

**AVANCES DE RESULTADOS DE LA ESTANDARIZACION METODOLOGICA EN
LA RED DE LABORATORIOS DE ANALISIS DE SUELOS DEL ECUADOR
(RELASE)**

Gloria Carrera López¹

1. INTRODUCCION

La Sociedad Ecuatoriana de la Ciencia del suelo, en sesión realizada el 20 de Octubre del 2001 resolvió crear la Red Ecuatoriana de Laboratorios de Análisis de Suelos del Ecuador (RELASE.) con la participación de 21 laboratorios. En reunión de la RELASE se acordó trabajar por la consecución de los siguientes objetivos:

- Organizar la Red Ecuatoriana de Laboratorios de Análisis de Suelos (RELASE)
- Estandarizar las Metodologías de Análisis Químico de Suelos entre laboratorios participantes en la RELASE
- Cruzar muestras control 2 veces al año entre los Laboratorios participantes.

Debido a las exigencias del mercado se requiere cada vez con más frecuencia que los laboratorios puedan mostrar una evaluación de la calidad de sus servicios.

Uno de los requerimientos de los sistemas de calidad es la demostración de la competencia técnica mediante la participación en ensayos ínter laboratorios, ya que esto permite controlar sus resultados y evaluar los métodos de ensayo.

Hasta la presente fecha se han organizado varios ejercicios para el análisis químico de suelos y dos ejercicios para el análisis químico de plantas, contando con la participación de 13 laboratorios para el primero ejercicio y 9 para el segundo. En el proceso se ha aumentado la cantidad de analitos en cada ejercicio. En ellos han participado laboratorios de todo el país. Cuadro 1.

Además de un creciente interés por parte de los laboratorios, se ha comprobado una mejora en el desempeño demostrado por los participantes conforme lo demuestran los Gráficos 1,2,3,4,5.

2. PROCEDIMIENTO

2.1 Confidencialidad de los resultados

Se establece un sistema de codificación la misma que es renovada cada 2 años o solicitada por un participante con el objetivo de garantizar la confidencialidad de los resultados, los cuales serán sólo de conocimiento del centro coordinador y no podrán utilizarse con fines diferentes a los de la evaluación para los que fue previsto el estudio.

¹ Instituto Nacional Autónomo de Investigaciones Agropecuarias E.E. Boliche – Departamento de Manejo de Suelos Aguas y Plantas. INIAP Km. 26 Vía Duran Tambo- Guayaquil Ecuador

Cuadro 1. Laboratorios participantes en la RELASE.

#	Nombre	Ciudad
1	Clínica Agrícola (AGROBIOLAB)	Quito
2	Centro de Investigación de la Caña de Azúcar (CINCAE)	El Triunfo
3	Laboratorio de Investigación Agrícola de Comisión de Energía Atómica (CEEA)	Quito *
4	Laboratorio de Análisis de Suelos, Plantas y Aguas (INIAP -E.E. Boliche)	Guayaquil
5	Laboratorio de Análisis de Suelos, Plantas y Aguas (INIAP -E.E. Santa Catalina)	Quito
6	Laboratorio de Análisis de Suelos, Plantas y Aguas (INIAP -E.E. Pichilingue)	Quevedo
7	Laboratorio Agropecuario	Santo Domingo
8	Laboratorio del Campo del Ingenio San Carlos	Guayaquil
9	Laboratorio de Suelos (SESA/MAG)	Tumbaco
10	Laboratorio NEMALAB	Machala
11	Laboratorio de Química Agrícola y Suelos Universidad Central	Quito
12	Laboratorio de Suelos Aguas y Plantas. Universidad Agraria del Ecuador	Guayaquil**
13	Laboratorio de Análisis de Suelos y Foliar. Universidad Tecnológica Equinoccial de Santo Domingo de los Colorados	Santo Domingo
14	Laboratorio Métodos Instrumentales. Universidad Particular de Loja	Loja
15	Laboratorio de Suelos Aguas y Plantas. Universidad Nacional de Loja	Loja*

