



Organización de las Naciones
Unidas para la Alimentación
y la Agricultura

Red Global de Laboratorio de Suelos

*Pautas básicas sobre cómo
generar una muestra de suelo
para pruebas de aptitud*



Autores

Charles Gowing

British Geological Survey, United Kingdom

Nopmanee Suvannang

GLOSOLAN Chair, Thailand

Christian Hartmann

Institut de recherche pour le développement, France

Agradecimientos

GLOSOLAN agradece al Sr. Charles Gowing y al Instituto Geológico Británico del Reino Unido por asumir el liderazgo en la redacción de estas directrices y el formulario de presentación de información para los proveedores de muestras de Pautas Básicas de GLOSOLAN. GLOSOLAN también agradece a la Sra. Winnie van Vark de los Laboratorios de Suelos de la Universidad de Wageningen de los Países Bajos; al Sr. Rob de Hayr del Departamento de Medio Ambiente y Ciencia de Australia; a la Sra. Miriam Ostinelli del Laboratorio de Suelos CIRN-CNIA-INTA, Argentina; el Sr. Richard Ferguson del Laboratorio de Suelos de Kellogg, USA; la Sra. Yvette Clarisse Mfopou Mewouo del Laboratorio de Análisis de Suelos, Plantas, Agua y Fertilizantes, Camerún; el Sr. Sadeq Jaafar Hasan Dwenee del Laboratorio de Análisis Químico de Suelos, Iraq; Rosalina Gonzalez de la Universidad de La Salle, Doctorado en Agrociencias y Programa de Ingeniería Ambiental y Sanitaria por proporcionar aportes constructivos sobre el contenido y la estructura de este documento. GLOSOLAN agradece a la Sra. Rosalina González Forero por apoyar en la traducción del documento.

Pautas básicas sobre cómo generar una muestra para pruebas de aptitud

Este documento tiene como objetivo proporcionar a los laboratorios pautas básicas sobre cómo preparar una muestra para pruebas de aptitud. Este especifica los recursos necesarios, la importancia de la documentación, los requisitos de preparación de muestras, la necesidad de pruebas de homogeneidad y estabilidad y la necesidad de métodos definidos de etiquetado, envasado y envío.

Requisitos de personal

El personal que participa en cada etapa debe estar altamente calificado y capacitado para llevar a cabo las tareas en cuestión.

Requisitos de las instalaciones

Los equipos utilizados en cada etapa deben ser adecuados para el propósito. Se deben hacer controles sobre su aptitud para el uso si esto afectará la calidad del producto final.

Deben establecerse controles sobre las condiciones ambientales requeridas para cada etapa, particularmente para la eliminación de la contaminación potencial y la prevención de la pérdida de integridad de la muestra.

Identificación de la muestra

El uso de una muestra específica debe ser autorizado por el gerente local o por una persona con autoridad para garantizar que todos los recursos (personal e instalaciones) sean adecuados y estén disponibles. El identificador de la muestra debe ser único e inequívoco.

Cualquier posible situación de salud y seguridad debe establecerse y registrarse.

La cantidad de material (a) que se recogerá y (b) se pondrá a disposición para las pruebas de aptitud Se debe definir el esquema (PT).

La muestra debe describirse de tal manera que proporcione información pertinente al analista.

Documentación

Los procesos realizados en cada etapa deben registrarse y guardarse de manera recuperable.

Los registros de preparación deben presentarse al coordinador del esquema central con las muestras preparadas.

Proceso de preparación física

Todas las etapas del proceso deben ser planificadas.

Toma de muestra

Se debe registrar el método de recolección de muestras. Debe incluirse información sobre el sitio de muestreo (ubicación, cubierta vegetal, etc.), así como consideraciones sobre su proximidad a los centros urbanos e industriales con el fin de identificar el potencial de contaminación del suelo. Esta información se utilizará para evaluar la idoneidad del suelo para su inclusión y para garantizar la provisión de un rango contrastante de tipos de suelo y para obtener muestras replicas si es necesario en el futuro.

Preparación previa de material

Se deben realizar los pasos necesarios para evaluar preliminarmente una muestra antes del procesamiento, por ejemplo: extracción de objetos extraños de la muestra antes del embalaje para su transporte a la instalación de preparación.

