

Control de calidad de los resultados analíticos en el Laboratorio de Análisis Foliare y de Suelos de Cenipalma

Quality control system used in the Leaf and Soil Analysis Laboratory of Cenipalma

Maníes Cuéllar Sánchez; Fernando Munévar Martínez ¹

RESUMEN

El sistema de control de calidad utilizado en el Laboratorio de Análisis Foliare y de Suelos de Cenipalma hace referencia a los mecanismos utilizados para garantizar que los resultados sean veraces y reproducibles. Este sistema de control de calidad comprende dos niveles: el control interno, el cual hace referencia a las medidas establecidas en el laboratorio para controlar todas las actividades que hacen parte del proceso de análisis, y el control de calidad externo, que consiste en la participación en programas de cooperación con otros laboratorios similares. Los resultados encontrados durante los años 1998, 1999 y 2000 con las variables estadísticas que se utilizan para evaluar la calidad, muestran que además de haber iniciado la operación del laboratorio dentro de los estándares internacionales de calidad, ha habido un mejoramiento continuo en esta materia. Los coeficientes de variación de los diferentes análisis son bajos y ello permite que el laboratorio garantice a los usuarios que la variabilidad en los análisis de las muestras de referencia sea inferior a una desviación estándar.

SUMMARY

The quality control system used in Cenipalma's Leaf and Soil Analysis Laboratory refers to the mechanisms used to guarantee that the results are true and can be reproduced. This quality control system includes two levels : the internal control, which makes reference to the measures established in the laboratory to control all of the activities which form part of the analysis process and the external quality control, which is made up of the participation in cooperation programs with other similar laboratories. The results found during the years 1998, 1999 and 2000 with the statistical variables that are used to evaluate the quality, show that besides having initiated the laboratory's operation within the international quality standards, there has been a continued improvement on this subject. The variation coefficients of the different analyses are low and this allows the laboratory to guarantee to the users that the variability of the analyses of reference samples will be less than a standard deviation.

Palabras claves: Control de calidad. Laboratorio de suelos. Laboratorio análisis foliares.

Investigador Asistente y Líder del Área de Manejo de Suelos y Aguas, respectivamente. Cenipalma. Apartado Aéreo 252171. Bogotá, D.C., Colombia.

INTRODUCCIÓN

Como parte importante en el cumplimiento de los objetivos institucionales, Cenipalma instaló el Laboratorio de Análisis Foliares y de Suelos, el cual entró en pleno funcionamiento a comienzos de 1998. Conscientes del valor estratégico que tienen los análisis foliares y de suelos para el manejo de las plantaciones y del aporte que estas herramientas pueden hacer al logro de la competitividad del sector, se consideró, desde un comienzo, que un aspecto de la mayor trascendencia para este laboratorio debería ser el alto nivel de calidad de los análisis y del servicio en general.

El control de calidad de un laboratorio hace referencia a todos los pasos prácticos que se dan para realizar un seguimiento a las operaciones de rutina establecidas en la producción de datos analíticos, con el fin de minimizar la frecuencia y magnitud de los errores. Esto incluye mecanismos para decidir si los datos son completamente satisfactorios, según los requerimientos de calidad establecidos (van Reeuwijk 1997).

El sistema de calidad debe ser capaz de detectar y prevenir posibles errores durante el análisis, además de garantizar que la respuesta del laboratorio siempre se encuentre dentro de los mismos niveles de variación. En suma, estas actividades tienen como propósito la producción de datos confiables con el mínimo de errores.

Es bastante claro que la producción con calidad en un laboratorio es una actividad que requiere de un continuo esfuerzo humano e inversión de recursos, por lo cual la calidad cuesta. Es así como se ha estimado que entre el 10 y el 20% del total del costo del análisis se debe atribuir al control de calidad (van Reeuwijk 1997).

Para funcionar dentro de los parámetros de calidad se deben cumplir al menos cuatro condiciones:

- Disponibilidad de recursos y de personal.
- Optimización de procesos y recursos.
- Capacitación permanente del personal.
- Mejoramiento continuo del nivel de producción.

El control de calidad implica una organización de las actividades y definición de las condiciones bajo las cuales éstas puedan ser controladas, reportadas y archivadas. Esta organización requiere del uso de procedimientos y protocolos específicos para cada actividad.

