



GLOSOLAN

GLOBAL SOIL LABORATORY NETWORK

“Control de Calidad Interno”

Mrs Nopmanee Suvannang
Dr Christian Hartmann
Patricia Moulin
Mercedes Mendez-Millan

GLOSOLAN
training sessions

2022

Muchas decisiones importantes, eg. reglamentaria, comercial o científica, se basan en los resultados de las medidas hechas en el terreno o en los laboratorios.

➡ lo suficiente confianza en los resultados para las tomas de decisiones

Con la globalización y la competición creciente para conseguir los fondos de investigación. Todos estamos sometidos a una presión cada vez mas fuerte:

(i) para demostrar la calidad de sus resultados

(ii) para demostrar que sus resultados pueden ser comparados con los resultados obtenidos por otros laboratorios y con la literatura científica.

Objetivos de la session

1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'
2. Buenas Practicas de laboratorio
« nociones »
3. Como controlar la calidad de las mediciones en el laboratorio?

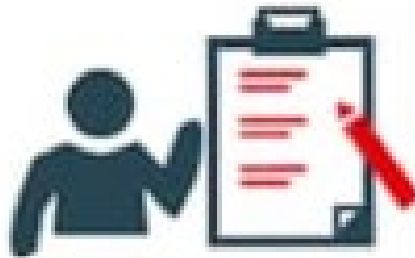


1.

**los conceptos de 'error'
y de 'buena medición'**

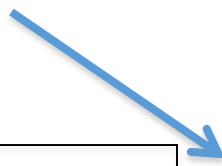
Cuando se hacen analysis:

 **Buenos resultados**



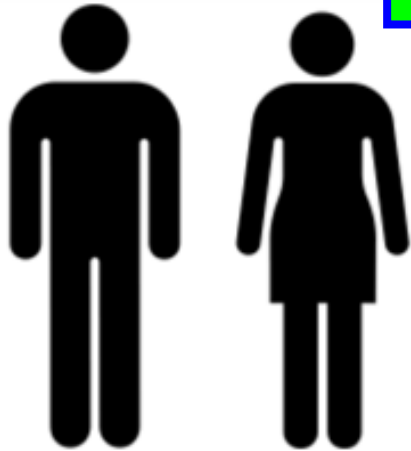
ANALISIS

Personas



Haciendo

+ reacciones químicas



1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

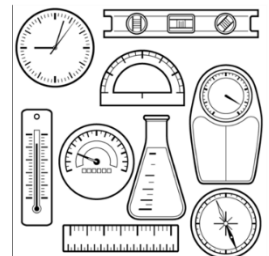
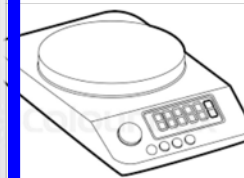
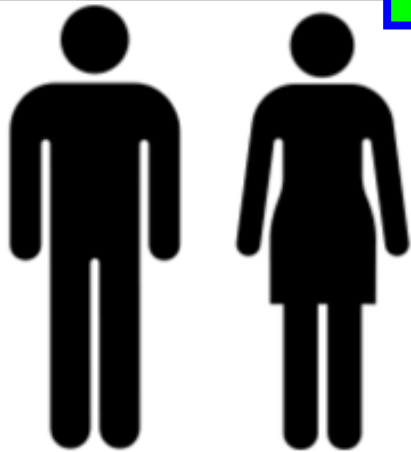
ANALISIS

Personas

utilizando → Instrumentos

Haciendo

+ reacciones químicas



1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

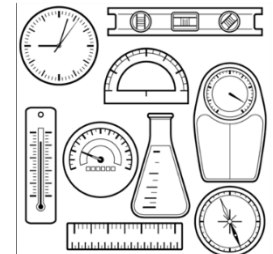
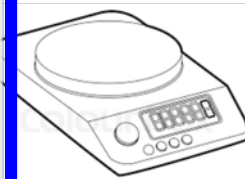
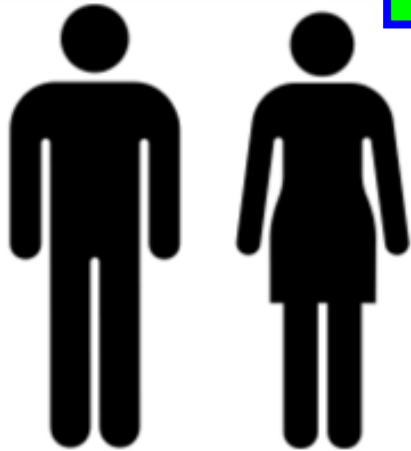
ANALISIS

Personas

utilizando → Instrumentos

Haciendo

+ reacciones químicas



ANALISIS= Sucesión de Mediciones

1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

En primer lugar, hablemos de mediciones

**Medir parecen sencillo porque....
todo el mundo lo hace en la vida cotidiana.**

1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

En primer lugar, hablemos de mediciones

**Cualquier persona puede hace una medida,
pero...**



En primer lugar, hablemos de mediciones

Cualquier persona puede hacer una medida, pero no todos podemos hacer medidas de calidad profesional



1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

**En un laboratorio
Las medidas tienen que ser de "calidad
profesional",**

la ciencia de la medición:

METROLOGÍA

Para demostrar que no es fácil hacer una medida profesional

veamos un ejemplo con un huevo...



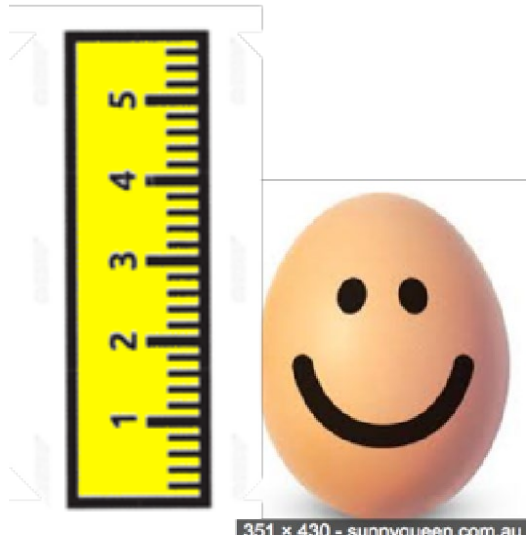
Para demostrar que no es fácil hacer una medida profesional

veamos un ejemplo con un huevo...

Cuanto mide?



1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'



1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'



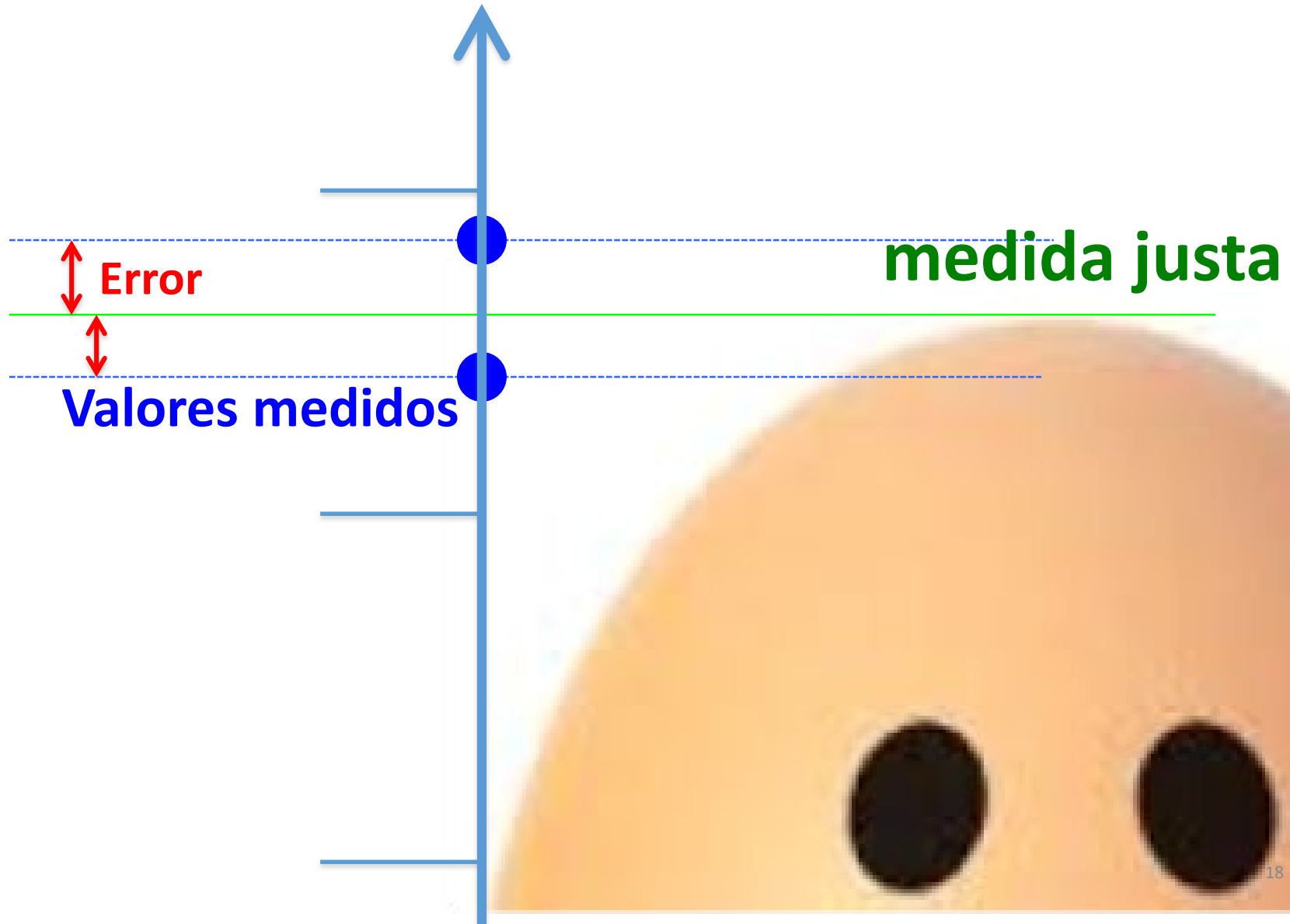
un huevo+una regla, medición por varias
personas → diferentes medidas