* Sin participar desde el año 2005

** Sin participar desde el año 2004

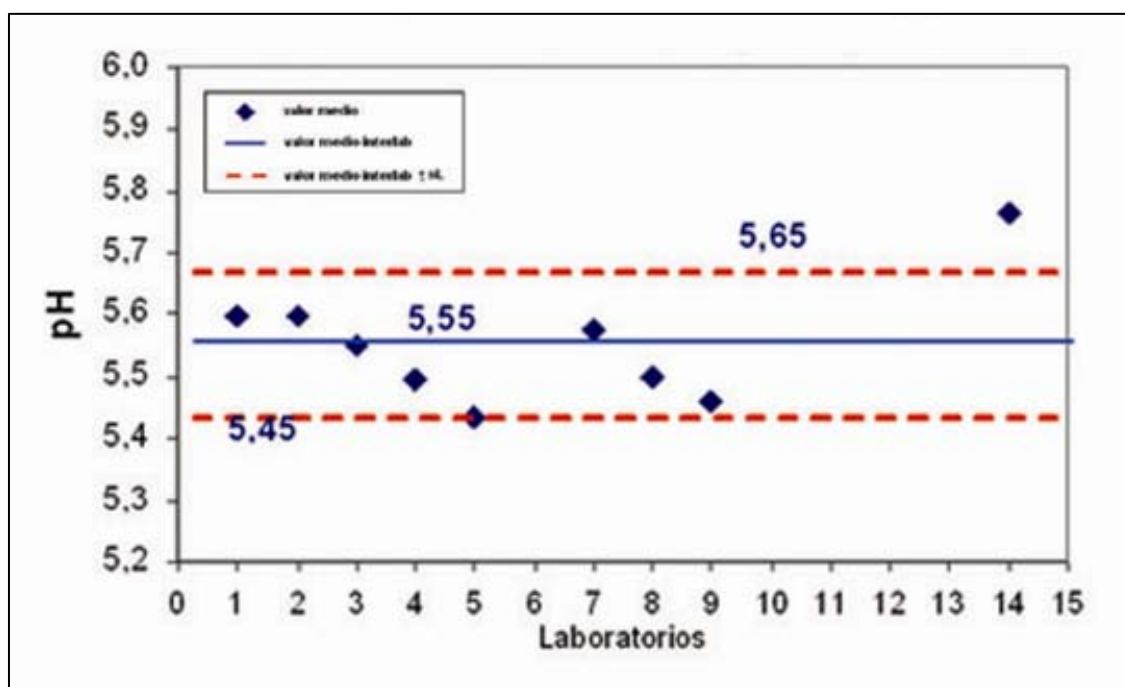


Gráfico 1. Datos promedio de los laboratorios participantes en pH.