Este texto tiene como objetivo dar a conocer el sistema de control de calidad que sigue el Laboratorio de Análisis Foliares y de Suelos de Cenipalma durante el proceso de análisis de las muestras enviadas por los palmicultores y las que hacen parte de los proyectos de investigación. Las actividades de control de calidad están agrupadas en el control de calidad interno y el control externo.

CONTROL DE CALIDAD INTERNO

Se refiere a los mecanismos diseñados en el laboratorio para garantizar la confiabilidad del dato analítico y está dividido en tres niveles de control: instrumental, analítico y agronómico.

Nivel Instrumental

Para que un laboratorio pueda ser competitivo necesita contar con una infraestructura adecuada para sus propósitos. Se requiere que los instrumentos de medición sean adecuados para el tipo de análisis que se va a realizar. Además, es importante contar con espacios especialmente diseñados según las condiciones de operación particulares y una multiplicidad de materiales y equipos complementarios, de especificaciones igualmente apropiadas.

Los medios físicos en el laboratorio se pueden dividir en:

- *Reactivos*. Los reactivos utilizados deben tener un grado de pureza específico para evitar posibles contaminaciones de la muestra. Es así como el laboratorio de Cenipalma utiliza reactivos grado analítico, los cuales garantizan un 99.9% de pureza. El laboratorio cuenta con un espacio especial para su almacenamiento, lo cual garantiza la integridad e identidad de los productos.

- *Equipos de medición primaria.* Como pipetas, buretas, dispensadores, balanzas, termómetros. Las micropipetas y los dispensadores son calibrados antes de ser utilizados.
- *Equipos varios y materiales.* Como estufas, muflas, refrigeradores, etc.. Para estos equipo sólo es necesario el mantenimiento preventivo.
- *Equipos de detección.* Como espectrofotómetros de absorción atómica y ultravioleta - visible. Estos equipos miden la concentración del analito (especie química que se está analizando) a través de una señal propia de cada instrumento (por ejemplo, la absorbancia). Para relacionar la señal del instrumento con la concentración del analito es necesario utilizar curvas de calibración, cuya construcción consiste en dibujar en una gráfica la respuesta del equipo a una serie de muestras de concentración conocida. Como se observa en la Figura 1, la concentración se ubica en el eje de las abscisas y la respuesta del equipo en el eje de las ordenadas. Las curvas deben obtenerse con un mínimo de seis patrones, con los cuales se realiza el análisis de regresión, del cual se obtiene el coeficiente de correlación, que indica la medida del ajuste de los puntos a una línea recta; este valor debe ser lo más cercano a uno (Fig. 2).

El laboratorio realiza una curva de calibración cada vez que se va a analizar un elemento. Los espectrofotómetros dibujan la gráfica de manera automática y determinan el coeficiente de correlación y la pendiente (Fig. 2).

Como criterio de decisión, en el laboratorio de Cenipalma se definió que las curvas de calibración deben tener como mínimo un coeficiente de correlación de 0,999, lo cual garantiza que como mínimo el 99,9 % de la respuesta del equipo se debe al elemento que se está analizando. Los valores desconocidos de las muestras son determinados por interpolación automática en el rango de la curva.

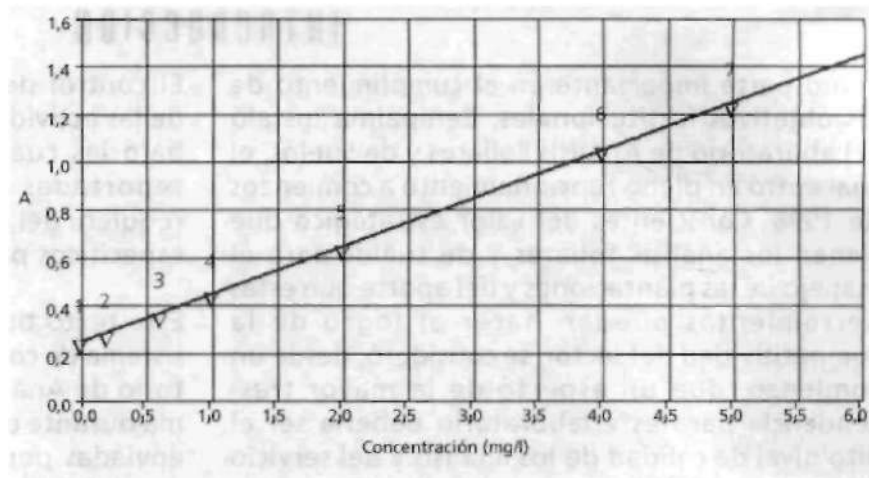


Figura 1. Curva de calibración para el análisis de boro. El eje vertical corresponde a la absorbancia (A) y el horizontal a la concentración.