1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

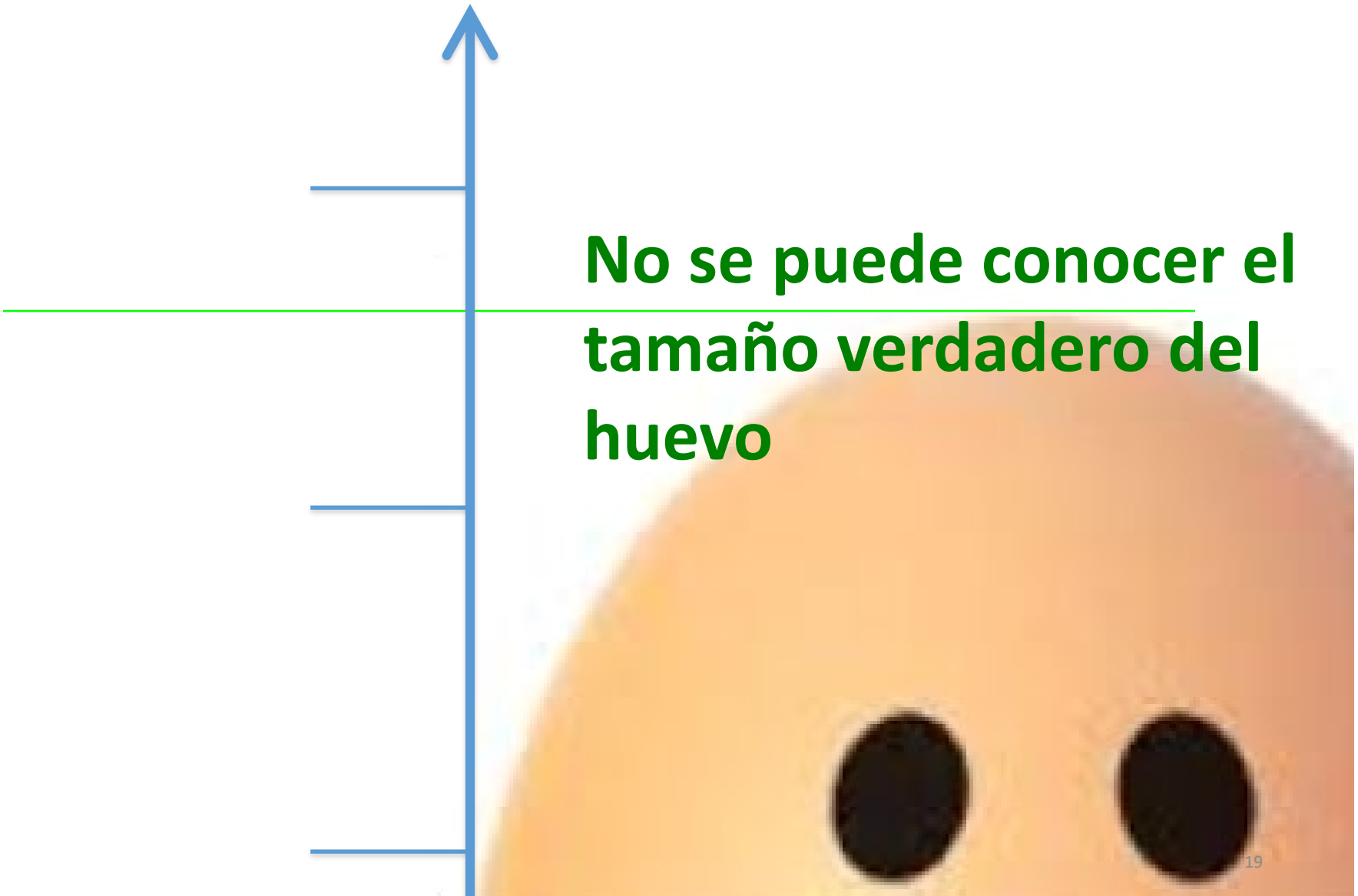


medida justa

1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'



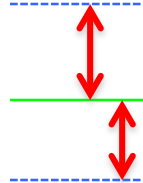
1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'



**No se puede conocer el
tamaño verdadero del
huevo**

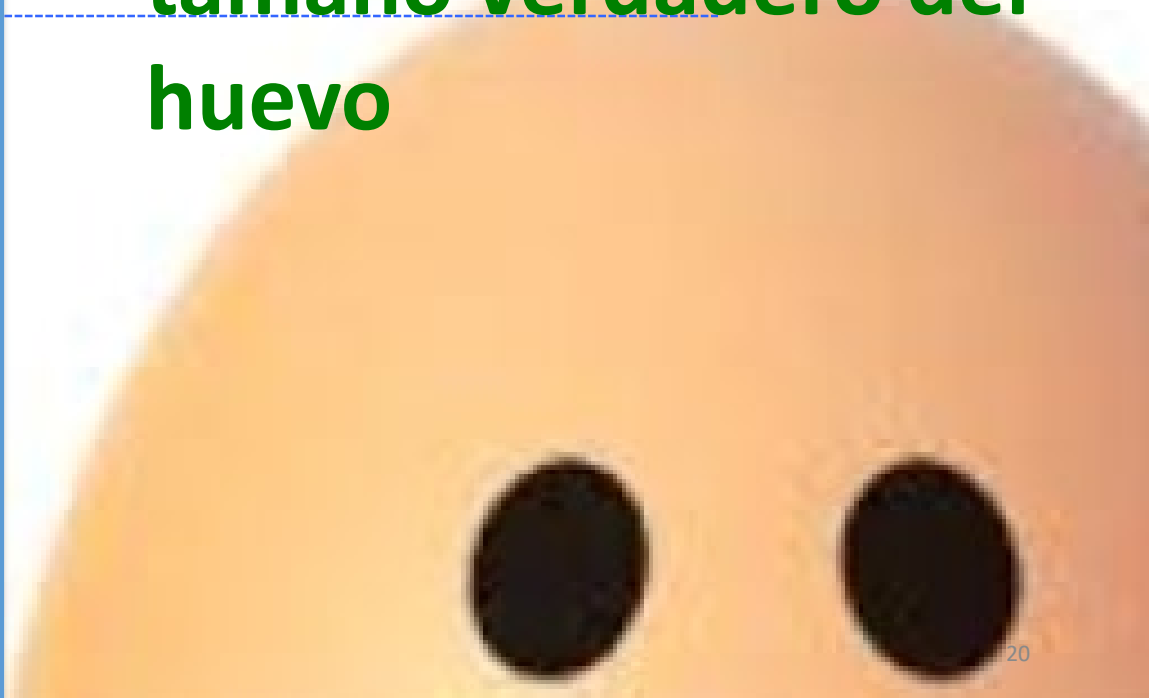
1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

**Tampoco se puede
conocer con certaza
el error**



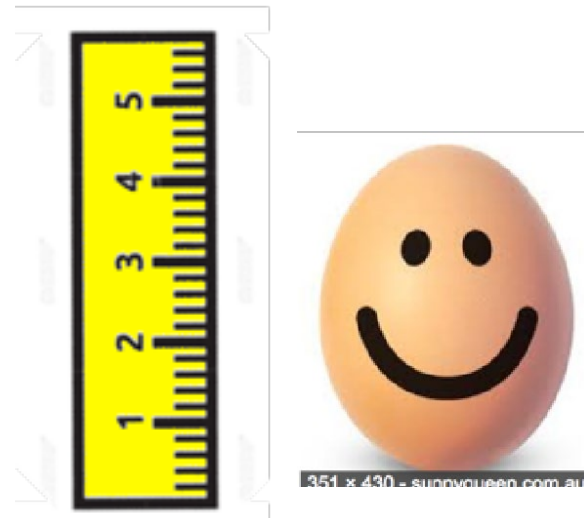
**No se puede conocer el
tamaño verdadero del
huevo**

