

Control de calidad de datos analíticos en el Laboratorio de Suelos de la Estación Experimental Agroindustrial Obispo Colombres: pruebas interlaboratorios

Hugo C. Rojas Quinteros*, Agustín G. Sanzano** y Fabián Madrid***

Introducción

A fin de satisfacer las exigencias de calidad de sus servicios, los laboratorios de análisis de suelos deben imprescindiblemente implementar un sistema que asegure que los factores técnicos, administrativos, humanos y económicos funcionen en forma controlada, previniendo o corrigiendo errores de procedimiento.

Desde hace unos años, el Laboratorio de la Sección Suelos y Nutrición Vegetal de la Estación Experimental Agroindustrial Obispo Colombres (EEAOC), de Tucumán, R. Argentina, desarrolla sus actividades centradas en la calidad. Para esto realiza su gestión con personal capacitado, aplicando procedimientos reconocidos, con instrumentación adecuada y bajo mecanismos de control y supervisión que permiten garantizar que los resultados de los análisis sean confiables. Estas actividades contemplan los siguientes aspectos:

1. Control interno de calidad:

- Uso de metodologías analíticas normalizadas;
- Calibración o verificación de equipos e instrumental;
- Manejo de muestras de referencia internas;
- Implementación de un programa de aseguramiento de la calidad.

Los avances logrados por el Laboratorio de Suelos de la EEAOC, en referencia al control interno de calidad, fueron presentados en un artículo anterior (Rojas Quinteros *et al.*, 2008a) y también en el XXI Congreso Argentino de la Ciencia del Suelo, en San Luis (Rojas Quinteros *et al.*, 2008b).

2. Participación en pruebas interlaboratorios

Evaluaciones de los resultados analíticos de distintos laboratorios de la República Argentina

El presente trabajo tiene como objetivo mostrar los avances realizados por el Laboratorio de Suelos

de la EEAOC en la evaluación de la calidad de datos analíticos, a partir de participaciones en ensayos interlaboratorios oficiales.

Metodología

Existe, a nivel nacional, una red de adhesión voluntaria y gratuita que nuclea a laboratorios dedicados a los análisis de suelos, aguas, material vegetal y enmiendas orgánicas. Se denomina Sistema de Apoyo Metodológico para Laboratorios de Análisis de Suelos, Aguas, Vegetales y Enmiendas Orgánicas (SAMLA) y está coordinada por la Secretaría de Agricultura Ganadería Pesca y Alimentos (SAGPyA).

Esta red tiene como objetivo mejorar la calidad de los análisis de los laboratorios agropecuarios, a fin de que los resultados sean confiables y comparables entre sí.

El Laboratorio de Suelos de la EEAOC se encuentra adherido a la red SAMLA desde el año 2003, adoptando como referencia las técnicas de análisis del sistema y participando en todas las actividades desarrolladas.

En el año 2009, se inició el Programa Nacional de Interlaboratorios de Suelos Agropecuarios (PROINSA), creado por Res. N° 175 de la SAGPyA con el objetivo de mejorar la calidad de los resultados de los análisis de laboratorios de suelos públicos y privados de la República Argentina, estimulando la participación de los laboratorios en ensayos de aptitud y coordinando actividades de capacitación, actualización y difusión para realizar diagnósticos periódicos de la calidad de los resultados analíticos de los laboratorios participantes.

Desarrollo operativo

Desde el inicio del programa, se realizaron la Ronda Piloto 2009, la Ronda 2010, la Ronda 2011 y recientemente acaba de finalizar la Ronda 2012. En todos los casos, se utilizaron los procedimientos que se describen a continuación:

*Lic. en Qca., **Ing. Agr., ***Tco. Qco., Sección Suelos y Nutrición Vegetal, EEAOC.

Se distribuyó una muestra de suelo a cada laboratorio participante, en cantidad suficiente para realizar los análisis solicitados. Las muestras fueron acondicionadas según lo prescripto por la norma IRAM/SAGPyA N° 29578 y envasadas en recipientes de plástico, con tapa autosellante para su transporte hermético.

Los laboratorios participantes debieron informar en la planilla de resultados el protocolo técnico o metodología empleada para cada análisis.

Las Rondas 2009 y 2010 propusieron participar en los siguientes ensayos:

- **pH;**
- **Carbono orgánico oxidable (Cox);**
- **Nitrógeno total (Nt);**
- **Fósforo extraíble (Pe).**

Para la Ronda 2011 se incorporaron también los siguientes los ensayos:

- **Cationes intercambiables (CI) (Ca, Mg, Na y K);**
- **Capacidad de intercambio catiónico (CIC).**

Y en carácter exploratorio, se incluyeron dos ensayos extra, con el objetivo de evaluar preliminarmente su variabilidad y poder compararlos en rondas futuras:

- **Nitratos (a partir de muestra seca);**
- **Sulfatos solubles.**

Para asegurar la confidencialidad del sistema, la Coordinación General del PROINSA le asigna a cada laboratorio participante un número de código, que se informa individualmente y que se mantiene durante toda la prueba.

Todos los ensayos deben realizarse por triplicado. Una vez que la Coordinación General recibe todos los resultados de los laboratorios participantes, elabora una planilla resumen con todos los resultados originalmente enviados por los laboratorios, que se remite al Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), a fin de que estos sean analizados estadísticamente.