De los dos espectrofotómetros con que cuenta el laboratorio, el que necesita una mayor optimización es el equipo de absorción atómica, al cual se le deben ajustar las siguientes condiciones antes de realizar el análisis:

CALIBRATION

Date: 12/10/00 Time: 9:39:29 AM
 Instrument: Perkin-Elmer Lambda 10 Serial No: 81036
 Method: BFOLIAR
 Ordinate mode: Single wavelength
 Baseline: No correction (0.00 0.00)
 Analyst:

Wavelength(s)	Sample ID	Concentration	Ord. value	Comment
430.0	0.0 bfoliar.A01	0.0000 mg/l	0.2577	
430.0	0.0 bfoliar.A02	0.2000 mg/l	0.2858	
430.0	0.0 bfoliar.A03	0.6000 mg/l	0.3722	
430.0	0.0 bfoliar.A04	1.0000 mg/l	0.4534	
430.0	0.0 bfoliar.A05	2.0000 mg/l	0.6547	
430.0	0.0 bfoliar.A06	4.0000 mg/l	1.0615	
430.0	0.0 bfoliar.A07	5.0000 mg/l	1.2469	

$$\text{Equation: } y = 2.529557e-01 + 2.001211e-01 * x$$

Residual error: 0.006103

Correlation coefficient: 0.999899

Figura 2. Facsímil de la información estadística desplegada por el espectrofotómetro Lambda 10 para la curva de calibración del análisis de boro foliar.

- Respuesta del equipo a un patrón de 4 ppm de cobre, la cual debe ser superior a 0,2000 unidades de absorbancia.
- Optimización de la concentración característica, la cual está definida como la concentración de un elemento (en mg/l) requerida para producir una señal del 1% de absorbancia (0,0044).

Después de la calibración se realiza el análisis de las muestras. Idealmente, la respuesta de los equipos no debería cambiar durante el tiempo de medida. En la práctica, esto sólo ocurre cuando el número de muestras es bajo o la concentración de las muestras en análisis se encuentra dentro del rango de linealidad de la curva. Esto hace necesario realizar una recalibración durante el análisis; la estrategia de recalibración depende del instrumento con el cual se cuente, el número de muestras que se analicen por tanda y las características propias de cada análisis.

El laboratorio cuenta con un plan de mantenimiento preventivo semestral de todos sus equipos, así como un protocolo para el mantenimiento de rutina y el uso diario, el cual incluye: limpieza, optimización de condiciones de análisis y calibración.

Nivel Analítico

Su finalidad es el uso de herramientas estadísticas para determinar objetivamente si los datos producidos en el laboratorio cumplen con los parámetros de calidad. Para lograr esto es necesario el uso de muestras de referencia o patrón y conceptos como exactitud y precisión, los cuales indican la reproducibilidad de los datos con respecto a otros laboratorios.

Tandas de análisis

Las muestras que se analizan en el laboratorio se agrupan en tandas de análisis. Cada una esta conformada por cuatro tipos de muestras, las cuales se describen a continuación:

Muestra de referencia: Es una muestra cuyos valores fueron determinados correctamente por

varios laboratorios con el mismo método y del cual se conoce la incertidumbre de los datos y su estado de confiabilidad. Además, el origen de la muestra y los datos pueden ser rastreados. El laboratorio de Cenipalma en la actualidad cuenta con muestras foliares de referencia, las cuales se adquieren en el programa WEPAL (Wageningen Evaluating Programs for Analytical Laboratories) de la Universidad de Wageningen en Holanda.