**sólo se puede
minorar a los
errores...**



1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

Midiendo a un huevo

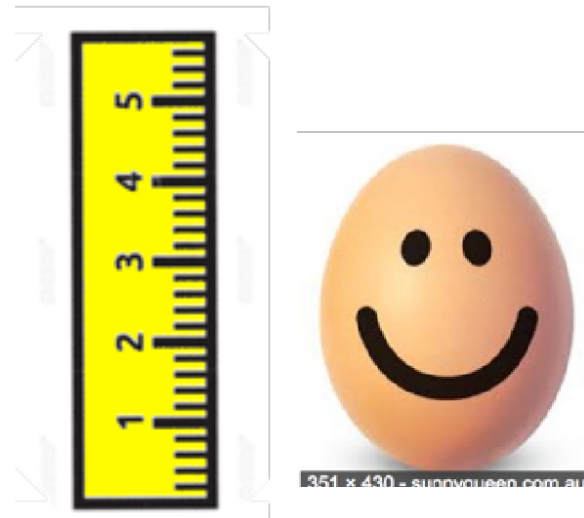


La metrología nos enseña que cada medida se acompaña de un error

medida = valor real +/- error

1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

Midiendo a un huevo



La metrología nos enseña que cada medida se acompaña de un error

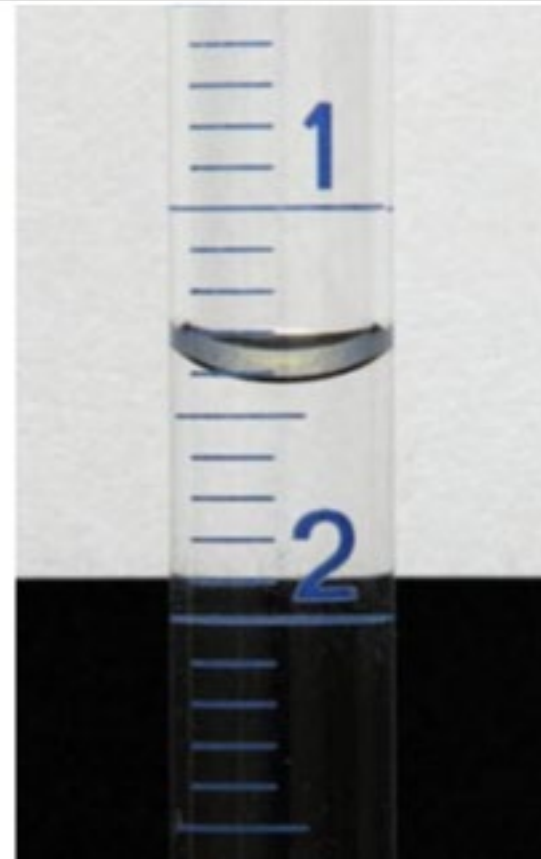
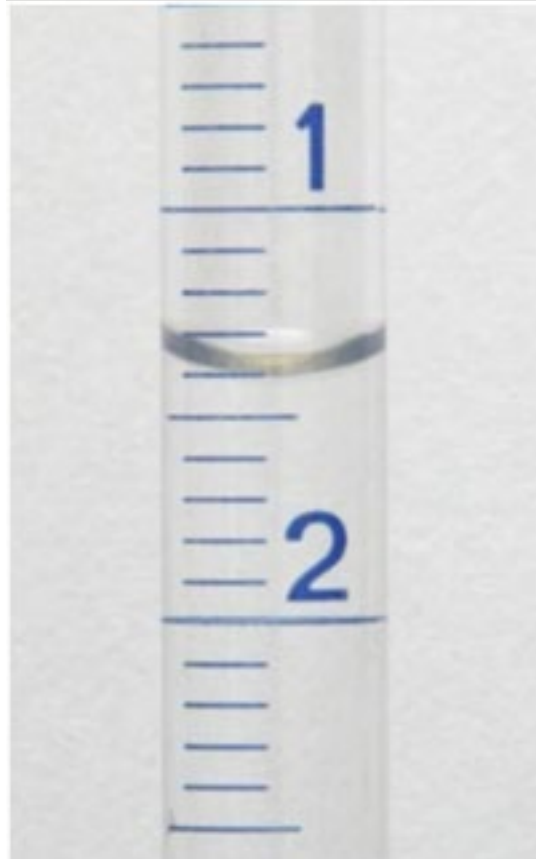
Buena medida = error minimal

1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

Entonces en un laboratorio....

1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

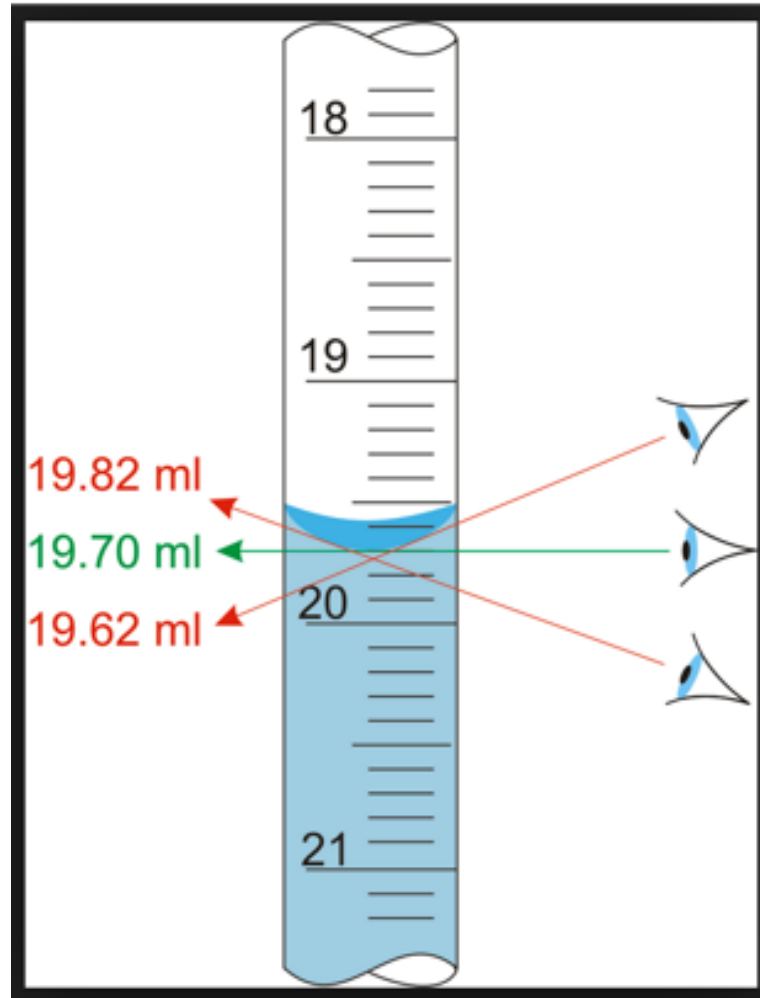
1.40



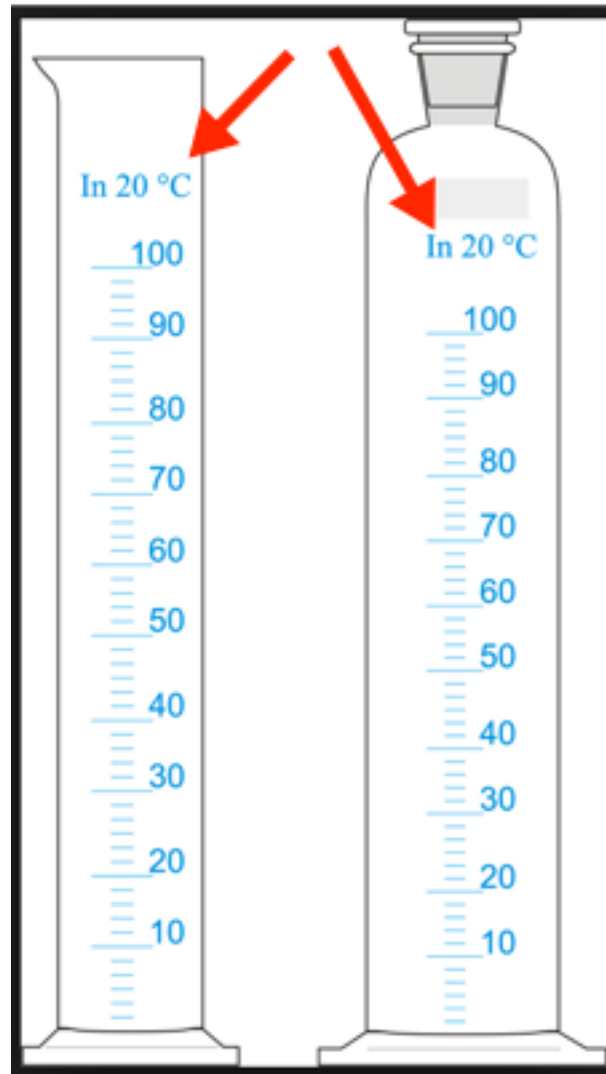
≠ 1.40



El error de lectura:



El error en las condiciones operandi



El objetivo:

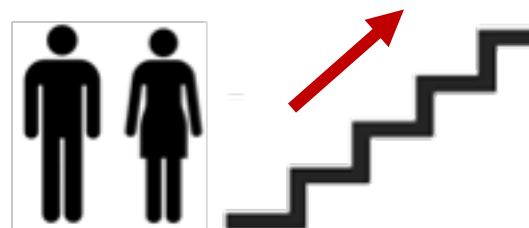
es trabajar en las condiciones adecuadas para acercarse lo más posible al valor verdadero

Que NUNCA se podrá alcanzar...