La muestra de campo debe estar libre de materia orgánica superficial (por ejemplo, la capa de basura de residuos orgánicos que no se incorporan al suelo mineral) y material contaminante. Se deben registrar los pasos específicos de preparación previa.

Secado inicial

La muestra debe secarse antes del procesamiento. Se debe registrar el método de secado. Los métodos de secado pueden incluir, entre otros, el secado al aire, si la temperatura ambiente es lo suficientemente cálida y la humedad lo permite, el secado en horno se hará a un máximo de 40°C o el secado por congelación a un máximo de 40°C, en un lugar bien ventilado.

Desagregación

Después del secado inicial, las muestras secas que han formado grumos duros deben desagregarse utilizando un método diseñado para evitar la trituración de granos individuales. El método de desagregación de la muestra debe registrarse junto con el objetivo del punto final y el aparato utilizado, incluido su material, por ejemplo, el mortero que puede ser de madera o de cerámica, el mazo de acero endurecido, la prensa de mosca, etc.

Cribado/tamizado

Las muestras pueden contener objetos extraños que no forman parte de la muestra de suelo real. Tales objetos deben ser eliminados de las muestras. La eliminación de objetos extraños y componentes innecesarios, si se lleva a cabo, debe registrarse. La muestra de suelo debe procesarse de tal manera que sea representativa de las muestras en las que se realizan pruebas analíticas (es decir, molidas o sin moler según sea necesario). La condición de la muestra no necesariamente tiene que ser la misma que se usaría para una prueba específica en análisis de rutina, más bien, es importante que todos los laboratorios realicen análisis usando el mismo tipo de muestra.

Secado secundario de fracción tamizada

Se debe registrar el uso opcional de una etapa de secado secundaria, por ejemplo, si el material tamizado es perceptiblemente húmedo.

Molienda

Cuando la molienda abrasiva es llevada a cabo para reducir el tamaño de partícula, el método utilizado debe ser consistente para moler todas las porciones. El material debe ser molido para pasar a través de un tamiz de 0.5 mm.

Los procesos utilizados deben registrarse, p. tipo de molino utilizado, material del recipiente de molienda (por ejemplo, ágata, acero inoxidable, madera), tamaño máximo de partícula final, procedimientos adoptados para controlar el polvo y la posible contaminación.

Homogeneización

La homogeneización del material debe llevarse a cabo en todo el volumen de material a la vez. El proceso de cómo se homogeneiza el material a granel y su duración debe registrarse, por ejemplo: Licuadora en V/barril giratorio/batidora de rodillos por 2/8/24 horas.

Subdivisión

La división del volumen en porciones individuales debe realizarse de manera representativa y minimiza la variación entre muestras.

El proceso de cómo se subdivide el material de manera representativa debe registrarse, por ejemplo: divisor de rifles, divisor rotativo.

Embalaje

Los materiales preparados deben almacenarse en contenedores inertes a prueba de fugas que sean lo suficientemente robustos como para resistir el envío a destinos globales. El número de porciones que se pondrán a disposición del organizador del esquema se acordará en cada ronda, dependiendo de factores como la naturaleza del esquema PT (internacional/nacional), los procedimientos/requisitos aduaneros y el número de parámetros que se determinarán entre otros.

Las muestras deben embalarse en porciones de tamaño tal que se acuerden en cada ronda, para permitir suficiente material para las pruebas solicitadas. Se deben registrar los tamaños de las porciones utilizadas y cómo se embala el material, por ejemplo: bolsa de plástico, frasco de plástico, frasco de vidrio, etc.

Rotulado

Las etiquetas de las muestras deben ser claras e inequívocas y deben incluir detalles del tipo de material (por ejemplo, suelo limoso).

Se debe registrar el método de embalaje de muestras e indicar cómo están identificadas las mismas, por ejemplo; método de etiquetado e información incorporada.

Esterilización

Las muestras de suelo deben cumplir con las regulaciones nacionales de importación de los países receptores. Si esto implica una etapa de esterilización, dicha esterilización no debería afectar los parámetros en los suelos para los cuales el suelo será analizado.

Si se adopta, se debe registrar el proceso de esterilización realizado, así como la dosis, el tiempo aplicado y la etapa del proceso de preparación.

