



XXV Congreso Argentino de la Ciencia del Suelo



Jornada de Capacitación

VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS

Río Cuarto, 29 de junio de 2016



Ministerio de Agroindustria
Presidencia de la Nación



Análisis de P en suelo

$9,2 \pm 0.1 \text{ mg/Kg}$
(ppm)

*Diagnóstico de
Fertilidad
P asimilable*

$701,5 \pm 0.1$
 mg/Kg (ppm)

*Contaminación
P total*



¿Por qué validar un método
analítico?

¿Qué es la validación de un método?

Proceso mediante el cual se pone de manifiesto que un método analítico determinado posee unas características de funcionamiento adecuadas a la aplicación que se le quiere dar

Confirmación mediante examen y suministro de evidencia objetiva de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto (ISO 8402)

Proceso de verificación de que un método es adecuado a su propósito, o sea, para resolver un problema analítico particular (Guía Eurachem)

Confirmación, a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto (ISO 17025 - OAA)

¿Qué es la validación de un método?

Proceso mediante el cual se pone de manifiesto que un método analítico determinado posee unas *características de funcionamiento adecuadas a la aplicación que se le quiere dar*

Parámetros de calidad a evaluar
(selectividad, linealidad, límites de detección y cuantificación, precisión, veracidad, sensibilidad, rango, robustez, incertidumbre, otros)

¿Para qué lo voy a usar?
La validación estará en función de la aplicación que se quiere hacer

¿Qué es la validación de un método?



Confirmación, a través del **examen** y el **aporte de evidencias objetivas**, de que se cumplen los **requisitos particulares para un uso específico previsto**
(ISO 17025 - OAA)

¿Para qué lo voy a usar?

Parámetros de calidad a evaluar

Registro ...
... de cada detalle del proceso
Proceso documentado

VALIDACION

LabIS - Laboratorio del Instituto Suelos		
	N inorgánico en muestras de suelo SNEDD	
CIRN	PROCEDIMIENTO TECNICO	

INTRODUCCION

En general, los nitratos (NO_3^-) constituyen la principal forma del nitrógeno inorgánico en el suelo. Dado que son la forma más accesible para la nutrición de los vegetales, es importante cuantificar su disponibilidad en los suelos, por lo cual se ha desarrollado una amplia variedad de métodos, entre ellos el que se aborda en este protocolo.

ALCANCE

Aplica a muestras de todo tipo de suelo de uso agropecuario.

PRINCIPIO

El NO_3^- puede ser extraído del suelo con distintas soluciones (cloruro de potasio concentrada, sulfato de potasio diluida, sulfato de cobre y ácido bórico, etc.) en una suspensión en relación suelo: solución 1: 5, y cuantificado mediante la colorimetría con SNEDD. Pese al desarrollo de la colorimetría, el NO_3^- extraído del suelo es reducido a NO_2^- y, posteriormente, éste se cuantifica mediante una reacción de diazotación con la sulfanilamida, en medio ácido, y su copulación con la etilendiamina diclorhidrato, produciendo un diazocompuesto de color púrpura, cuya intensidad está directamente relacionada con la concentración de NO_3^- del extracto del suelo y que puede cuantificarse mediante técnicas espectrofotométricas.

REACTIVOS

PRECAUCION


En este método se usan reactivos altamente corrosivos (por ejemplo, hidróxido de sodio) o tóxicos (por ejemplo, n-(1-Naftil) Etilendiamina Diclorhidrato, Sulfato de Hidracina), por ello deben emplearse los elementos de protección personal (EPP) adecuados (guardapolvo y calzado adecuado, guantes, antiparras u otra protección ocular) y tomarse los recaudos necesarios para su manipulación.

Se usan reactivos de grado analítico (p.a.), libres de N, y agua destilada o desionizada correspondiente al grado 3 según la norma IRAM 21322.

Ante cada cambio de lote de alguno de los reactivos se debe verificar su calidad mediante un blanco de reactivos. Para ello, se debe desarrollar un ensayo en blanco, por triplicado, siguiendo el procedimiento del ensayo pero sin la muestra de suelo. Este control permite asegurar que los nuevos reactivos se encuentran libres de N inorgánico. Si éstos no cumplen con el criterio establecido, deberá descartarse su uso o contemplarse controles adicionales.

Salvo que se indique de otra manera, las soluciones se preparan en vasos de precipitación, se trasvasan cuantitativamente a matraces aforados y se llevan a volumen.

- Sulfato de cobre - $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$
- Solución de sulfato de cobre al 2,5 % - Solución A.

	Elaboró	Revisó	Aprobó	Código: 10-PT-5.4/3 Versión: 0 Fecha vig.: 01/01/2015 Página 1 de 10
	Responsable Técnico - Analista	Responsable de Calidad	Responsable Técnico	

Prohibida su reproducción total o parcial sin autorización escrita del INTA.

Procedimiento Documentado



Instrumentación Calificada

Operaciones previas



Analista Calificado

VALIDACION

INTA - Laboratorio del Instituto Suelos
N inorgánico en muestras de suelo
 Destilación Bremner

CIRN PLAN DE VALIDACION RILSAV

Evaluación de distintos métodos para cuantificar nitrógeno inorgánico en extractos acuosos

Se evaluarán diferentes alternativas analíticas a fin de establecer la concordancia de las mismas para la determinación cuantitativa de nitrato en muestras de suelo, agua y efluentes.