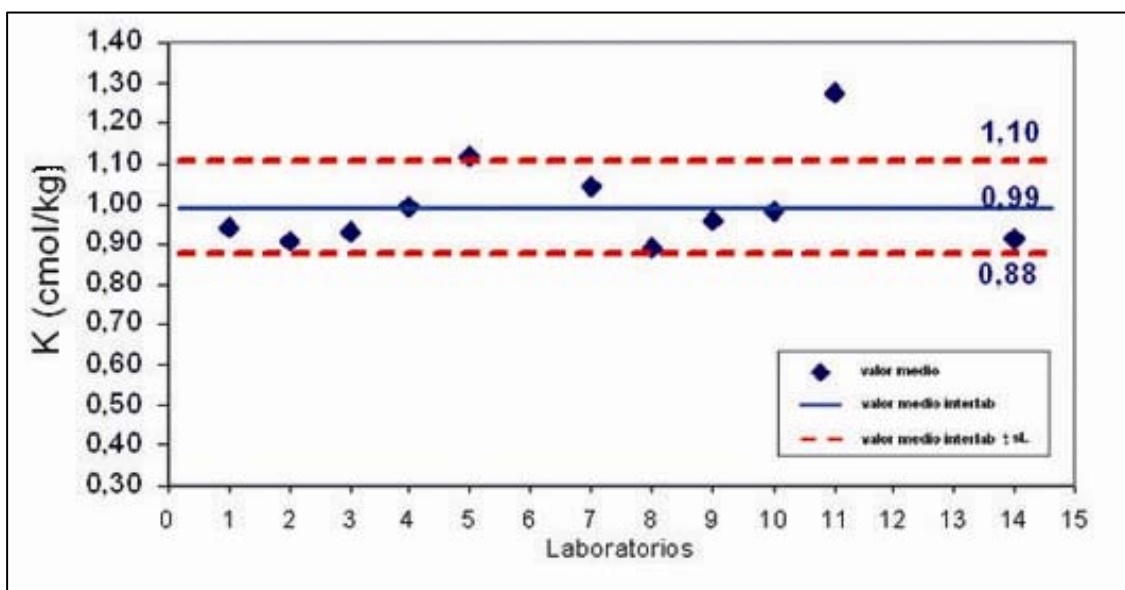


Gráfico 2. Datos promedio de los laboratorios participantes en K.

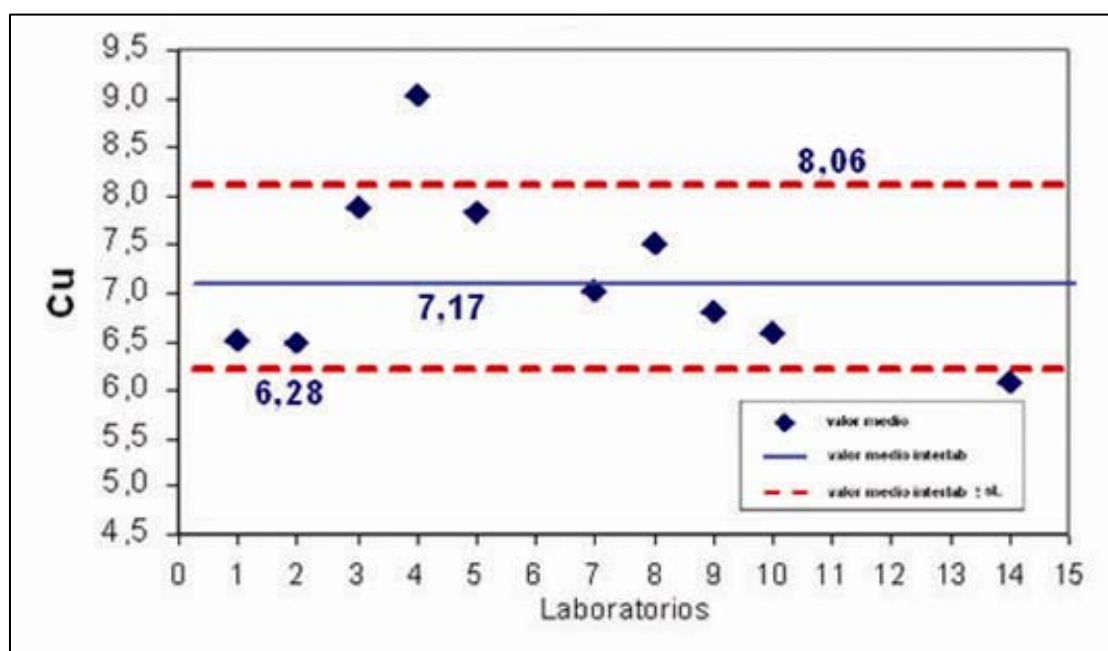


Gráfico 3. Datos promedio de los laboratorios participantes en Cu.