En la primera etapa de la evaluación, se procede al examen crítico de los datos, descartándose aquellos que resultaron obviamente discordantes, ya sea porque sus valores son diferentes en varios órde-

nes de magnitud al valor de consenso, o porque se utilizaron unidades no comparables.

En una segunda etapa, se calculan el valor de consenso y la desviación estándar interlaboratorios.

Como valor asignado a las muestras, se utilizó el valor de consenso, calculado como el promedio robusto de los resultados informados por los participantes del ensayo.

La evaluación del desempeño de los laboratorios participantes se realizó de acuerdo con los procedimientos desarrollados por los Laboratorios Analíticos de la Universidad de Agricultura de Wageningen, Holanda (Wepal), que gozan de aceptación internacional. Se utilizó como criterio el cálculo del parámetro **z**, definido de la siguiente manera:

$$z = (x_{1/2} - x_{ref}) / s_L$$

Donde:

$x_{1/2}$ = promedio para cada laboratorio = $\sum x_i / r$;

x_{ref} = valor asignado a los parámetros de la muestra enviada;

r = número de replicados informados;

s_L = desviación estándar (estimador de la reproducibilidad o variancia entre laboratorios).

Es posible clasificar a los laboratorios de la siguiente forma:

$|z| \leq 2$ satisfactorio, $2 < |z| < 3$ cuestionable, $|z| \geq 3$ no satisfactorio

Se elaboró un informe final con la evaluación estadística de los resultados de todos los laboratorios participantes, extendiendo las "constancias de participación y desempeño" a cada laboratorio que haya obtenido resultados satisfactorios.

Resultados del Laboratorio de Suelos de la EEAOC

Los resultados obtenidos por el Laboratorio de Suelos de la EEAOC fueron satisfactorios en la evaluación de todos los parámetros en cuestión, en especial en aquellos en los que el valor del parámetro **z** fue mucho menor que 2 (satisfactorio). Esto se dio, por ejemplo, en los análisis de fósforo disponible y cationes intercambiables.

En las Tablas 1, 2, 3 y 4 se muestran los valores

Tabla 1. Valores de z obtenidos por el Laboratorio de Suelos de la Estación Experimental Agroindustrial Obispo Colombres (EEAOC) en los ensayos interlaboratorios 2009.

Carbono org. ox.	Nitrógeno total	Fósforo disponible	pH
-0,7	-1,1	-0,1	0,2

Tabla 2. Valores de z obtenidos por el Laboratorio de Suelos de la EEAOC en los ensayos interlaboratorios 2010.

Carbono org. ox.	Nitrógeno total	Fósforo disponible	pH
-2,1	0,1	0,0	0,9

Tabla 3. Valores de z obtenidos por el Laboratorio de Suelos de la EEAOC en los ensayos interlaboratorios 2011.

Carbono org. ox.	Nitrógeno total	Fósforo disponible	CIC	Ca	Mg	Na	K	pH
1,2	0,5	0,2	0,6	0,2	1,8	0,7	0,1	1,0

Tabla 4. Valores de z obtenidos por el Laboratorio de Suelos de la EEAOC en los ensayos interlaboratorios 2012.

Carbono org. ox.	Nitrógeno total	Fósforo disponible	CIC	Ca	Mg	Na	K	pH
1,4	1,5	0,1	1,6	0,8	1,3	–	0,1	1,6

Nota: en el caso de los parámetros con carácter exploratorio (nitratos y sulfatos), si bien hubo una amplia variabilidad en los valores informados por los laboratorios, los de nuestro laboratorio estuvieron dentro del rango +sL (desviación estándar) calculado para cada uno.

de z obtenidos por el Laboratorio de Suelos de la EEAOC en los ensayos interlaboratorios 2009 (Ronda Piloto), 2010, 2011 y 2012, respectivamente.

Consideraciones finales

La experiencia de participar en las Rondas Interlaboratorios PROINSA fue altamente positiva para el Laboratorio de Suelos de la EEAOC, ya que le permitió comparar sus resultados analíticos con los de otros laboratorios del país, para así poder contar con una referencia oficial para nuestras actividades.

Además de obtener resultados satisfactorios, se tiene la posibilidad de trabajar con técnicas analíticas normalizadas o por normalizar, tarea que viene realizando el SAMLA, en conjunto con el Instituto Argentino de Normalización y Certificación (IRAM).

Por último, es importante resaltar que a partir de este tipo de actividades, se comienzan a generar

mecanismos de participación-relación amplios y horizontales entre algunos laboratorios, posibilitando una amplia difusión en el sector agropecuario del servicio a terceros que brinda la EEAOC.

Bibliografía citada

Rojas Quinteros, H. C.; M. Morandini; A. G. Sanzano; C. F. Hernández y F. Madrid. 2008a. Control de calidad de datos analíticos en el Laboratorio de Suelos de la EEAOC. Avance Agroind. 29 (2): 16-19.

Rojas Quinteros, H. C.; M. Morandini; A. G. Sanzano; C. F. Hernández y F. Madrid. 2008b. Control de calidad de datos analíticos en el Laboratorio de Suelos de la EEAOC. En: Resúmenes del Congreso Argentino de la Ciencia del Suelo, 21, San Luis, R. Argentina, pp. 81.

Revista

avance
agroindustrial

Contacto por publicidad

Tel. (0381) 431 3209

Cel. (0381)155 198890

e-mail: revistaavance@yahoo.com.ar