Comparar extractantes y condiciones de extracción

Hacer extractos con diferentes condiciones: distintas soluciones, relaciones de extracción, tiempos de agitado, y condiciones de agitación (gpm del agitador? y recipiente en que se agita (tamaño y posición del recipiente)?, temperatura). Destilar los extractos de todos los extractantes para los distintos suelos. Trabajar por triplicado

Control de la destilación para asegurarnos de

Hacer extractos grandes de todos los extractantes. Hacer réplicas de la destilación de cada extractante. Destilar amonio y nitrato por separado.

Comparar métodos completos

Trabajar con los protocolos más usados: Bremner

Opcionales

Si el extractante agua destilada da semejante a que pasa con UV. Probar equipo Selecta con las cantidades de Bre

INTA - Laboratorio del Instituto Suelos
N inorgánico en muestras de suelo
 Destilación Bremner

CIRN PLAN DE VALIDACION RILSAV

Extractante	Suelos							Relación extracción	Tiempo de agitación	T° extracción
	M1	M2	M3	M4	M5	M7	M8			
KCl 1M								1:2.5	30'	20°C
KCl 2M										
K ₂ SO ₄ 0.05M										
CuSO ₄ 0.25% + H ₃ BO ₃ 0.01M										
H ₂ O										
KCl 1M										
KCl 2M										
K ₂ SO ₄ 0.05M										
CuSO ₄ 0.25% + H ₃ BO ₃ 0.01M										
H ₂ O										
KCl 1M										
KCl 2M										
K ₂ SO ₄ 0.05M										
CuSO ₄ 0.25% + H ₃ BO ₃ 0.01M										
H ₂ O										
KCl 1M										
KCl 2M										
K ₂ SO ₄ 0.05M										
CuSO ₄ 0.25% + H ₃ BO ₃ 0.01M										
H ₂ O										
KCl 1M										
KCl 2M										
K ₂ SO ₄ 0.05M										
CuSO ₄ 0.25% + H ₃ BO ₃ 0.01M										
H ₂ O										

Elaboro	Revisó
Responsable Técnico - Analista	Responsable Calidad

Prohibida su reproducción total o p

Código C-RE-PT-5-4/5
 Versión: 1
 Fecha vig. 01/01/2015
 Página 3 de 7



Materiales de Referencia

Operaciones previas



Materiales de ensayo (muestras)

Plan de Validación

VALIDACION

OAA

Guías de Validación

OAA Organismo Argentino de Acreditación	GUIA PARA VALIDACION DE METODOS DE ENSAYO	Página 1 de 11 Código: GUI-LE-03 Versión: 1 Fecha de entrada en vigencia: 26-junio-2013
--	--	---

TÍTULO:

GUIA PARA VALIDACION DE METODOS DE ENSAYO

RESUMEN: Este documento describe las actividades para la validación de Métodos de Ensayo no-normalizados, desarrollados o diseñados por el Laboratorio, métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto, ampliaciones y modificaciones de los métodos normalizados y para las verificaciones necesarias para confirmar que un laboratorio puede aplicar correctamente los métodos normalizados antes de utilizarlos para los ensayos.

Este documento es una revisión total del documento complementario DC-LE-05 versión 2

Este documento se distribuye como copia no controlada. Debe confirmarse su vigencia antes de hacer uso de esta versión, por si ha sido modificada.

MÉTODOS

Tipos de Métodos

**Métodos
normalizados
o estándares**

*Métodos analíticos
desarrollados por un
organismo de
normalización u otro
organismo reconocido
cuyos métodos son
aceptados por el sector
técnico correspondiente
(ISO, ASTM, EPA, IRAM)*

**Métodos
normalizados
modificados**

*Métodos
estándares con
modificaciones*

**Métodos nuevos,
internos, no
normalizados**

*Métodos desarrollados
por el laboratorio
Métodos usados fuera
del alcance para el cual
están aprobados*

MÉTODOS

Tipos de Métodos

Métodos normalizados o estándares

Asegurar su correcto uso y verificar el cumplimiento de los parámetros definidos en la norma

Métodos normalizados modificados

Evaluar el impacto de los cambios realizados al método de referencia

Métodos nuevos, internos, no normalizados

Evaluar la totalidad del método, todas sus características

MÉTODO INTERNO

Parámetro	Tipo de Método			
	Cualitativo	Componentes trazas	Componentes mayoritarios	Propiedad física
Selectividad	✓	✓	✓	-
Linealidad	-	✓	depende	depende
L. de Detección	✓	✓	-	-
L. de Cuantificación	-	✓	-	-
Precisión	-	✓	✓	✓
Veracidad	-	✓	✓	✓
Rango	-	✓	✓	✓
Robustez	✓	✓	✓	✓
Incertidumbre	-	✓	✓	✓

VALIDACION

- ✓ *Establecer condiciones a cumplir (ej. $LD < 1\text{mg/L}$, Rango lineal > 2 órdenes de magnitud, $m < 20\%$ en todo el rango de trabajo, etc.)*
- ✓ *Hacer ensayos y determinar los parámetros estadísticos del procedimiento*
- ✓ *Evaluar resultados y decidir la validez del procedimiento*

Parámetros de calidad

1. Selectividad
2. Límite de detección
3. Límite de cuantificación
4. Intervalo dinámico y de linealidad - rango
5. Veracidad - Precisión - Exactitud
6. Sensibilidad
7. Robustez
8. Incertidumbre
9. Otros