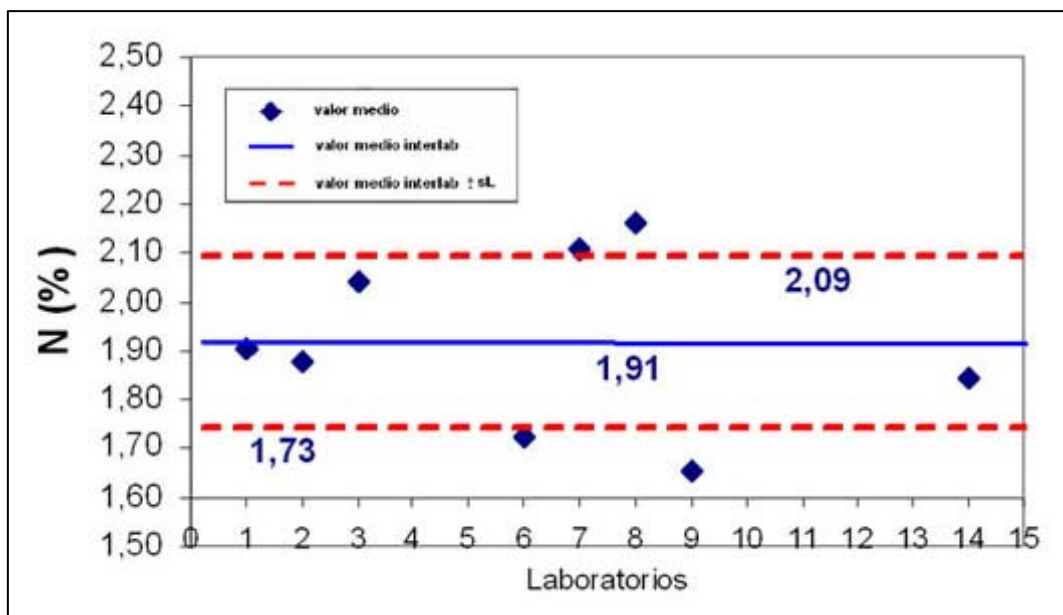


Gráfico 4. Datos promedio de los laboratorios participantes en N.

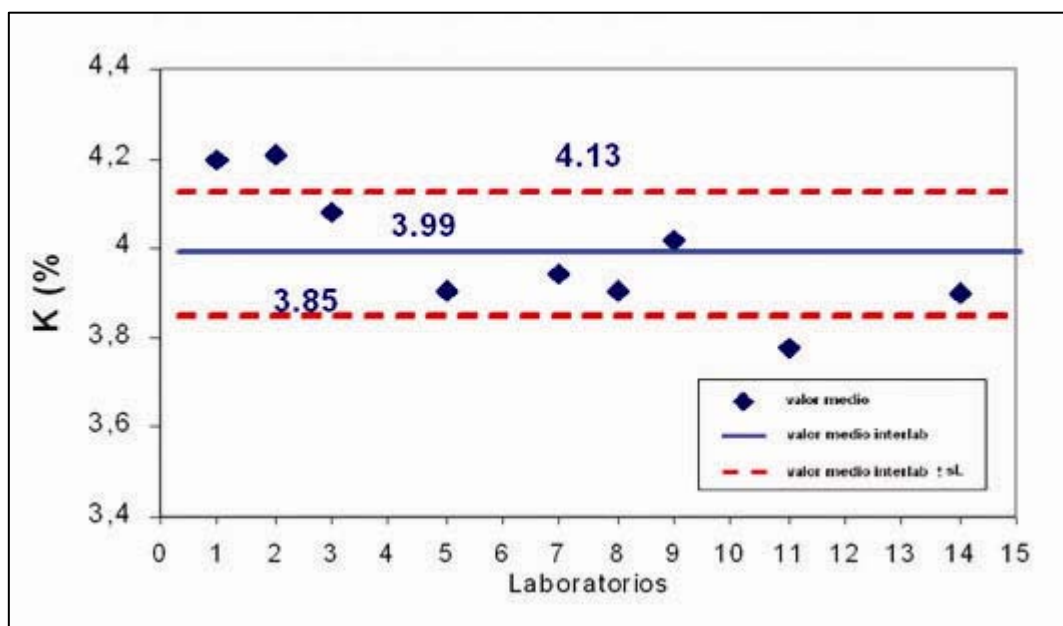


Gráfico 5. Datos promedio de los laboratorios participantes en K.

2.2 Condiciones de seguridad

En la preparación y manipulación de las muestras la RELASE se compromete:

- Garantizar la homogenización de las muestras.
- Emplear métodos de conservación de acuerdo con el tipo de muestra
- Evaluar las muestras preparadas, antes de su empleo, desde el punto de vista de su exactitud, precisión y durabilidad.

- En la preparación de las muestras no se emplearán utensilios, y equipos que puedan contaminar el producto (muestra control); esto es válido para los envases, los cuales deben garantizar un cierre hermético.
- Enviar las muestras por procedimientos ágiles, que permitan que éstas lleguen a su destino en el menor tiempo posible y con seguridad, por lo que el embalaje de ellas será adecuado para su protección.
- Para que los resultados sean confiables, se deberán complementar todas las indicaciones que aparecen en el instructivo que envía el centro coordinador.