Muestra control: Es una muestra de referencia construida en el laboratorio, de la cual todos los parámetros han sido analizados como mínimo 50 veces en tiempos diferentes. El laboratorio cuenta con una muestra control para tejido foliar y dos muestras control para suelos. Con los datos obtenidos en los análisis de las muestras de referencia y de las muestras control se construyen los respectivos cuadros de control.

Muestras blanco: Las soluciones denominadas como blanco son aquellas a las cuales se les realiza todo el proceso analítico, pero que no contienen los elementos que se van a analizar. Se utilizan para realizar un seguimiento a la calidad de los reactivos empleados y al proceso de análisis. Una de sus principales finalidades es la eliminación de riesgos de contaminación.

En una tanda de análisis de tejido foliar se tiene la siguiente relación entre los diferentes tipos de muestras: una (1) muestra de referencia, una (1) blanco y 18 muestras de concentración desconocida. El total de las muestras (incluyendo las muestras de referencia y los blancos) en la tanda es de 120.

En el caso del análisis de suelos la relación correspondiente es: una (1) muestra control, una (1) blanco y 27 muestras de concentración desconocida. El total de muestras en la tanda es de 58.

Análisis estadístico

Para el seguimiento de la variación de los resultados de una tanda de análisis se utiliza el Cuadro de Control de la Media o de Shewart. Este cuadro que se basa en la distribución normal, muestra la relación de un dato alrededor del valor medio. La interpretación y uso práctico de los cuadros de control están basados en ciertas

reglas derivadas de la probabilidad estadística de la distribución normal (van Reewijk 1997).

Para la construcción del cuadro de control es necesario haber analizado más de 50 veces la muestra control. Con los valores individuales del análisis se calcula el valor medio y la desviación estándar. El cuadro de control relaciona los valores encontrados para la muestra control o de referencia en cada tanda de análisis, con unos niveles de aceptación o rechazo. Estos niveles son:

- Límites de Seguridad: Se construyen adicionando o restando al valor medio dos veces el valor de la desviación estándar obtenida al analizar 50 veces la muestra control.
- Límites de Acción: Se construyen adicionando o restando al valor medio tres veces el valor de la desviación estándar obtenida al analizar 50 veces la muestra control.

De esta forma se obtienen los límites de seguridad inferior y superior y los límites de acción inferior y superior, respectivamente. Teniendo en cuenta lo anterior, el principio del cuadro de control asume que cuando un dato se encuentra dentro de los límites de seguridad, el sistema está bajo control y los resultados de la tanda pueden ser aceptados (Houba et al. 1996a).

Se han establecido reglas de uso del cuadro de control. Si alguna de las siguientes condiciones se cumple, la tanda debe ser rechazada:

1. Si se obtiene un dato por fuera de los límites de acción.
2. Si se encuentran dos valores sucesivos sobre el mismo límite de seguridad.
3. Si se encuentran seis valores sucesivos al mismo lado de la media.

Cuando alguna de estas reglas aplica es necesario repetir el análisis de la tanda; si el siguiente

punto es satisfactorio se puede continuar el análisis y si no, es necesario investigar cuáles son las causas del error.

El Laboratorio de Análisis Foliar y de Suelos de Cenipalma puso en práctica esta metodología de control de los resultados obtenidos para todos los análisis (Fig. 3). Es así como además de asegurar la exactitud y dar información sobre la precisión de los análisis, también es una herramienta básica como indicador para la revisión de las metodologías de análisis.

Para garantizar una mayor exactitud de los resultados reportados por el laboratorio, los niveles de seguridad y acción se hicieron más rigurosos. Es así como los límites de seguridad que se están aplicando son el valor medio más o menos una (1) desviación estándar y los límites de acción son el valor medio más o menos dos (2) desviaciones estándar.

Para realizar un seguimiento diario de estas actividades se diseñaron unos formatos, en donde se encuentra el cuadro de control para cada elemento o parámetro analizado, la información general de la tanda y los parámetros estadísticos calculados para la tanda, como son: el promedio, la desviación estándar y el coeficiente de variación.