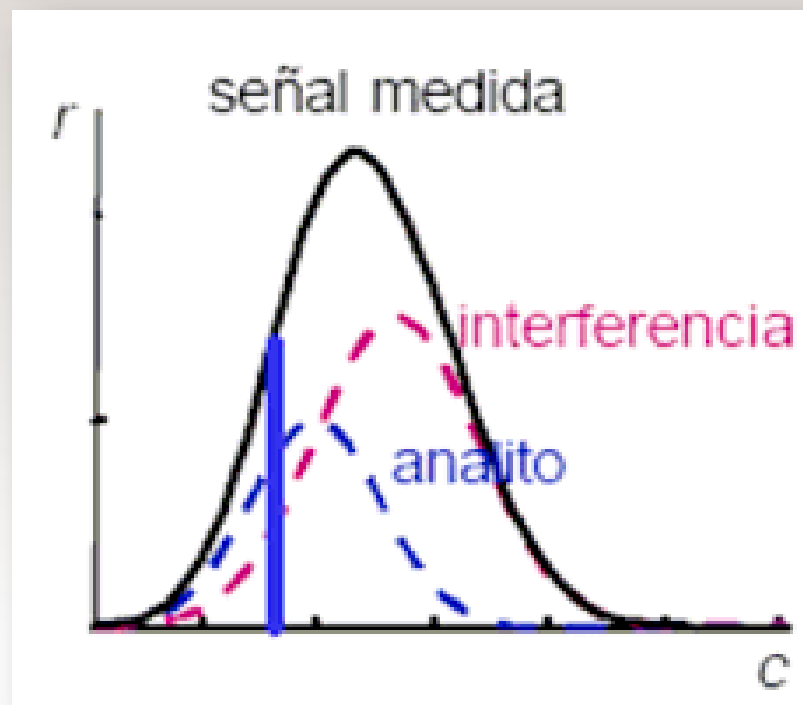


Selectividad

Capacidad de un método para cuantificar exactamente un analito en presencia de interferencias (OAA - IUPAC).

La selectividad extrema, donde el analito es el único responsable de la señal medida, se conoce como *especificidad* (cualitativo)

El concepto de selectividad va ligado al de *interferencia*.

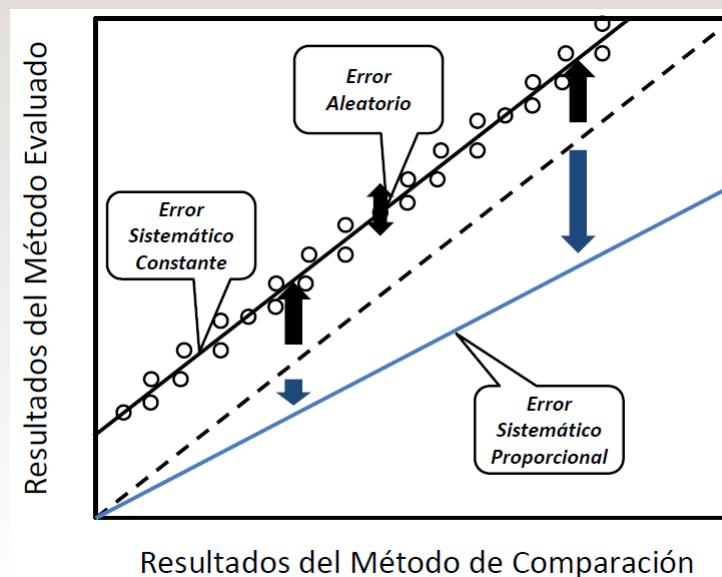


Selectividad

Interferente es una sustancia que causa un error sistemático en la determinación de un analito.

Ese error sistemático puede ser:

- ✓ Constante
- ✓ Proporcional



Selectividad

¿Cómo evaluarla?

Es necesario distinguir entre analito e interferente

- ✓ Separación
- ✓ Enmascaramiento
- ✓ Optimización de condiciones
- ✓ Evaluar el efecto matriz (recuperación)
 - Analizar blancos con agregado del analito
 - Analizar muestras con agregado del analito
 - Analizar muestras con el agregado del interferente

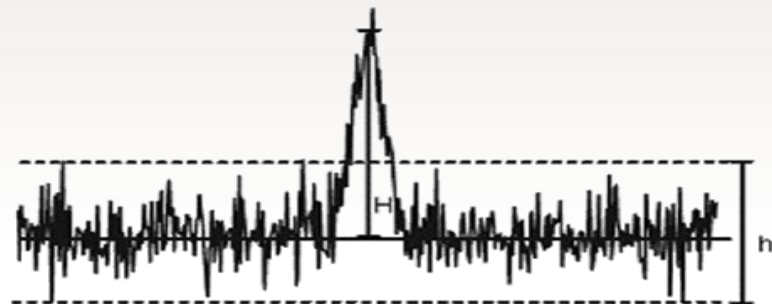
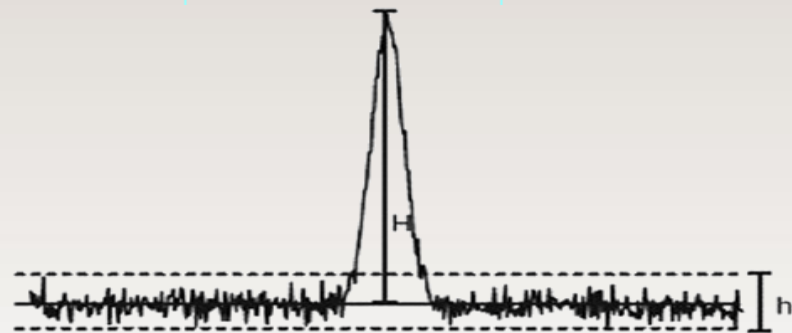
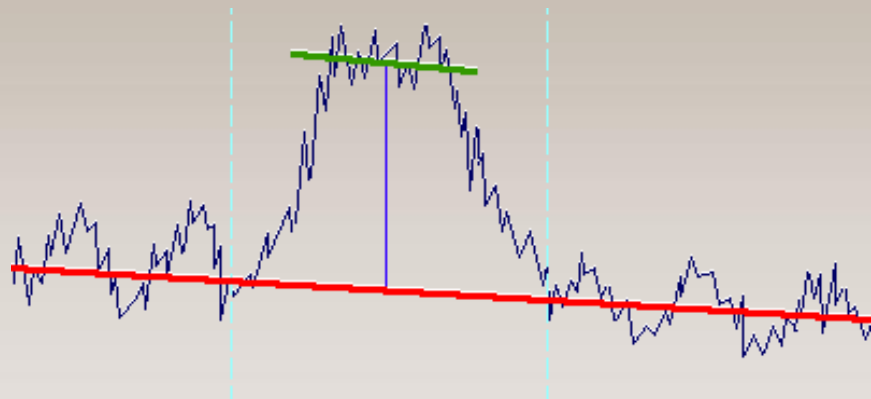
Examinar los efectos de la supresión (o agregado) de interferentes