2.3 Acciones correctivas

Los resultados permiten evaluar los laboratorios participantes con el ánimo de realizar acciones correctivas, las cuales pueden solicitarse a la RELASE por el propio laboratorio afectado o pueden realizarse internamente.

Dentro de las acciones correctivas tenemos las siguientes:

- Asesoría directa y sistemática.
- Auditorias al sistema de calidad del laboratorio.
- Capacitación del personal.

En los casos que se haga un acuerdo entre el laboratorio y la RELASE, se podrán enviar sistemáticamente muestras para evaluar el laboratorio por un período determinado de tiempo.

2.4 Métodos de ensayo

En este aspecto se logró realizar la standardización de las Metodologías de Análisis de suelos y plantas.

Cuadro 2. Metodologías de análisis utilizadas en la Red de Laboratorios de suelos del Ecuador. (RELASE).

Matriz	Parámetro	Método
suelo	pH	Potenciometrico
suelo	Potasio	Olsen Modificado
suelo	Cobre	Olsen Modificado
Plantas	Potasio	Digestión Húmeda
Plantas	Nitrógeno	Micro kjeldah

2.5 Evaluación del desempeño

La evaluación del desempeño de los laboratorios participantes se realizó de acuerdo con los procedimientos aceptados internacionalmente. Se utilizó como criterio el cálculo del parámetro “Z”, definido de la siguiente manera:

$$Z = (X_{1/2} - X_{ref}) / S_L$$

Donde:

$$X_{1/2} = \text{promedio por cada laboratorio} = \sum X_i / r$$

X_{ref} = valor asignado a la concentración de los analitos de la muestra enviada.
En este caso se utilizó el valor medio inter laboratorios obtenido con el procedimiento descrito.

R = número de replicas informadas 5

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

Este último parámetro es el obtenido mediante el tratamiento estadístico, es decir, representa el desvío estándar de los datos estadísticamente aceptables. Los valores del parámetro z así obtenido pueden verse en los Gráficos 6, 7, 8, 9, 10.

De acuerdo con la definición dada, es posible clasificar a los laboratorios de la siguiente forma:

$[Z] \leq 2$ satisfactorio, $2 < [Z] < 3$ cuestionable, $[Z] \geq 3$ no satisfactorio

2.6 Tratamiento estadístico de los resultados

Los datos se sometieron a las pruebas de Cochran y Grubbs:

2.6.1 Prueba de Cochran

Dado un conjunto de desviaciones estándar S_i todas calculadas a partir del mismo número de replicados de resultados de ensayo, el criterio de Cochran resulta:

$$C = S^2_{\max} / \sum S^2_i$$

Este valor de C se compara con el valor crítico de las correspondientes tablas para un 95% de nivel de confianza.

2.6.2 Prueba de Grubbs

Para calcular la estadística del test de Grubbs simple, se calcula el promedio para cada laboratorio (por lo menos de tres datos) y luego la desviación estándar de esos L promedios (designada como la s original). Se calcula la desviación estándar del conjunto de los promedios luego de haber eliminado el promedio más alto (S_a) y lo mismo luego de haber eliminado el promedio más bajo (S_b).

Entonces se calcula la disminución porcentual en la desviación estándar como sigue:

$$100 \times [1 - (S_b/s)] \quad \text{y} \quad 100 \times [1 - (S_a/s)]$$

El más alto de estos dos decrecimientos porcentuales se compara con el valor crítico de Grubbs para el número de laboratorios considerado (probabilidad = 2.5%) y cuando la excede se rechaza, recomenzando el ciclo. Este procedimiento permitió seleccionar los datos estadísticamente aceptables, a partir de los cuales se calculó el valor medio y la desviación estándar inter laboratorio.

Cuadro 3. El resumen de los resultados obtenidos, se presentan a continuación.