Es importante aclarar dos términos básicos para la interpretación del cuadro de control que son la exactitud y la precisión. La exactitud se define

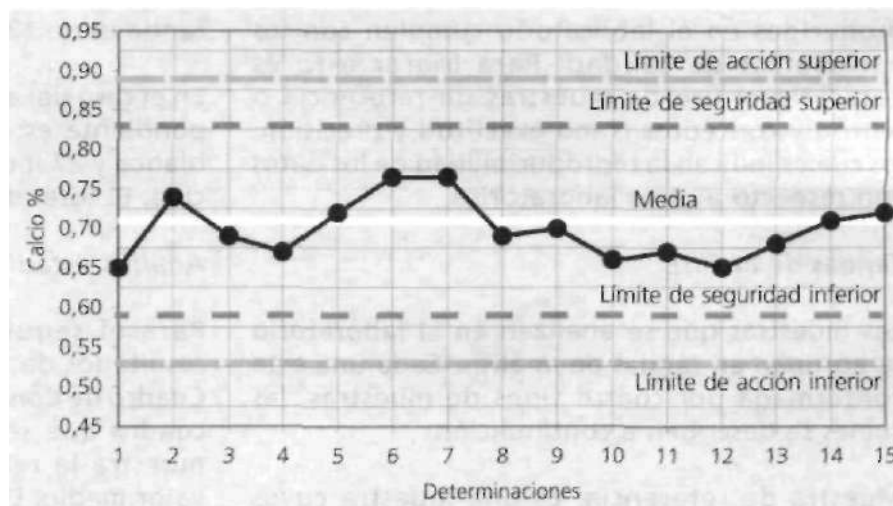


Figura 3. Ejemplo de un cuadro de control de la media para calcio foliar.

como la cercanía de un resultado a su valor verdadero, y la precisión es la cercanía entre los valores encontrados para las diferentes réplicas de una misma muestra en una tanda de análisis. Dicho de otra forma, la precisión, es la medida de la dispersión de los datos alrededor de la media y se puede expresar en términos de desviación estándar y coeficiente de variación (Scheffler 1981).

En la Tabla 1 se puede observar la cercanía de los valores medios obtenidos al analizar la muestra de referencia en el laboratorio, con los reportados por el proveedor de dicha muestra (WEPAL). Los valores medios para todos los elementos se encuentran dentro del límite de seguridad establecido, lo cual indica la exactitud de las determinaciones en el laboratorio.

Los coeficientes de variación obtenidos en el laboratorio han disminuido a través del tiempo, lo cual está relacionado con el entrenamiento progresivo del personal de análisis, factor que repercute en un aumento de la precisión (Tabla 2). Con excepción del N, todos los coeficientes de variación obtenidos en el laboratorio de Cenipalma en 2000 son inferiores a los de WEPAL, lo cual puede estar relacionado con la especialización del laboratorio en el análisis de tejido foliar de palma, aspecto que le permite un mayor ajuste de las condiciones de análisis a la naturaleza del material analizado.

En el caso del análisis de suelos, los coeficientes de variación obtenidos en el laboratorio también han disminuido a través del tiempo (Tabla 3), lo cual indica un mejoramiento progresivo en la precisión de los análisis. Debido a la heterogeneidad normal de las muestras de suelos, se esperan coeficientes de variación comprendidos entre el 10 y el 20%. Para el año

2000, en la mayoría de los análisis realizados el coeficiente de variación es menor de 15%.

Inspección Agronómica

Después de determinar que los datos analíticos cumplen con los requerimientos de calidad, éstos se someten a una inspección agronómica con el fin de determinar si los mismos son lógicos frente a las características de las muestras. En caso de identificar valores agronómicamente inesperados, el laboratorio analiza con el solicitante los factores que puedan determinar dicho comportamiento atípico. Por ejemplo, dado que es extraño encontrar una alta saturación de sodio en los suelos de los Llanos Orientales, al encontrar un valor de análisis de estas características se indagaría con el solicitante sobre la existencia de circunstancias especiales que expliquen lo encontrado. Este procedimiento es una fuente adicional de prevención de errores en el servicio.