Límite de detección

Concentración o cantidad más pequeña de analito que puede detectarse (distinguirse del blanco o del ruido de fondo) con una certeza estadística razonable

Depende de:

- ✓ Sensibilidad del método
- ✓ Magnitud del ruido superpuesto a la respuesta



Límite de detección (*LD*)

¿Cómo evaluarlo?

1. Analizar 10 blancos de muestras independientes y calcular el promedio (\bar{X}) y el desvío estándar (S). Es necesario que el desvío estándar de los blancos sea distinto de 0
2. Analizar 10 blancos de muestras independientes fortificados a la menor concentración del rango que se pretende medir y calcular el promedio (\bar{X}) y el desvío estándar (S).

Calcular LD

$$LD = \bar{X} \text{ de los blancos} + 3 S$$

$$LD = \bar{X} \text{ de los blancos fortificados} + 3 S$$

Límite de cuantificación

Valor verdadero de la señal o de la concentración de analito que conducirá a estimaciones o medidas con una desviación estándar relativa especificada.

Es el menor contenido del analito que puede ser cuantificado con un nivel de incertidumbre aceptable



Límite de cuantificación (LC)

¿Cómo evaluarlo?

1. Analizar 10 blancos de muestras independientes y calcular el promedio (\bar{X}) y el desvío estándar (S). Es necesario que el desvío estándar de los blancos sea distinto de 0
2. Analizar 10 blancos de muestras independientes fortificados a la menor concentración del rango que se pretende medir y calcular el promedio (\bar{X}) y el desvío estándar (S).

Calcular LC

$$LC = \bar{X} \text{ de los blancos} + 10 S$$

$$LC = \bar{X} \text{ de los blancos fortificados} + 10 S$$



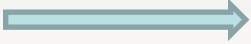
Para trazas:

$$LC = 3 \text{ a } 10 LD$$

USO

Límite de detección - LD
Límite de cuantificación - LC

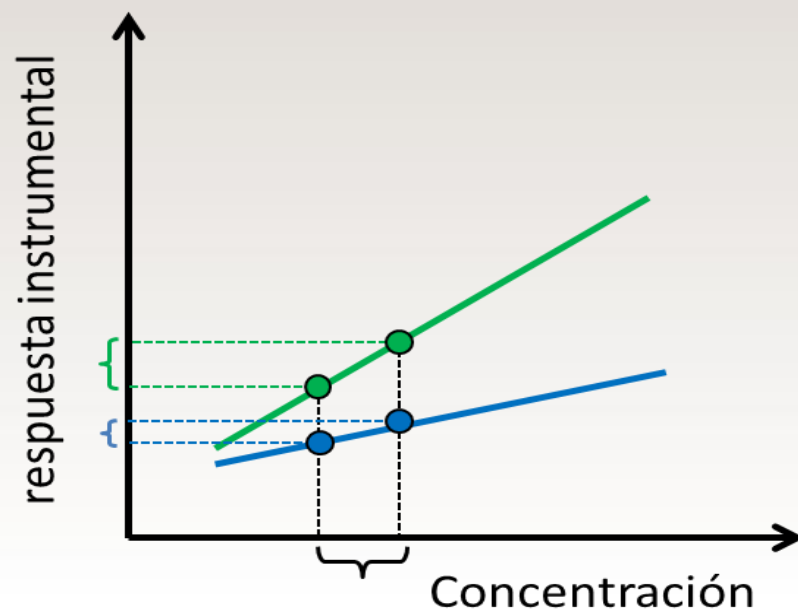
¿Cómo se debe informar un resultado?

1. Resultado: $n \leq LD$  No detectado, menor LD
2. Resultado: $LD \leq n \leq LC$  Detectado, menor LC
3. Resultado: $n \geq LC$  Concentración \pm Incertidumbre

Sensibilidad

Capacidad de un método para diferenciar dos concentraciones o dos cantidades muy parecidas (no sólo queda restringido a la región de bajas concentraciones, aunque está relacionado con el límite de detección).

- El concepto es aplicable a cualquier método (por ej. gravimétrico, volumétrico)
- En los métodos instrumentales, dependerá de la **pendiente de la recta de calibrado**.