Matriz	Parámetro	Valor medio interlab	Desviación estándar interlab. (S_L)	Desviación estándar interlab. Relativa porcentual ($S_{Lrelativa}$ %)
Suelos	pH	5.55	0.10	1.80
Suelos	Potasio cmol/kg	0.99	0.11	11.1
Suelos	Cu ug/ml	7.18	0.89	12.4
Plantas	Nitrógeno %	1.91	0.18	9.42
Plantas	Potasio %	3.99	0.14	3.51

En el mismo pueden observarse los desvíos del promedio de los resultados de cada laboratorio, respecto del valor medio inter laboratorio.

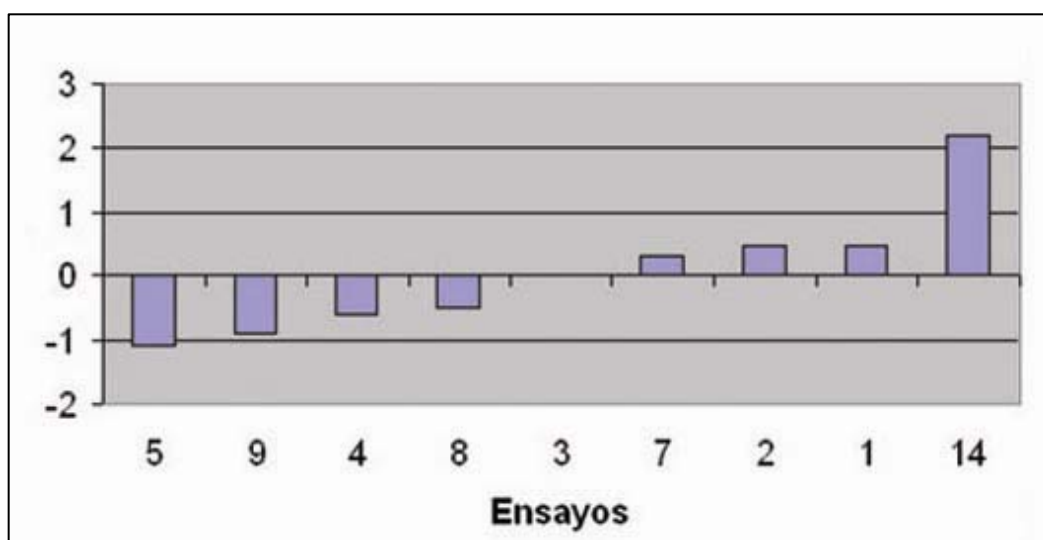


Gráfico 6. Parámetro z – pH suelos.

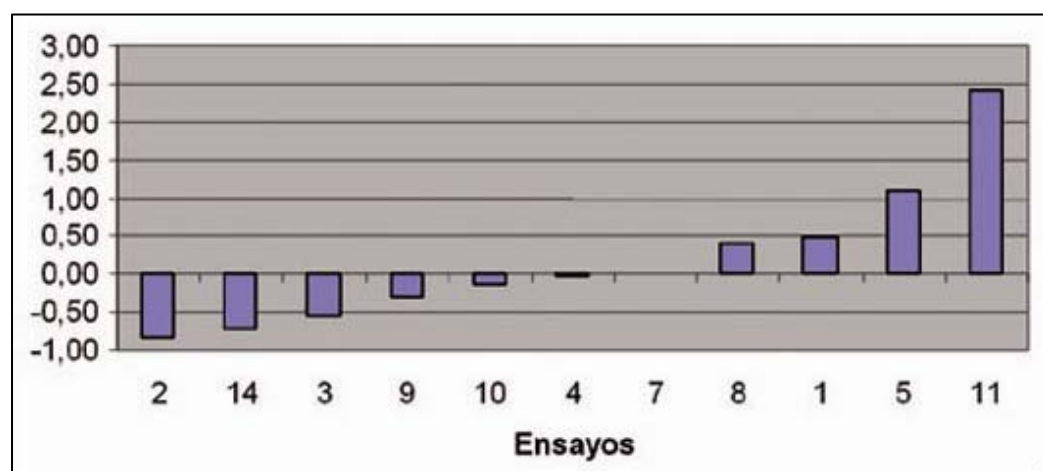


Gráfico 7. Parámetro z – Potasio suelos.