Tabla 2. Coeficientes de variación (%) obtenidos en el laboratorio de Cenipalma para la muestra de referencia de tejido foliar a través de tres años, en relación con los datos correspondientes de WEPAL

Elemento	Laboratorios			
	WEPAL	Cenipalma 1998	Cenipalma 1999	Cenipalma 2000
N	5,0	7,8	7,3	5,2
P	6,0	10,5	8,8	4,9
K	7,0	11,2	7,5	5,4
Ca	8,0	17,3	10,6	5,0
Mg	6,0	11,4	10,9	4,9
Fe	12,0	17,3	19,1	6,9
Cu	14,0	18,3	14,5	5,5
Mn	7,0	16,4	5,0	4,2
Zn	12,0	16,2	16,3	5,1
B	17,0	10,2	4,5	6,6

Tabla 1. Comparación de los valores medios obtenidos en el laboratorio de Cenipalma para la muestra de referencia de tejido foliar, con los valores obtenidos por WEPAL

Laboratorio	No. Analisis	N	P	K	Ca	Mg	Fe	Cu	Mn	Zn	B
WEPAL	152	2,71	0,18	1,15	0,71	0,27	88,6	8,35	480	28,3	12,3
Cenipalma 1998	89	2,66	0,18	1,08	0,64	0,29	82,4	7,50	426	25,2	12,1
Cenipalma 1999	77	2,68	0,18	1,15	0,68	0,26	86,6	8,00	470	29,8	10,8
Cenipalma 2000	100	2,61	0,17	1,15	0,69	0,26	94,3	8,69	476	29,3	12,2

Tabla 3. Coeficientes de variación (%) obtenidos para la muestra control en el análisis de suelos

Elemento o atributo	Cenipalma 1998	Cenipalma 1999	Cenipalma 2000
pH	1,0	2,0	0,9
CIC	6,5	3,8	7,4
C Orgánico	10,2	11,1	1,9
K	18,1	23,4	0,2
Ca	11,0	12,6	0,9
Mg	19,9	19,0	0,2
Na	38,9	30,7	34,4
Al	15,9	14,4	5,0
P	20,9	14,9	8,0
S	25,2	21,0	16,3
B	13,1	13,0	8,0
Fe	19,8	17,5	13,1
Mn	9,8	17,5	4,1
Zn	13,9	14,7	10,5
Cu	18,4	17,2	9,7

CONTROL DE CALIDAD EXTERNO

Este nivel de control hace referencia a los estudios de cooperación con otros laboratorios y a la participación en programas nacionales e internacionales de intercambio de muestras (Houba et al. 1996).

El laboratorio en la actualidad participa en dos redes de intercambio de muestras, una en el ámbito nacional, la cual es organizada por la Sociedad Colombiana de la Ciencia del Suelo dentro de sus dos modalidades (suelos y tejido foliar) y una internacional que es la organizada por la WEPAL en los mismos dos programas de interés para el laboratorio, como lo son el IPE (International Plant Exchange) y el ISE (International Soil Exchange).

Estos programas de colaboración contribuyen al ajuste continuo de las metodologías de análisis, así como a la reproducibilidad de los resultados obtenidos entre el laboratorio de Cenipalma y otros laboratorios de su género.

Es muy importante tener en cuenta que para la implementación de un programa de control de calidad como el que ha sido descrito, es necesario contar con la buena disposición de todo el personal involucrado, desde las directivas hasta el personal auxiliar. En la actualidad otra de las ventajas competitivas con que cuenta el laboratorio, es la conciencia de la calidad que se tiene.

La práctica del sistema de control de calidad aquí descrito le ha permitido al laboratorio de Cenipalma posicionarse como uno de los de mayor calidad en el ámbito nacional, tanto para el análisis de muestras de suelo como de tejido foliar.

BIBLIOGRAFÍA

- HOUBA, V.J.G.; NOVOZAMSKY, I.; VAN DER LEE, J.J. 1996a. Quality aspects in laboratories for soil and plant analysis. Communication in Soil Science and Plant Analysis (Estados Unidos) v.27, p.327 - 348.
- HOUBA, V.J.G.; UITTENBOGAARD, J. ; PELLEN, P. 1996b. Wageningen Evaluating Programmes for Analytical Laboratories (WEPAL), Organización and purpose. Communication in Soil Science and Plant Analysis (Estados Unidos) v.27, p.421 - 431.
- SCHEFLER, W.C. 1981. Bioestadística. Fondo Educativo Interamericano S.A. Mejico, D.F.
- VAN REEUWIJK, LP 1997. Guidelines for good laboratory practice in soil and plant laboratories. International Soil Reference and Information Centre, Wageningen. Holanda. 134p.