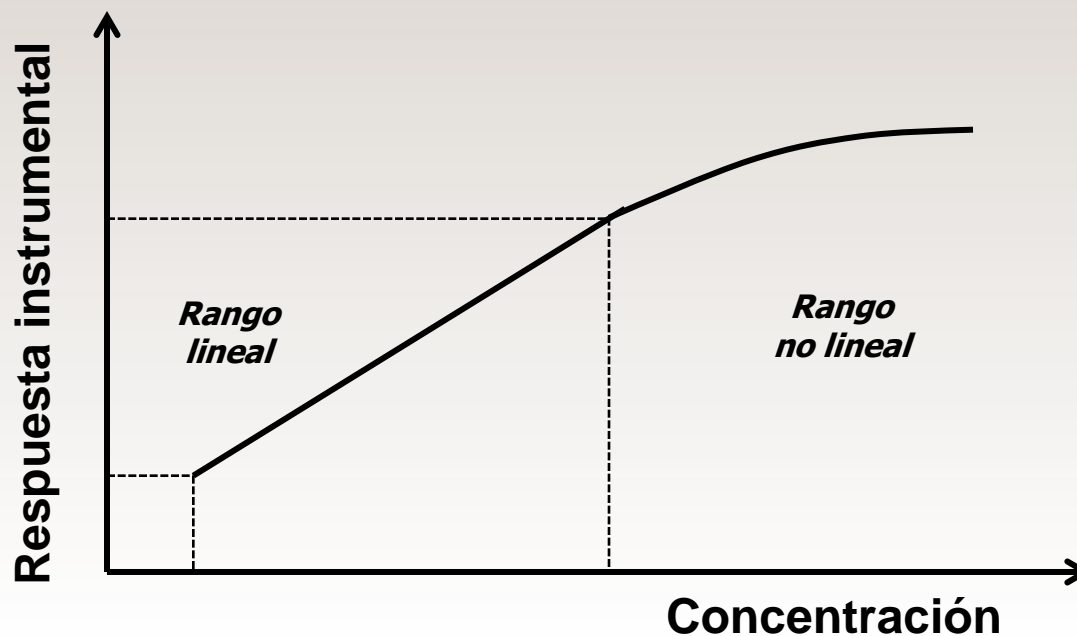


Intervalo dinámico

Intervalo de concentraciones en el que el método presenta una sensibilidad apropiada a la utilización que se quiere hacer.

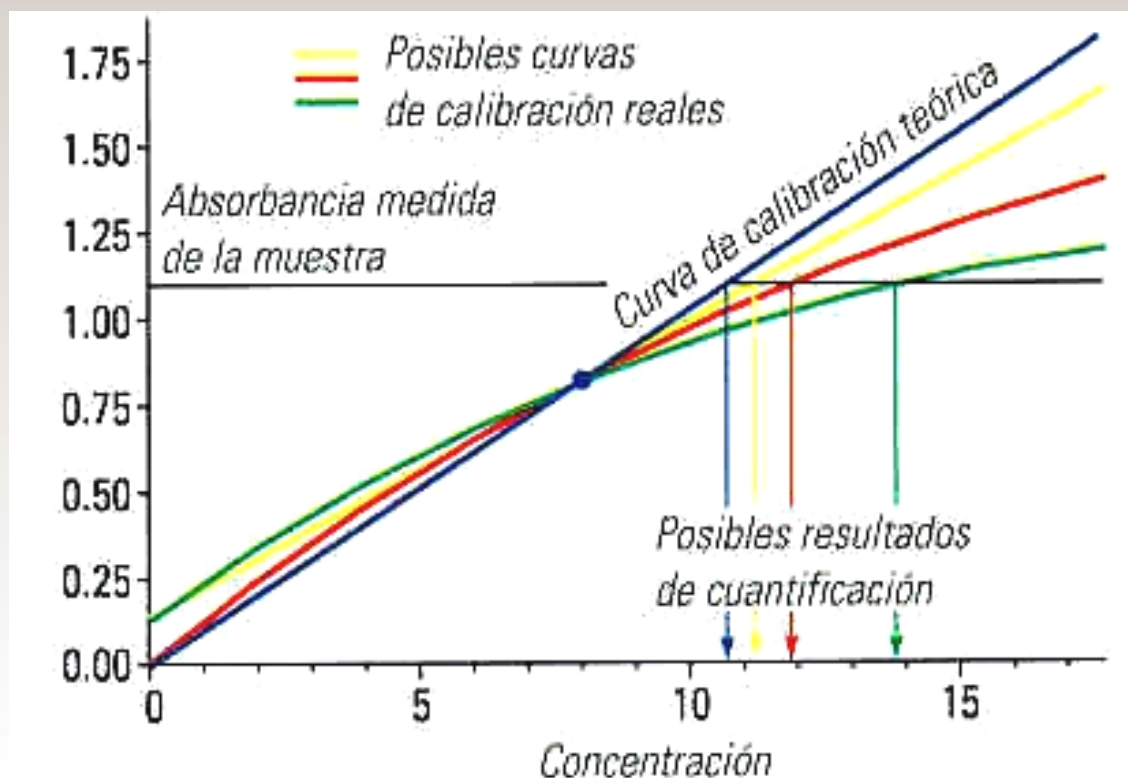
Intervalo de linealidad - Rango de Linealidad

Intervalo de concentraciones en el que la sensibilidad es constante



Intervalo dinámico

Intervalo de concentraciones en el que el método presenta una sensibilidad apropiada a la utilización que se quiere hacer.