Valor Verdadero: el centro del blanco



Quando uno es novato



Quando uno es novato



Tiene que mejorar



después de la formación



después de la formación



la calidad de los análisis depende :

Precisión: la vecindad de las repeticiones

Justeza: la cercanía con el valor "verdadero"

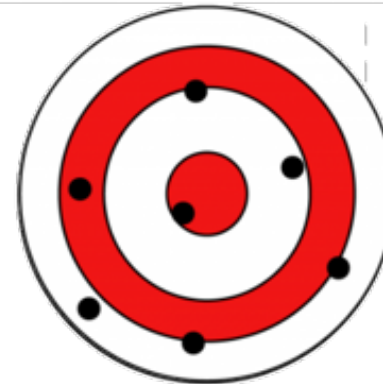
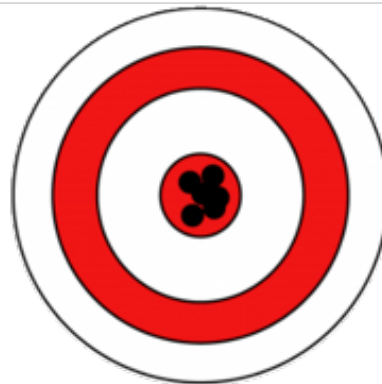
Precisión/reproductibilidad

Alta

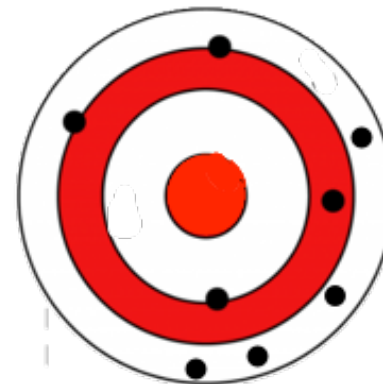
Baja

Justeza

Alta

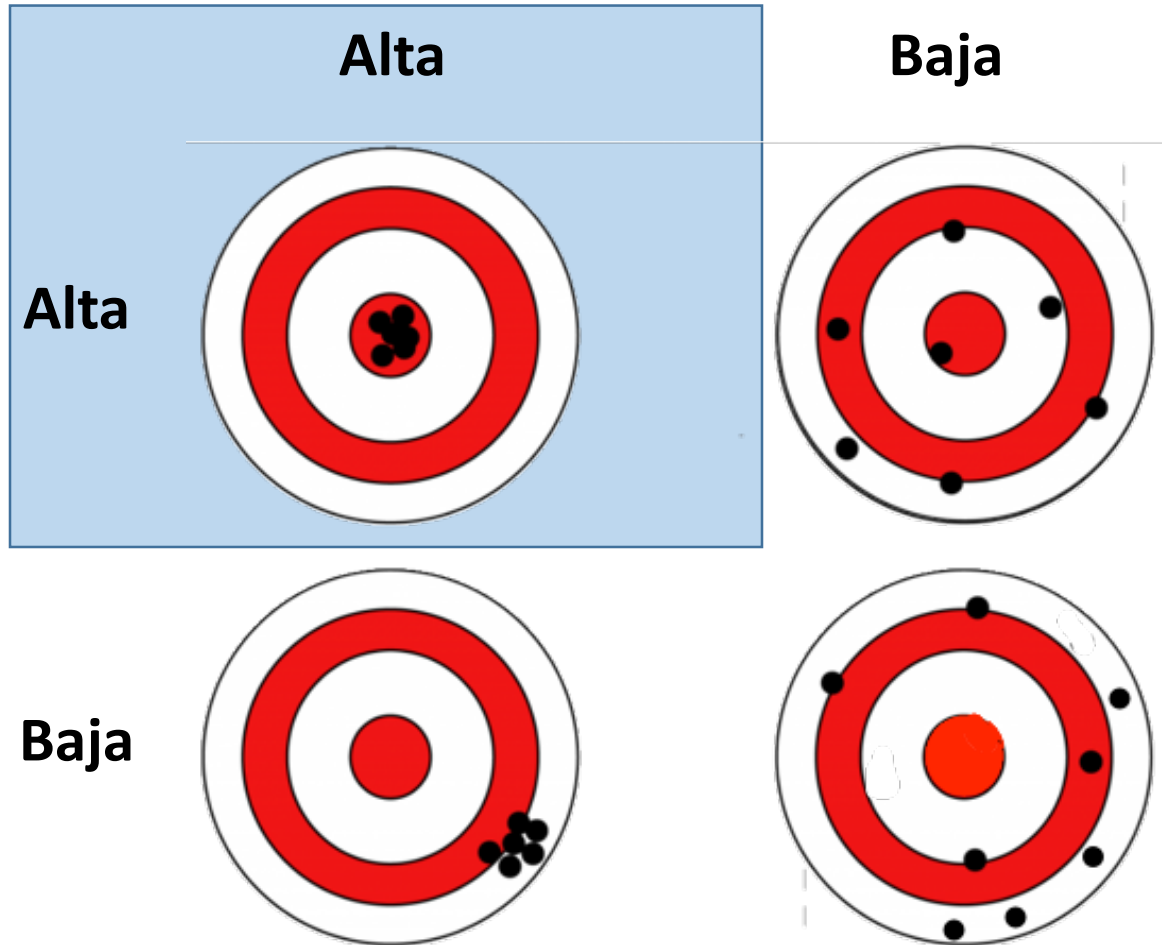


Baja



Precisión/reproductibilidad

Justeza



1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

**Cuando se toma una medida, se comete un error:
Este error no se puede evitar sea cual sea el instrumento....**



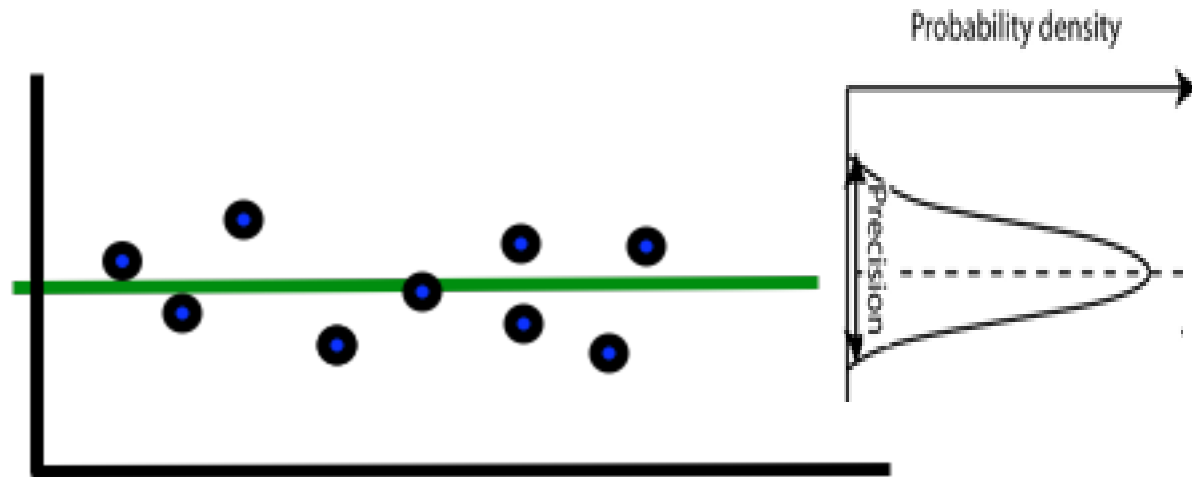
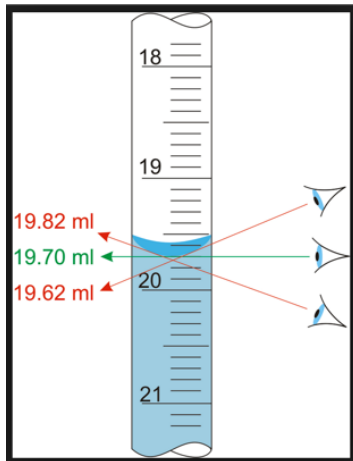
1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

Los errores analíticos pueden ser de dos categorías:

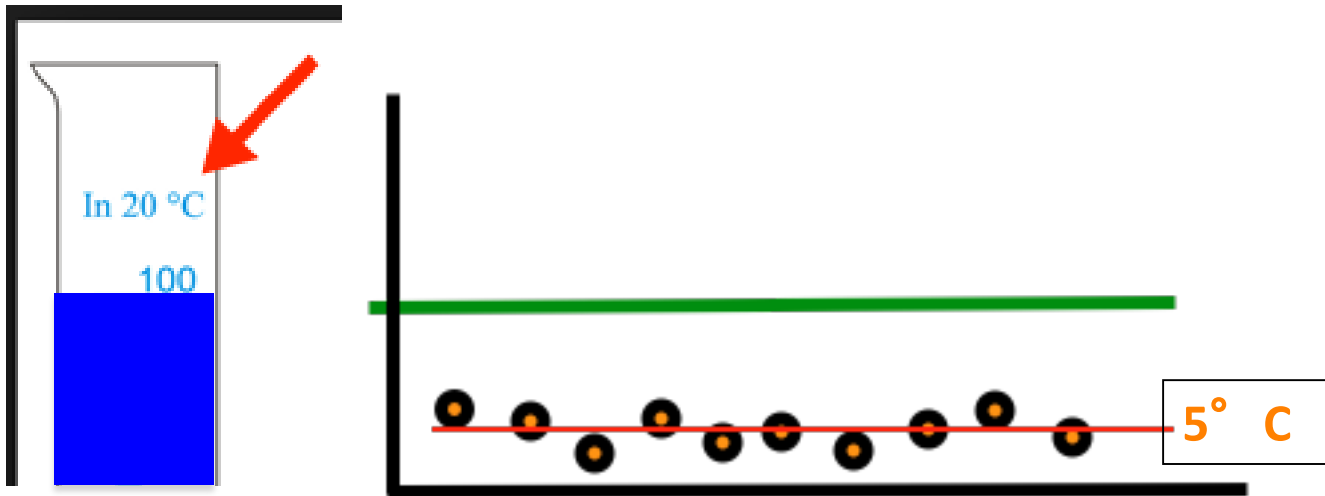
**1- Desviaciones aleatorias o "imprevisibles"
entre réplicas**

**2- Desviaciones sistemáticas o "previsibles",
regulares, del valor "verdadero"**

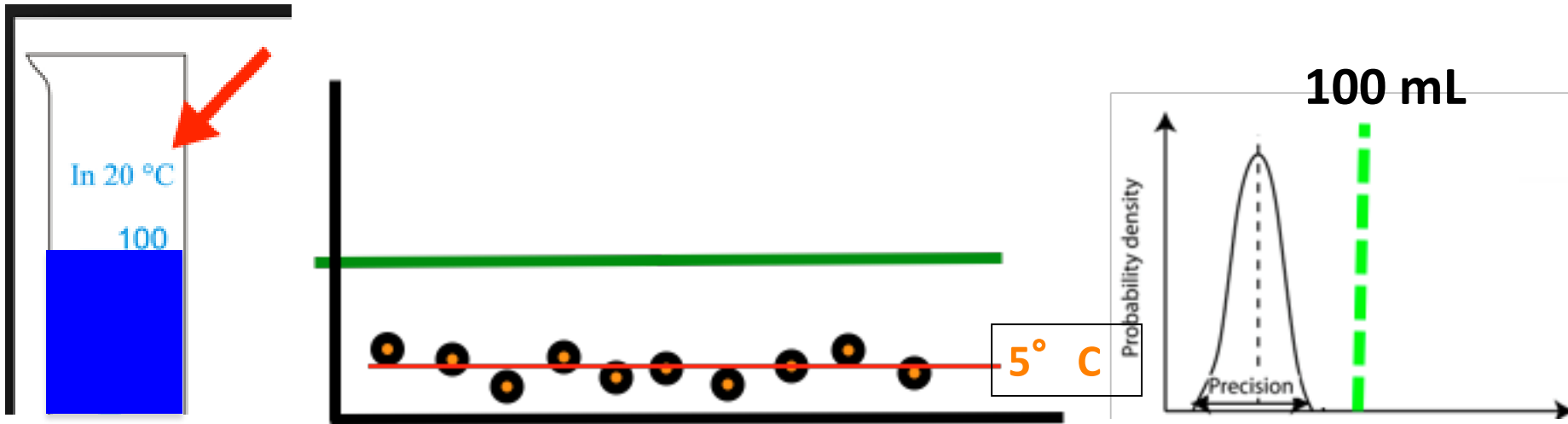
1- Desviaciones aleatorias o "imprevisibles" entre réplicas



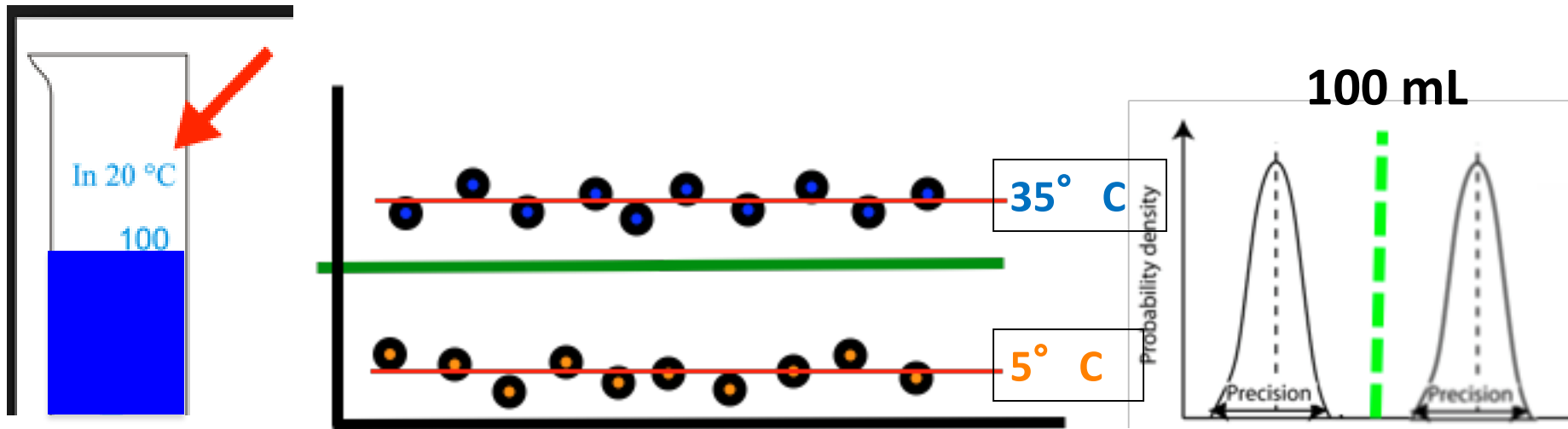
2- Desviaciones sistemáticas o "previsibles", regulares, del valor "verdadero"



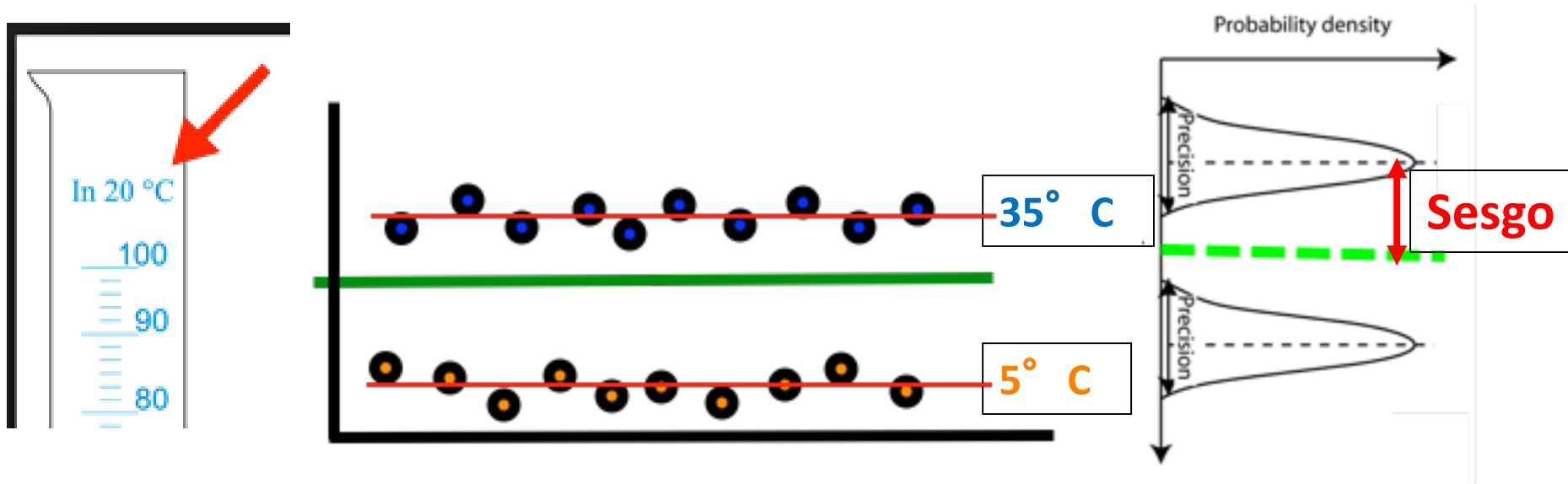
2- Desviaciones sistemáticas o "previsibles", regulares, del valor "verdadero"