Por ejemplo: las muestras de suelo deben irradiarse o volverse biológicamente apropiadas para cumplir con las regulaciones o requisitos de bioseguridad internacionales y/o nacionales. La esterilización por irradiación debe usarse para proporcionar una dosis de 50 kGy, por ejemplo, usando una fuente de ⁶⁰Co.

La responsabilidad de poder manipular muestras de suelo (posiblemente también para esterilizar después del uso) debe recaer en el receptor del laboratorio, que tiene la intención de participar en el esquema de PT. Sin embargo, cualquier medida tomada para la esterilización del suelo puede ser útil.

Almacenamiento

Todos los materiales deben almacenarse en las mismas condiciones para preservar la uniformidad. Se deben registrar las condiciones de almacenamiento utilizadas en las instalaciones y en la duración del almacenamiento.

Los laboratorios participantes deben notificar cualquier condición de almacenamiento específica que sea requerida para el material.

Evaluación de homogeneidad y estabilidad

Los métodos analíticos y estadísticos utilizados para evaluar la homogeneidad de la muestra deben

ser adecuados para su propósito y deben registrarse. Los registros deben especificar qué elementos/parámetros han sido monitoreados, qué procedimientos estadísticos utilizados y cuáles criterios de aceptación utilizados.

La homogeneidad de la muestra debe evaluarse mediante el siguiente procedimiento:

- Al menos 10 contenedores de cada muestra se seleccionan al azar y se agrupan de acuerdo con los principios descritos por Thompson et al. (2006) Las muestras para pruebas de homogeneidad deben tomarse de muestras preparadas en su forma final, es decir, después de la irradiación o desinfección.
- Todas las pruebas de homogeneidad se realizarán por duplicado y en orden aleatorio utilizando métodos de suficiente precisión para una o para toda la selección de pruebas (por ejemplo, generalmente N total (LECO o NIR/MIR), pH, K extraíble o P extraíble). Otras pruebas pueden ser agregadas o sustituidas según sea necesario.
- Los resultados de las pruebas de homogeneidad se utilizan para estimar la variación entre muestras. La homogeneidad del lote de muestra se evalúa inicialmente por ANOVA para calcular la variación entre muestras. Si la desviación estándar del lote de muestra es inferior al 5%, las muestras se liberan para su uso en las rondas de proeficiencia.
- Si la homogeneidad del lote no cumple con los criterios de aceptación, la homogeneidad de las muestras puede haber afectado las evaluaciones del desempeño del laboratorio. Si esto ocurre, el Proveedor consultará con el Grupo de Trabajo Técnico sobre las acciones más apropiadas para cada circunstancia.

Por lo general, una vez secas y preparadas, las muestras de suelo pueden considerarse estables durante un período de al menos un año. Sin embargo, si la estabilidad de la muestra es un problema para ciertos parámetros (por ejemplo, amonio disponible, nitrato disponible), las pruebas específicas realizadas deben demostrar que las muestras son lo suficientemente estables durante la ventana de análisis de PT (es decir, desde el envío hasta el cierre de los informes de datos) y deben ser registradas y documentadas.

Distribución

El material debe enviarse al coordinador del esquema central en un embalaje externo seguro y robusto.

Debe ser evitado el embalaje de materiales que por sí mismos puedan tener restricciones de importación. Por ejemplo: la madera y algunos materiales reciclados

Se debe registrar el método de envío para su posterior distribución al coordinador del esquema central.

Todo el etiquetado externo debe cumplir con los requisitos nacionales/internacionales requeridos.