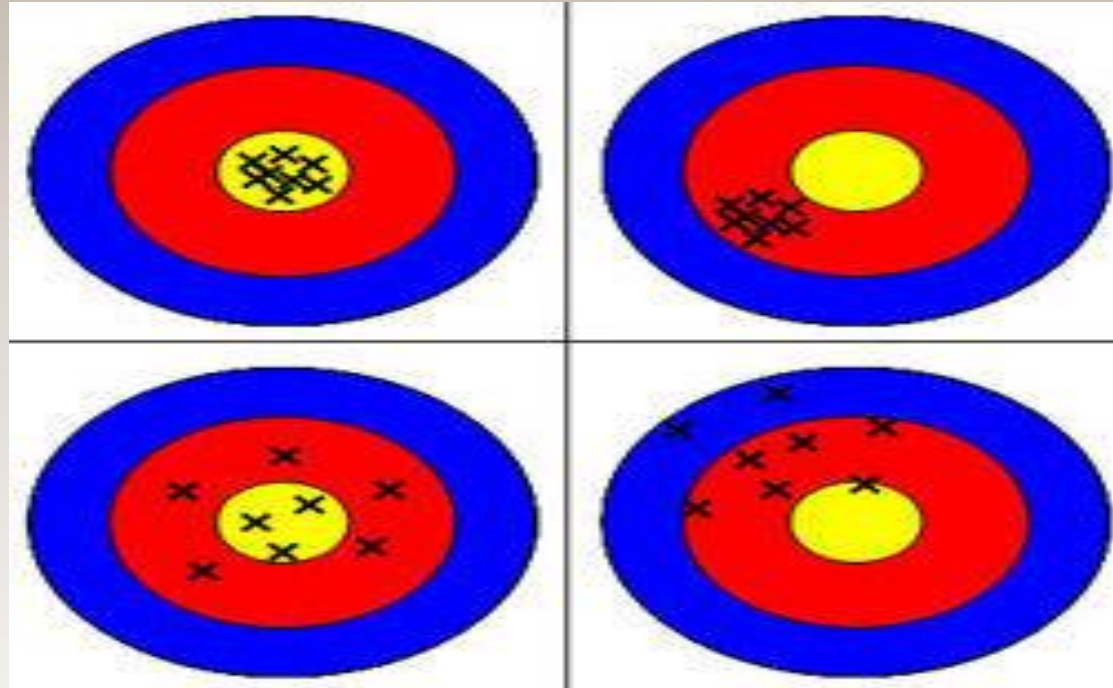
Intervalo de Linealidad

¿Cómo evaluarlo?

1. Preparar 1 blanco y al menos 6 concentraciones del analito a determinar o 6 muestras fortificadas (preferentemente las soluciones se deben preparar independientemente y no por diluciones del material de referencia)
2. Analizar y representar la señal obtenida o la lectura del resultado en función de la concentración

Definir el ámbito lineal y observar linealidad en los extremos superior e inferior del Intervalo de trabajo

Precisión - Veracidad - Exactitud



Exactitud

Proximidad entre el resultado de una medición y el valor verdadero del mensurando. Es la combinación de la precisión y la veracidad
(Fuente: ISO 5725)



Precisión

Grado de concordancia entre los resultados de ensayos independientes obtenidos en condiciones específicas. Evalúa la **dispersión de los resultados** que se obtienen al realizar medidas replicadas sobre una misma muestra.

Precisión



Repetibilidad: condiciones de mínima variación: mismo laboratorio, mismo método, mismos equipos, mismo analista, mismas muestras, en un intervalo corto de tiempo, con condiciones ambientales semejantes.

Precisión intermedia: condiciones de variación intermedia: mismo laboratorio, mismo método, mismas muestras. Puede variarse equipos, analista o tiempo (distintos días y condiciones ambientales)

Reproducibilidad: condiciones de máxima variación: mismo método, mismas muestras. Se trabaja en distintos laboratorios: reactivos, instrumentos, analistas y condiciones ambientales distintas.



Precisión

¿Cómo evaluarlo?

1. Analizar estándares, materiales de referencia o muestras fortificadas en varias concentraciones a lo largo del intervalo de trabajo ($n > 10$)
2. Análisis en condiciones de repetibilidad, precisión intermedia y reproducibilidad

Calcular

Promedio (\bar{X}), desvío estándar (S) y coeficiente de variación (CV) en condiciones de repetibilidad, precisión intermedia y participación en ensayos interlaboratorios para evaluar estos estadísticos en condiciones de reproducibilidad