2- Desviaciones sistemáticas o "previsibles", regulares, del valor "verdadero"



2- Desviaciones sistemáticas o "previsibles", regulares, del valor "verdadero". Sesgo analítico o error sistematico



siempre hay que tener en cuenta:

**A pesar de todos los
esfuerzos no se pueden
evitar los errores**

siempre hay que tener en cuenta:

**A pesar de todos los
esfuerzos no se pueden
evitar los errores**

**= cada medida siempre
contendra un error**

**Las Buenas Practicas de
Laboratorio (BPL)
Reducen los errores**

**Las Buenas Practicas de
Laboratorio (BPL)
Reducen los errores**

**Control de Calidad Interno (CCI)
permite detectar los errores**

1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

En la ciencia del suelo, varias características no tienen un valor "verdadero" porque los resultados dependen del método analítico.
(por ejemplo, la capacidad de intercambio catiónico, el fósforo, etc.).

1. los conceptos de 'error' y de 'buena medición'

En la ciencia del suelo, varias características no tienen un valor "verdadero" porque los resultados dependen del método analítico.
(por ejemplo, la capacidad de intercambio catiónico, el fósforo, etc.).

Esto no significa que no se puedan medir estas características,

Solo significa:

- **indicar qué método se ha utilizado,**
- **utilizar métodos similares si quiere comparar los**

resultados.



II – Buenas Practicas de Laboratorio (BPL) fundamentales

2. Buenas Practicas de laboratorio

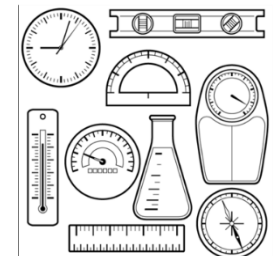
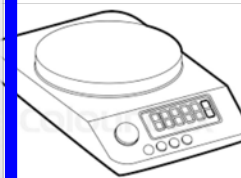
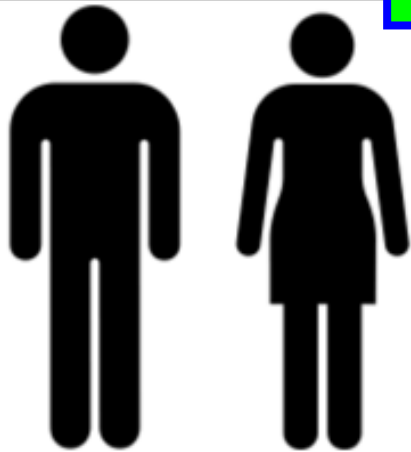
ANALISIS

Personas

utilizando → Instrumentos

Haciendo

+ reacciones químicas



‘BPL’

= medidas sencillas y sin coste adicional que permite aumentar la fiabilidad de un laboratorio de analisis

'BPL'

= medidas sencillas y sin coste adicional que permite aumentar la fiabilidad de un laboratorio de analisis

- 1- Formación y competencias de laboratorio**
- 2- Instrumentos localizados de forma y con la capacidad adecuadas, en coherencia con la finalidad analítica**
- 3- Definir y formalizar por escrito todas las actividades de medición del laboratorio**

Es necesario que su personal esté formado

El laboratorio es un trabajo: no se podrá cumplir con ninguna normativa si las personas trabajando en el laboratorio no están capacitados

Elementos tecnicos

1. Instrumentos de medición primarios (eg. buretas, termómetros, balanzas...)

No dan resultados analíticos, pero son necesarios para preparar sus muestras

2. Instrumentos analíticos (eg. pHmetro, espectrometros ...)

3. Material diverso, (eg. Frigoríficos, hornos...)

Elementos tecnicos

- **Limpios y calibrados**
- **Revisados periódicamente**
- **utilizados correctamente**

Para todos los instrumentos:

- un 'Manual de instrucciones de funcionamiento',
- un 'Cuaderno de mantenimiento'.

disponible para cualquier persona que trabaje en el laboratorio

EL BPL es:

Procedimientos Operativos Estándar

STANDARD OPERATING PROCEDURES
(SOP)

El objetivo de un POE es realizar todas las operaciones importantes

- (i) correctamente**
- (ii) siempre de la misma manera.**

Un POE se tiene que seguir a paso, sin modificación

EL BPL es:

Procedimientos Operativos Estándar

STANDARD OPERATING PROCEDURES
(SOP)

Instrucciones detalladas por escrito para conseguir la igualdad en el cumplimiento de un procedimiento.

Un POE debe estar situado en el lugar donde se realiza el trabajo

La red del Glosolan

IPLE - Soil Import
Regulation



- ☐ **Capítulo 1: Caracterización del sitio, muestreo y tratamiento previo de la muestra**
- ☐ **Capítulo 2: Análisis químico del suelo**
 - Volumen 2.1 pH (disponible próximamente)*
 - Volumen 2.2 Carbono*
 - Volumen 2.3 Fósforo (disponible próximamente)*
 - Volumen 2.4 Potasio (disponible próximamente)*
 - Volumen 2.5 Nitrógeno (disponible próximamente)*
 - Volumen 2.6 Cationes intercambiables y CIC (disponible próximamente)*
 - Volumen 2.7 Microelementos extraíbles (disponible próximamente)*
 - Volumen 2.8 Análisis de elementos mayores y trazas (disponible próximamente)*
 - Volumen 2.9 Yeso (disponible próximamente)*
 - Volumen 2.10 Conductividad eléctrica y contenido total de sales solubles (disponible próximamente)*
 - Volumen 2.11 Análisis de cloruros y sulfatos solubles (disponible próximamente)*
 - Volumen 2.12 Análisis especial para turbas, suelos minerales, orgánicos, agrícolas y bosques (disponible próximamente)*
- ☐ **Capítulo 3: Análisis físico del suelo**
- ☐ **Capítulo 4: Análisis biológico del suelo**
- ☐ **Capítulo 5: Contaminantes del suelo**
- ☐ **Capítulo 6: Calidad, gestión y validación de datos**
- ☐ **Capítulo 7: Factores de armonización y correlación**
- ☐ **Capítulo 8: Procesamiento de datos: funciones del suelo, clasificación y estadísticas**
- ☐ **Capítulo 9: Estándares y niveles máximos permitidos de nutrientes: interpretación y recomendaciones**

Procedimientos Operativos Estándar:

trabajo en colaboración

Ayuda en mutua entre los laboratorios

Resultados comparables entre todos los laboratorios

<https://www.fao.org/global-soil-partnership/glosolan/soil-analysis/standard-operating-procedures/en/>



III – Control de Calidad Interno (CCI)

El control de calidad = un conjunto de medios que garantiza la fiabilidad de los resultados **día tras día** y durante una larga temporada
Se aplica a todo tipo de métodos (eg. cuantitativos, semicuantitativos o cualitativos)

Consiste en un control de **calidad interno** y externo.

Según el tipo de método y la categoría de materiales de control utilizados, proporciona información sobre indicadores de rendimiento como la **exactitud** con referencia a la **precisión** y la **veracidad**.

Control de Calidad Interno (CCI)

- Autocontrol de los resultados del laboratorio
- Validación de manera continua de los resultados para la detección y corrección inmediata de errores
- Objetivo: Comprobar la reproducibilidad y la precisión de los resultados y validar la calibración.
- Permiten al laboratorio demostrar que los valores analíticos se han obtenido con gran fiabilidad.

selección de una muestra de control interno

- **Nunca debe ser el estándar de calibración de la serie analítica**
- **Debe tener una composición y un comportamiento lo más parecido posible a las muestras analizadas**

Y en la practica?

Material de referencia Hecho en “casa”

- **Permite tener una muestra de suelo similar a las nuestras analizadas**
- **Menor coste**
- **En grandes cantidades**
- **Prueba continua de los resultados**

- **Conseguir un material de referencia homogeno**
- **Y certificar el valor**

Y en la practica?

Aprovechar de una oportunidad
30 kg de suelo....
Control de calidad Interno del
pH...



Como?