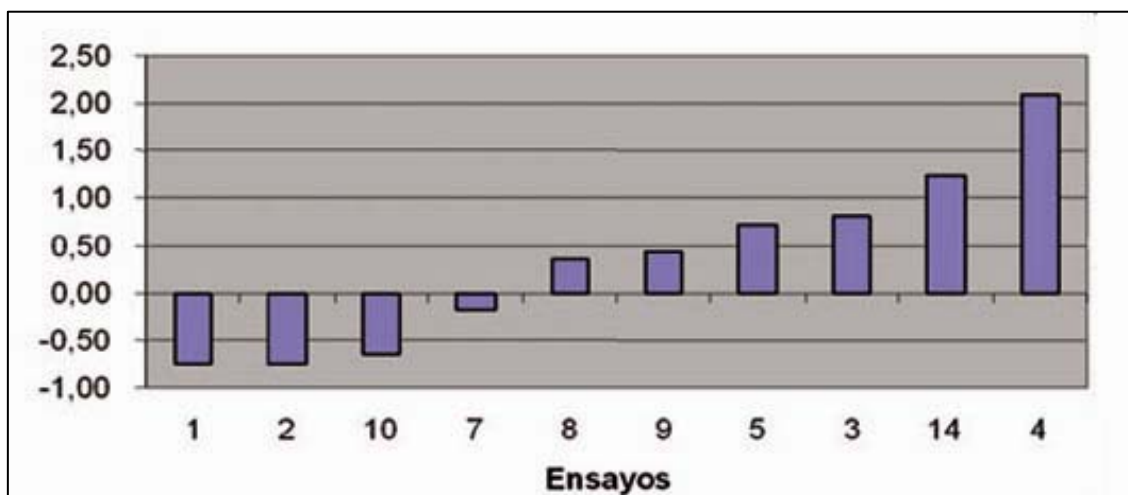


Gráfico 8. Parámetro z – Cobre suelos.

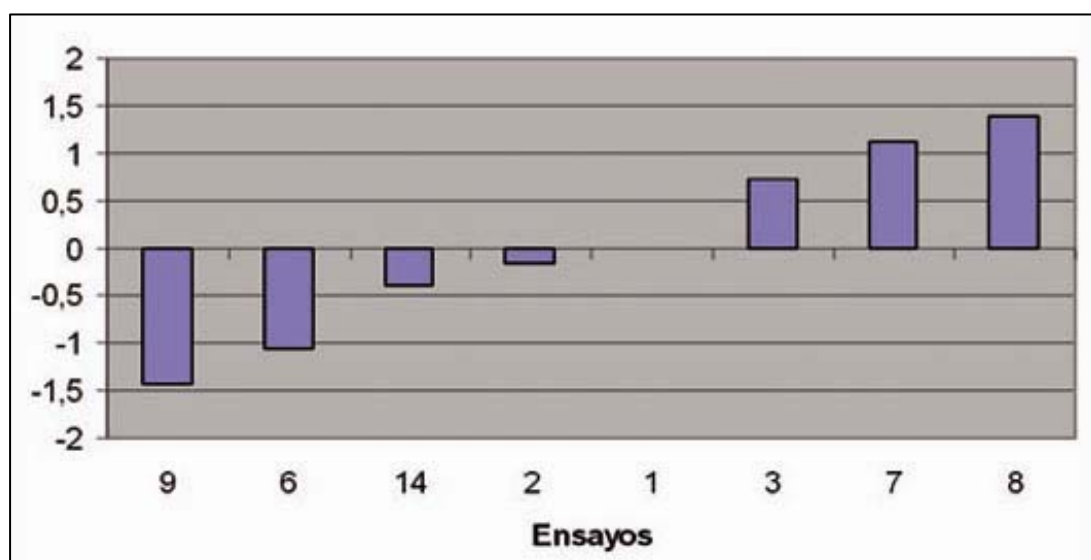


Gráfico 9. Parámetro z – Nitrógeno foliar.