REPETIBILIDAD

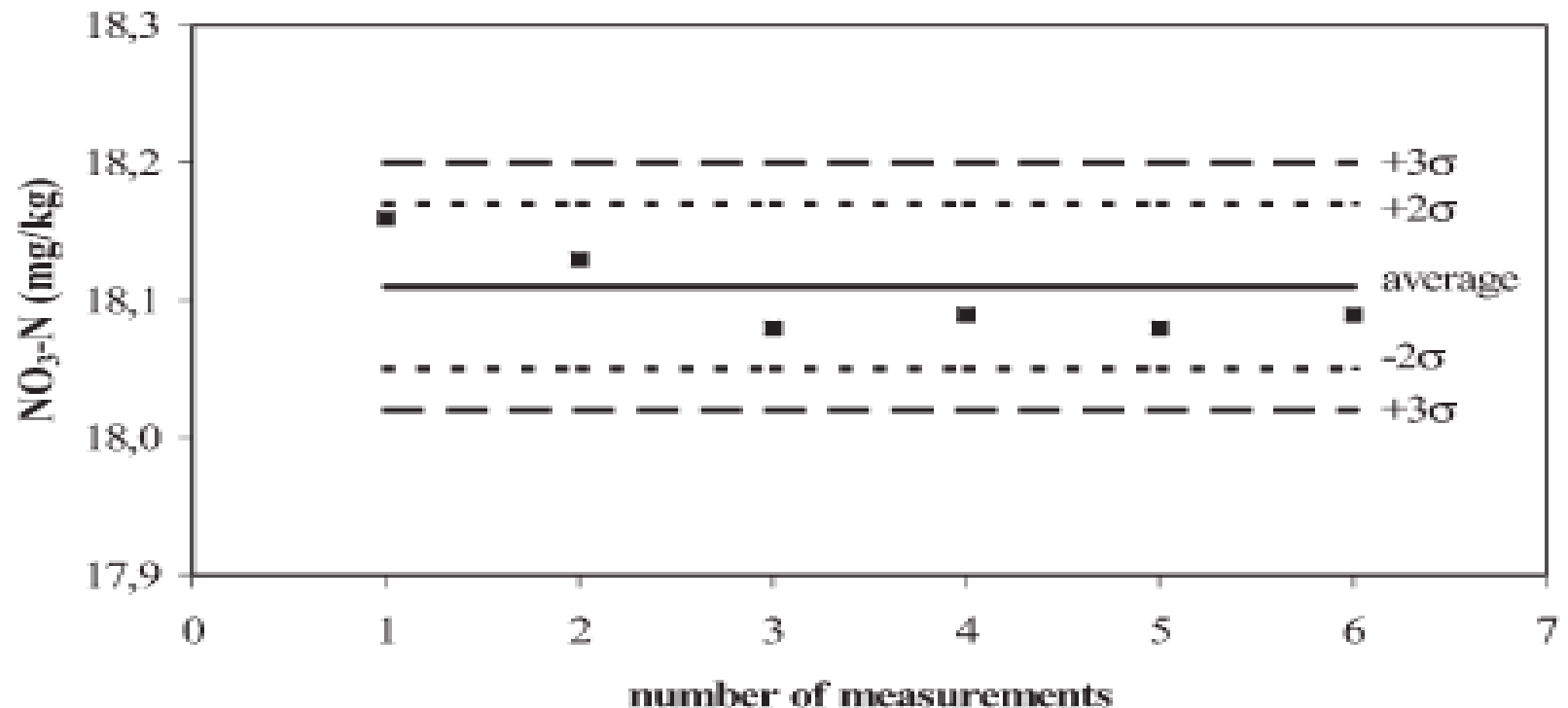


Fig. 1 Reproducibility of results obtained within 1 day using the segmented flow analyser (SFA)

Kmecl, Susin and Zupancic. 2005. Validation of analytical methods used for determination of nitrate in soil. Accred. Qual. Assur. 10:172-176.