Secar al aire libre



10 Cajas de aproximadamente 1 kg



Mezcla/homogeno



POE para la preparación de los suelos para los análisis químicos y físicos

3-Control de calidad interno

SOL		Si nécessaire élaborer le gel métré avec les solutions tampons		
pH H₂O/KCl		peser 20g d'échantillon de sol tamisé à 2mm dans un flacon en plastique		
série N° :356		ajouter 50ml d'eau distillée et agiter avec l'agitateur un et deux pendant 1 heure		
		élaborer le pH métré et mesurer le pH H ₂ O		
		ajouter 3.0g de KCl et agiter pendant 15mn		
		mesurer le pH KCl		
Imprimé le	05/10/2020	Pente : -99,8%	Protocole Ph	
dossé le	02/07/2020	Remarques:		
par	JHD puis MPT	SM 6/19, SM 6/19, PR 08/20		
contrôlé par	PM			
N° série	Dossiers	Référence échantillon	pH H ₂ O	pH KCl
1	Echantillon Interne	Boîte 1	5.55	5.20
2		Boîte 2	5.56	5.30
3		Boîte 3	5.50	5.22
4		Boîte 4	5.62	5.47
5		Boîte 5	5.56	5.39
6		Boîte 6	5.70	5.54
7		Boîte 7	5.40	5.21
8		Boîte 8	5.68	5.34
9		Boîte 9	5.53	5.41
10		Boîte 10	5.45	5.31
21	Témoins	T1	6.51	5.20

JOUR 1

N° série	Dossiers	Référence échantillon	pH H ₂ O	pH KCl
1	Echantillon Interne	Boîte 11	5.58	5.22
2		Boîte 12	5.45	5.15
3		Boîte 13	5.55	5.32
4		Boîte 14	5.66	5.37
5		Boîte 15	5.58	5.25
6		Boîte 16	5.62	5.24
7		Boîte 17	5.45	5.21
8		Boîte 18	5.68	5.32
9		Boîte 19	5.52	5.43
10		Boîte 20	5.42	5.21
21	Témoins	T1	6.54	5.25

JOUR 2

MOYENNE :	5.55	5.31
ECART TYPE :	0.090	0.10

Certificación en interno del valor verdadero del pH de la muestra

- ✓ Cálculo de la **mediana X** y de la **desviación** estándar **s**
- ✓ Una mirada crítica a estos resultados
- ✓ Si es necesario, aumentar el número de repeticiones

Tenemos a una muestra para el control de calidad interno

Valor medio : 5.55
Desviacion estandar: 0.09

Como se usa una muestra “control”:

- Se introduce una o varias muestras de control de concentración diferente y conocida en el proceso analítico.
- La muestra control se procesa de la misma manera que las muestras "desconocidas"
- El valor medido se compara con el valor “mediano” y debe estar dentro de los límites aceptables definidos por el laboratorio.
- Se utiliza para validar o rechazar la serie de análisis.
- El CCI sólo tiene sentido si se realiza con frecuencia, para detectar lo antes posible un problema analítico

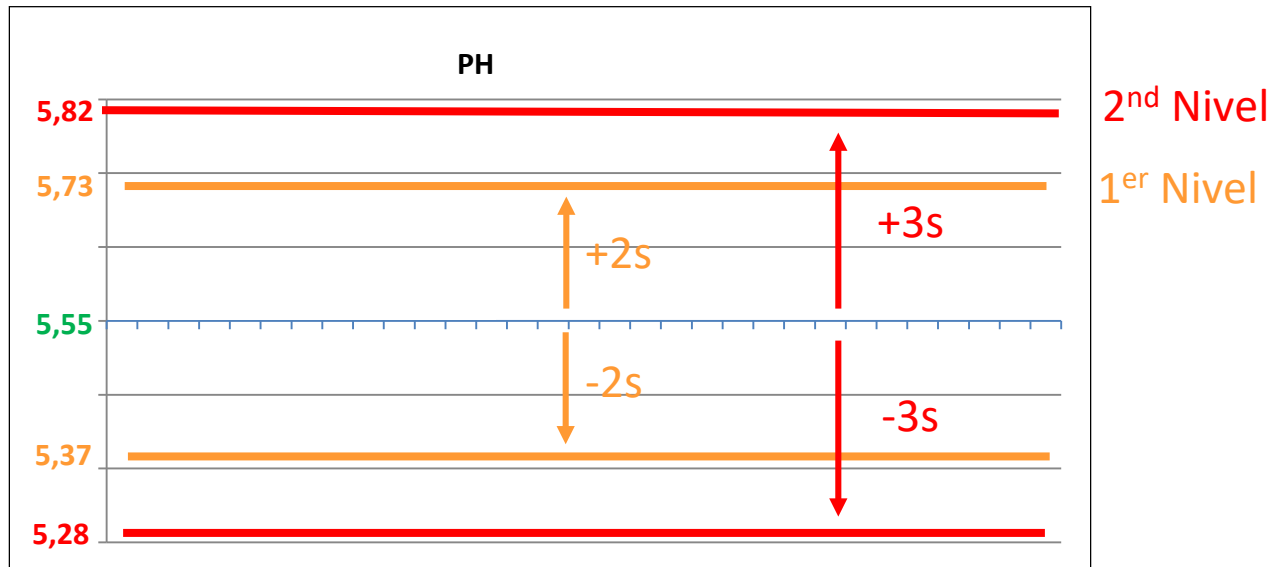
¿Cómo utilizar los datos de control interno?

Mapa o grafico de control

Valor mediano del pH : 5.55 (\bar{X})

Desviación estándar: 0.09 (S)