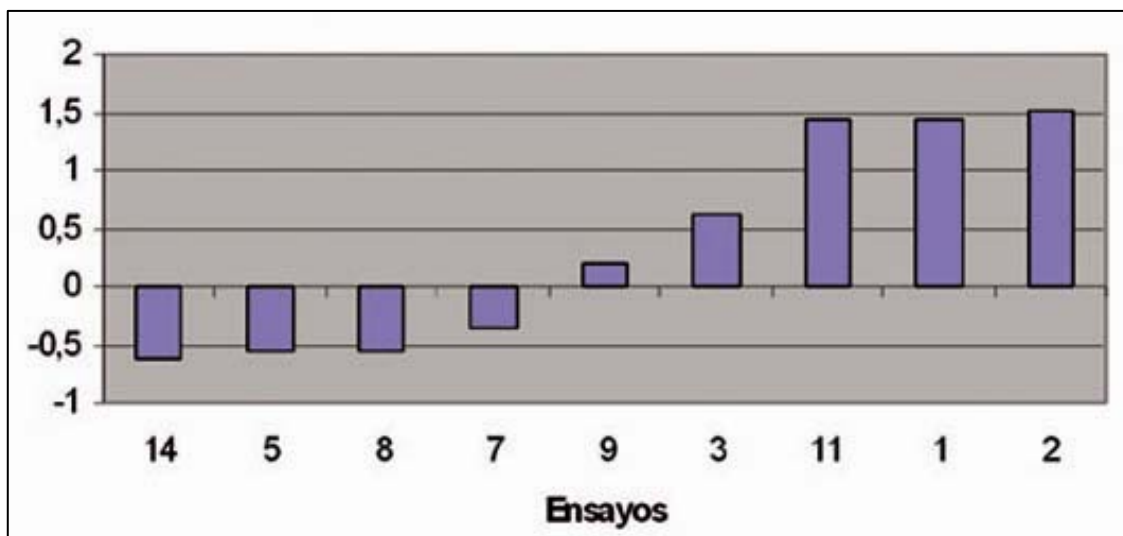


Gráfico 10. Parámetro z – Potasio foliar.

3. RESULTADOS

3.1 Análisis Químico de Suelos

pH.- En esta determinación se eliminaron 3 laboratorios en el tratamiento estadístico, 7 están en un nivel satisfactorio y uno cuestionable.

Potasio.- De los once laboratorios participantes tenemos 10 a nivel satisfactorio y uno cuestionable.

Cobre.- En la determinación de cobre tenemos 9 laboratorios a nivel satisfactorio y uno cuestionable tal como lo podemos ver en el Cuadro 4.

Cuadro 4. Evaluación del desempeño de los laboratorios mediante Z Score.

Suelos	$[Z] \leq 2$	$2 < [Z] < 3$	$[Z] \leq 3$
pH	8	1	-----
Potasio	10	1	-----
Cobre	9	1	----

3.2 Análisis Químico de Plantas

En el caso de Análisis Químico de Plantas en las determinaciones de Nitrógeno Potasio que estamos realizando la ínter comparación todos los laboratorios participantes están en un nivel satisfactorio, tal como lo podemos ver en el Cuadro 5.

Cuadro 5. Evaluación del desempeño de los laboratorios mediante **Z** Store.

Plantas	$[Z] \leq 2$	$2 < [Z] < 3$	$[Z] \leq 3$
Nitrógeno	9	-----	-----
Potasio	8	-----	-----

4. CONCLUSIONES

Se puede concluir que el país cuenta con laboratorios para análisis químico de suelos y plantas con Metodologías estandarizadas y entregando datos confiables.

5. BIBLIOGRAFIA

- Enríquez, C. et al. 1998. La Fertilidad de Suelos. Manual de Laboratorio. CIA. Universidad de Costa Rica. San José 64 p.
- INSTITUTO NACIONAL AUTONOMO DE INVESTIGACIONES AGROPECUARIAS 2001. Métodos de Análisis de Suelos plantas y Aguas utilizados en los Laboratorios del INIAP. Departamento Nacional de Manejo de Suelos y Aguas. E:E:Boliche. 79p.
- Merino, Leonardo. 2005 Validación de Métodos Analíticos y Calculo de la Incertidumbre de la Medición. Curso dictado por OAE y la CAF
- Precision of test methods. Determination of repeatability and reproducibility for a Standard test method by interlaboratory test, International Standard ISO 5725.
- Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement EURCHEM/CITAC Guide. Second ition (2000)
- Serrano, Roque. 2003. Introducción al Análisis de Datos Experimentales. Universidad Jaume I, España 189p.