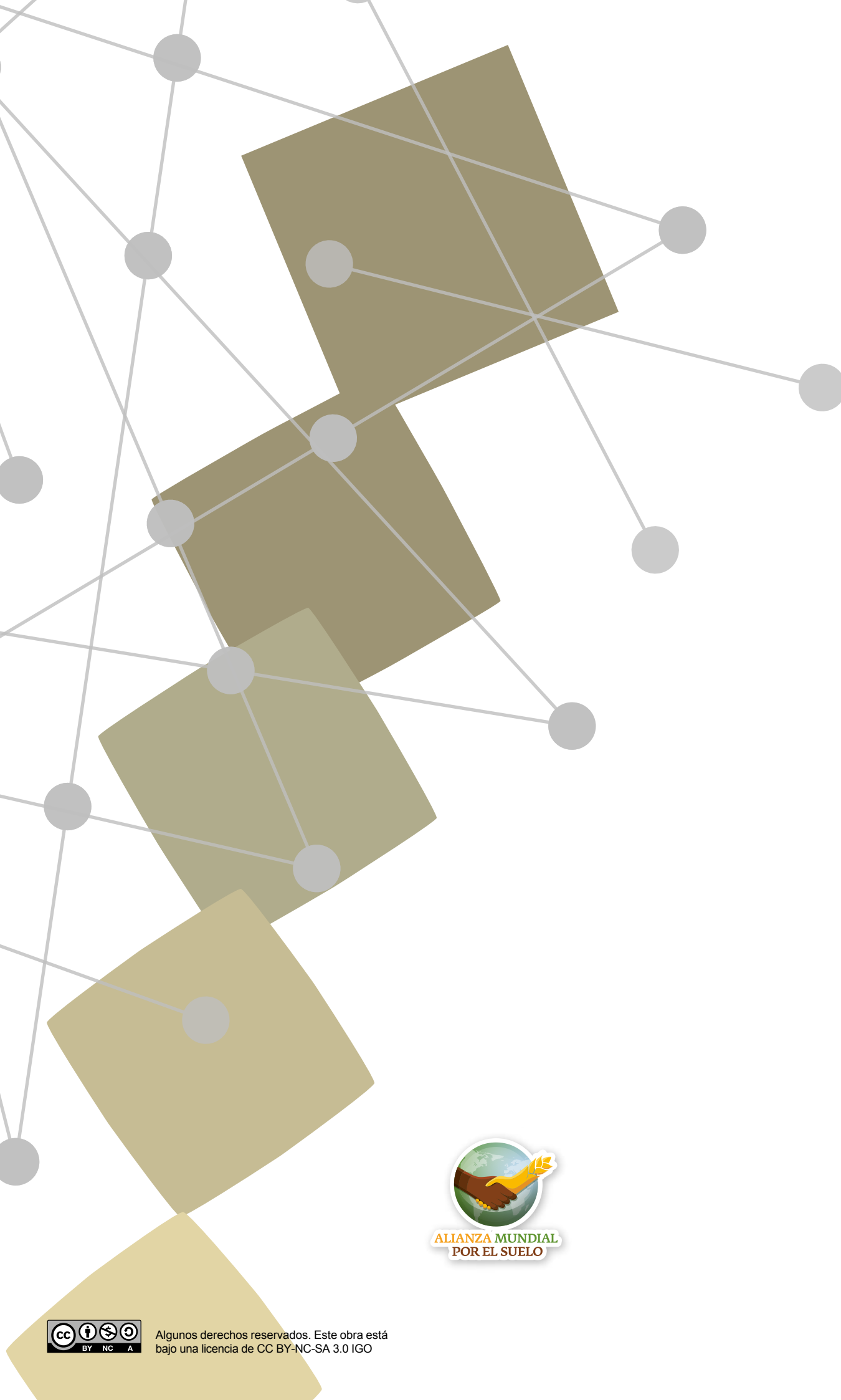
El método de envío al coordinador del esquema central debe cumplir con los requisitos nacionales/internacionales requeridos.

Referencias

ISO. 2017. ISO/IEC 17025 - Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. En: *ISO* [en línea]. Ginebra, Suiza. [Citado el 14 de enero de 2020]. <https://www.iso.org/publication/PUB100424.html>

Oroboros Instruments. 2016. ISO 13528:2015 Métodos estadísticos para su uso en pruebas de aptitud mediante comparación entre laboratorios. En: *MitoEAGLE* [en línea]. Innsbruck, Austria. [Citado el 14 de enero de 2020]. www.mitoeagle.org/index.php/ISO_13528:2015 Métodos estadísticos para usar en pruebas de aptitud mediante comparación entre laboratorios

Thompson, M., Ellison, S.L.R. & Wood, R. 2006. Protocolo Internacional Armonizado para Pruebas de Competencia de Laboratorios de Química Analítica. *Pure Applied Chemistry* 78: 145.



Algunos derechos reservados. Este obra está bajo una licencia de CC BY-NC-SA 3.0 IGO