2 Niveles de alerta

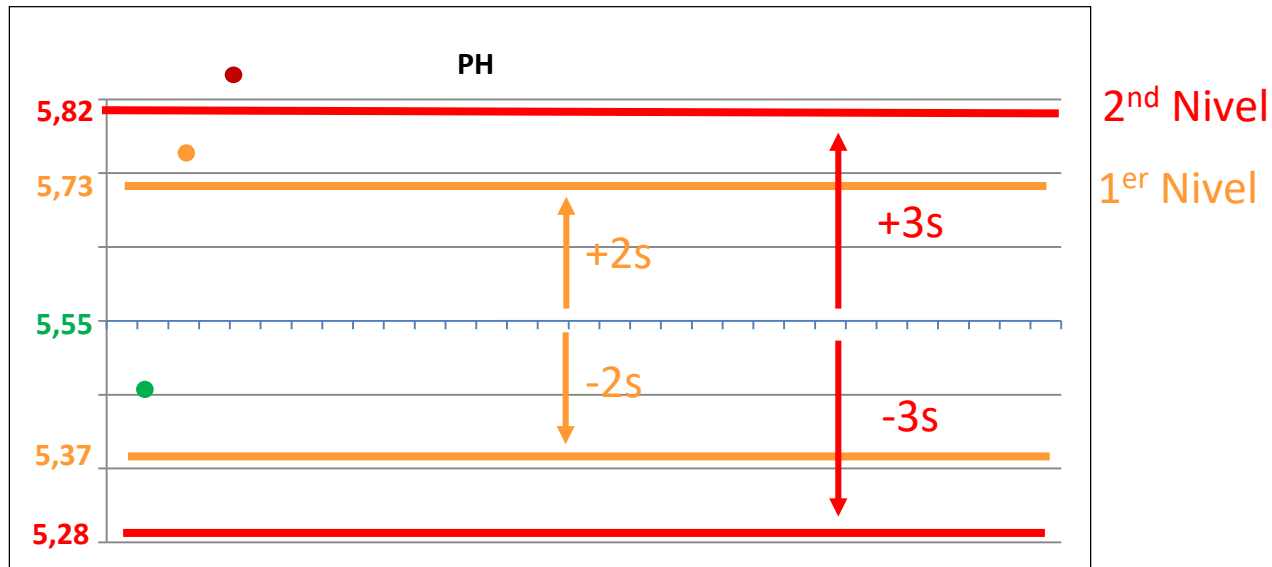


Los criterios de alerta

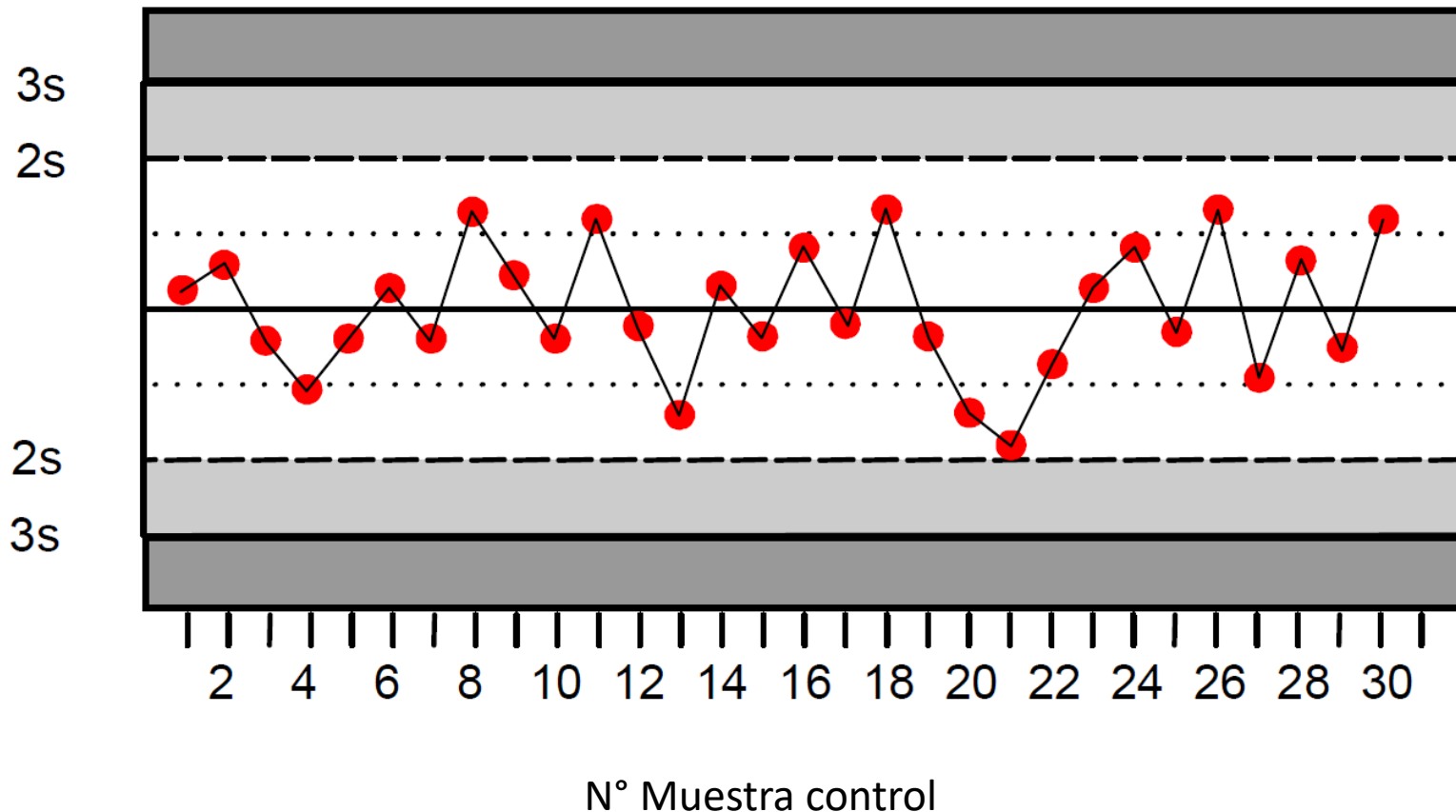
Medición N°1 del pH de la muestra control = 5,45 OK

Medición N°1 del pH de la muestra control = 5,76 cuidado

Medición N°1 del pH de la muestra control = 5,85 Problema

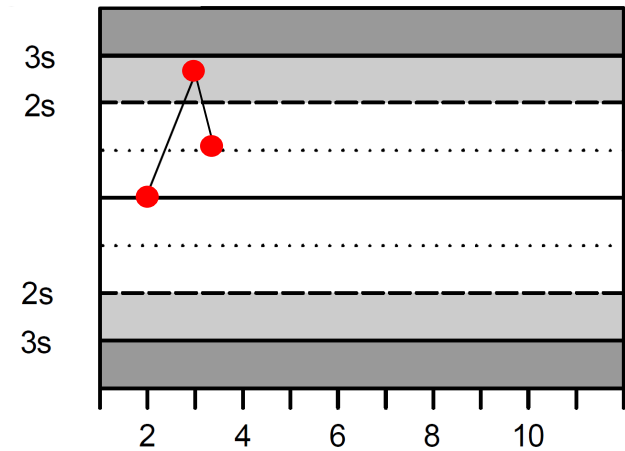
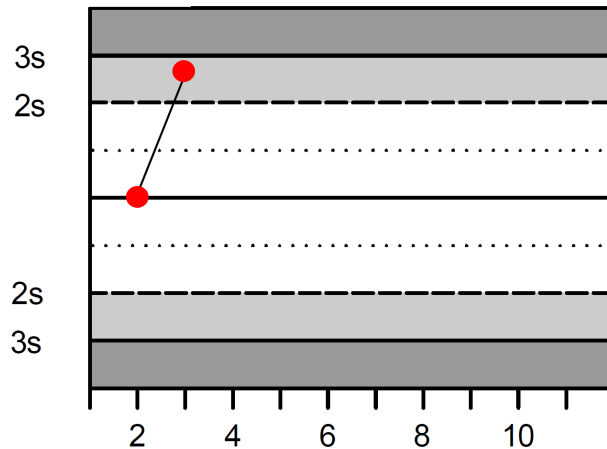


MONITOREO DE GRÁFICOS DE CONTROL



Proceso analítico y medición correcto

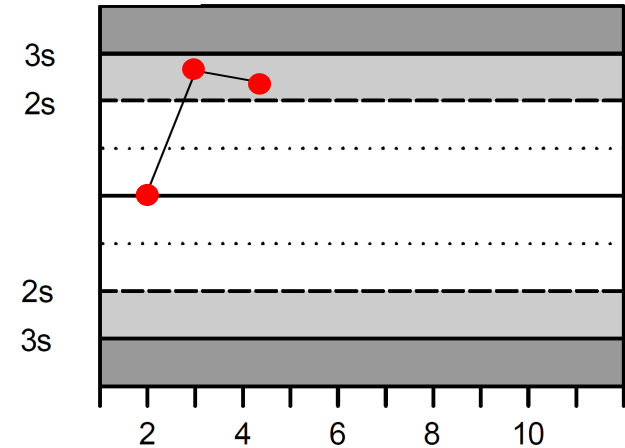
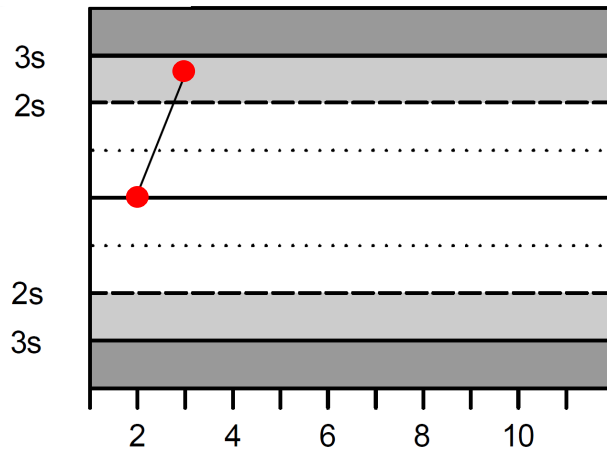
MONITOREO DE LOS GRÁFICOS DE CONTROL



OK

**Estamos fuera del límite de alerta para unamedida pero no para les demás
Los resultados pueden utilizarse, pero hay que vigilar**

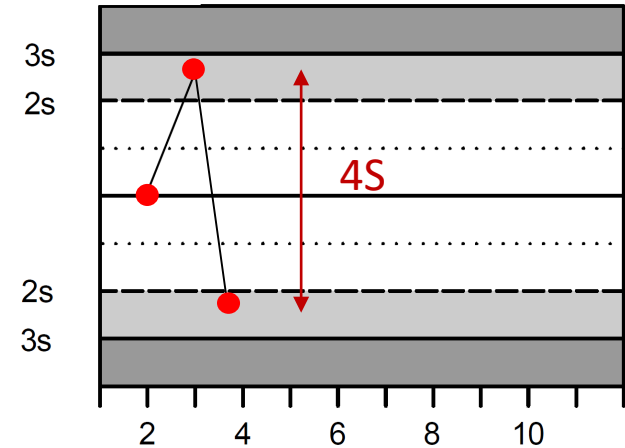
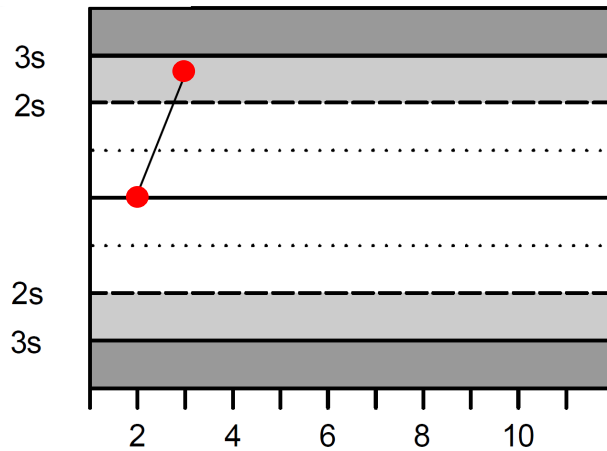
MONITOREO DE LOS GRÁFICOS DE CONTROL



Problema

Si 2 mediciones consecutivas están en la zona de alerta

MONITOREO DE LOS GRÁFICOS DE CONTROL



Problema

Si 2 mediciones consecutivas están en la zona de alerta

MEDIDAS A TOMAR EN CASO DE ALERTA

- Para los análisis hasta que se resuelva el problema.
- En primer lugar, deben investigarse los errores más probables
- En cuanto se piensa haber resuelto el problema, la primera muestra en ser analizada es la muestra interna de control
- Todos los resultados obtenidos entre el momento en que se detecta el problema y el último control correcto deben ser analizados de nuevo



Food and Agriculture
Organization of the
United Nations

● Gracias por su atención

