of Quality. An introduction, Wiley, Chichester,
- L.A Sarabia, M.S. Sánchez, and M.C. Ortiz, (2008) Introduction to ranking methods. In: Manuela Pavan and Roberto Todeschini, editors, Scientific data ranking methods: Theory and applications. Data Handling in Science and Technology, vol. 27, Elsevier, 978-0-444-53020-2,
- N.R. Draper and H. Smith, (1998) Applied Regression Analysis, 3rd ed., John Wiley, New York,
- S.D. Brown, R. Tauler, R., B. Walczak (Eds), (2009) Comprehensive Chemometrics. Chemical and Biochemical data analysis. Four-Volume set, Elsevier, Oxford,

BIBLIOGRAFÍA COMPLEMENTARIA

- International Organization for Standardization, www.iso.org.
- International Union of Pure and Applied Chemistry, www.iupac.org.
- Asociación Española de Normalización y Certificación, www.aenor.es.
- Association of Analytical Communities, www.aoac.org.
- EURACHEM, www.eurachem.org.
- D.L. Massart, B.G.M. Vandeginste, L.M.C. Buydens, S. de Jong, P.J. Smeyers-Verbeke (Eds.), (1996-1997) Handbook of Chemometrics and Qualimetrics; Part A and Part B. Data Handling in Science and Technology, vol. 20A, 20B, Elsevier, Amsterdam,



ISO 11843, (2000) Capability of detection. Part II: Methodology in the linear calibration case,

ISO 3534-1, (2003) Statistical methods for quality control. Vol. 1: vocabulary and symbols,

ISO 5725, (1994) Accuracy (trueness and precision of measurements methods and results),

L. Sach, (1982) Applied Statistics, Springer-Verlag, New York,

W.L. Martinez, A.R. Martinez, (2008) Computational Statistics handbook with MATLAB, 2nd ed., Chapman & Hall/CRC, Boca Raton,

10. Metodología de enseñanza y aprendizaje y su relación con las competencias que debe adquirir el estudiante:

La asignatura se desarrolla intercalando los fundamentos teóricos y prácticos necesarios para la resolución de problemas, mediante datos reales como casos de estudio y el uso de software profesional específico para los objetivos fijados (Statgraphics y otros).

Una vez comprendidos los fundamentos teóricos y comprobado que se han aplicado correctamente para la resolución del problema propuesto, se hará un debate-puesta en común de los resultados alcanzados, las conclusiones obtenidas y la dirección a seguir, si el problema lo requiere. Esta secuencia de actividades permitirá ir avanzando en la construcción e interiorización del conocimiento propio de la materia.

Búsqueda o generación y análisis adecuado de datos experimentales. Evaluación de los resultados mediante informes individuales escritos que se defenderán ante el resto de alumnos.

Metodología	Competencia relacionada	Horas presenciales	Horas de trabajo	Total de horas
Clases teóricas	C1-C14,C16,C20,C22,C25,C26	8	16	24
Claes prácticas	C1-C20,C22,C23	22	32	54
Seminarios y tutorías	C1-C17, C22, C25, C26, C27	4	4	8
Elaboración de trabajos e informes	C1-C27	3	12	15
Presentación oral y debate	C18-C21, C23	4	8	12
Pruebas escritas individuales	C1-C26	4	8	12



Total	45	80	125
--------------	----	----	-----

11. Sistemas de evaluación:

Evaluación continua en los términos de las directrices aprobadas por la Facultad de Ciencias.

Se requiere un mínimo de 3 (sobre 10) en la evaluación de las pruebas individuales presenciales.

La participación en seminarios, tutorías y actividades presenciales no es recuperable en segunda convocatoria.

Procedimiento	Peso en la calificación final
Realización de trabajos y presentación de informes	40 %
Resolución de ejercicios y casos prácticos	20 %
Participación en seminarios, tutorías y actividades presenciales	15 %
Pruebas escritas de carácter individual y presencial	25 %
Total	100 %

Evaluación excepcional, si procede:

Examen escrito

12. Recursos de aprendizaje y apoyo tutorial:

Los recursos se irán poniendo a disposición de los estudiantes a lo largo del desarrollo de la materia.

Se mantendrá una atención personalizada durante las horas de tutoría establecidas por cada docente.

13. Calendarios y horarios:

Los que establezca la facultad

14. Idioma en que se imparte:

Español