PRECISIÓN INTERMEDIA

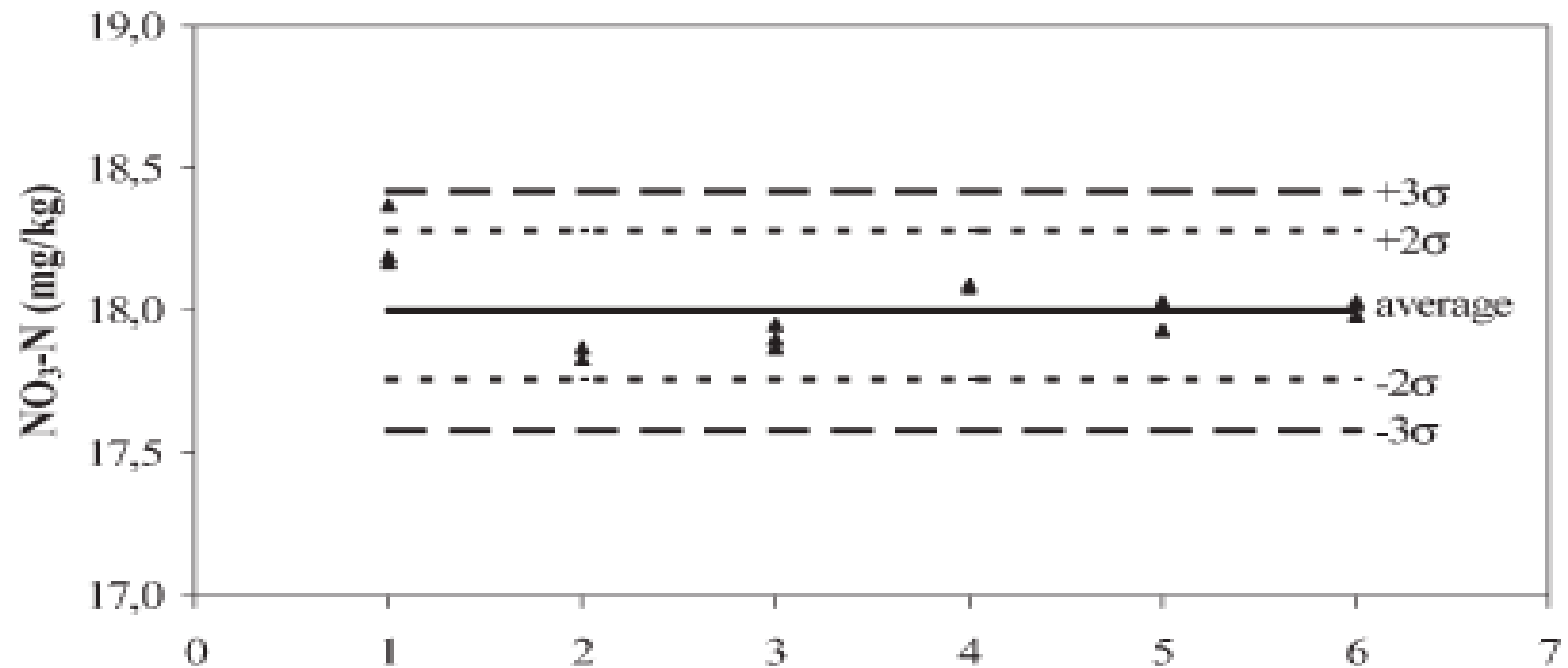
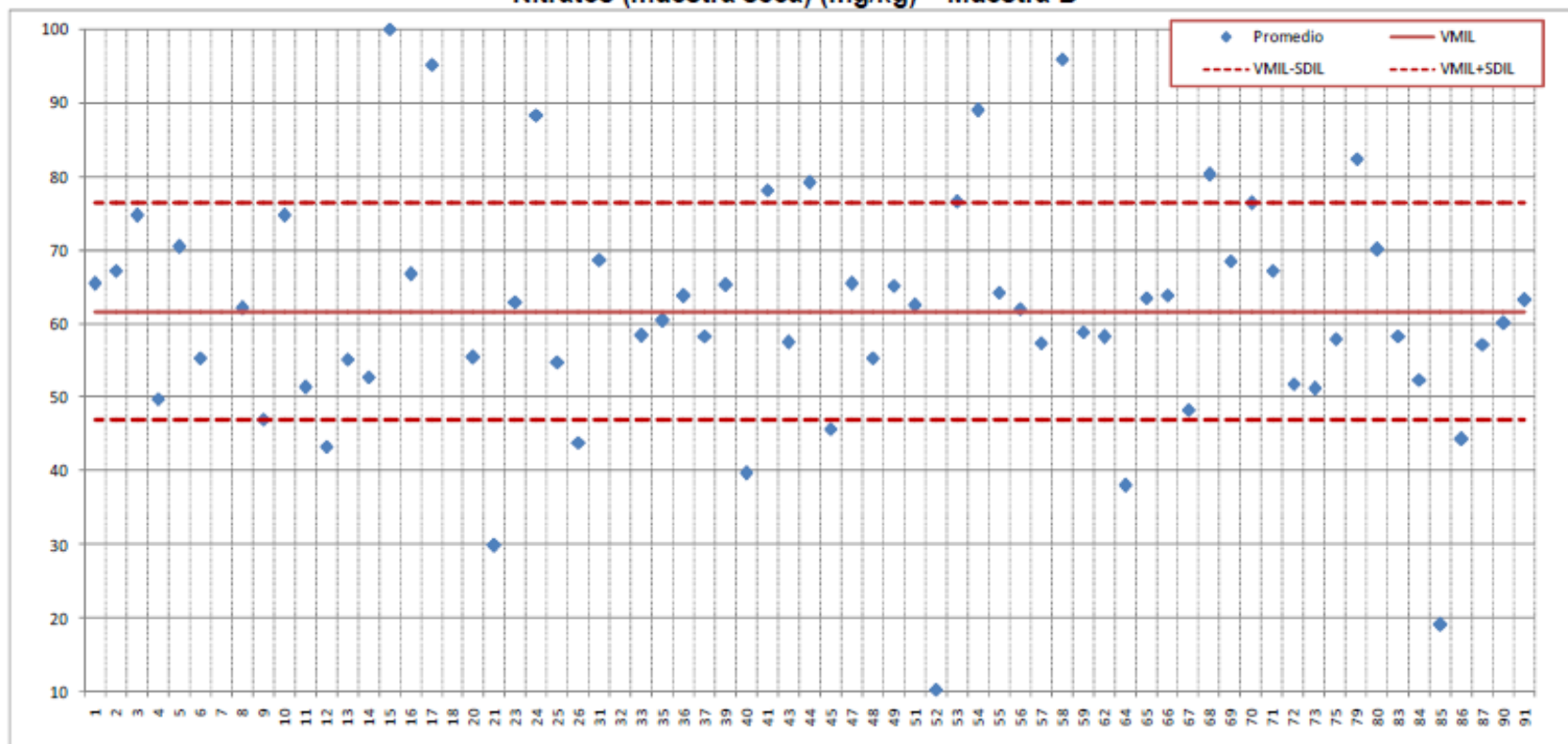


Fig. 3 Reproducibility of results obtained between days using the SFA

Kmecl, Susin and Zupancic. 2005. Validation of analytical methods used for determination of nitrate in soil. Accred. Qual. Assur. 10:172-176.

REPRODUCIBILIDAD

Gráfico 18
Datos enviados por los participantes
Nitratos (muestra seca) (mg/kg) – Muestra B



PROINSA - INFORME FINAL - RONDA INTERLABORATORIO PARA ANÁLISIS DE SUELOS AGROPECUARIOS. 2014

Veracidad

Grado de **concordancia** entre el valor de una medida y el valor real del mesurando. El “error” o “sesgo” será la diferencia entre el resultado de la medida y el valor real del mesurando.

¿Cómo evaluarlo?

- Utilización de materiales de referencia certificados
- Comparación con un método de referencia
- Análisis de muestras adicionadas (recuperación)
- Análisis de muestras sintéticas (recuperación)

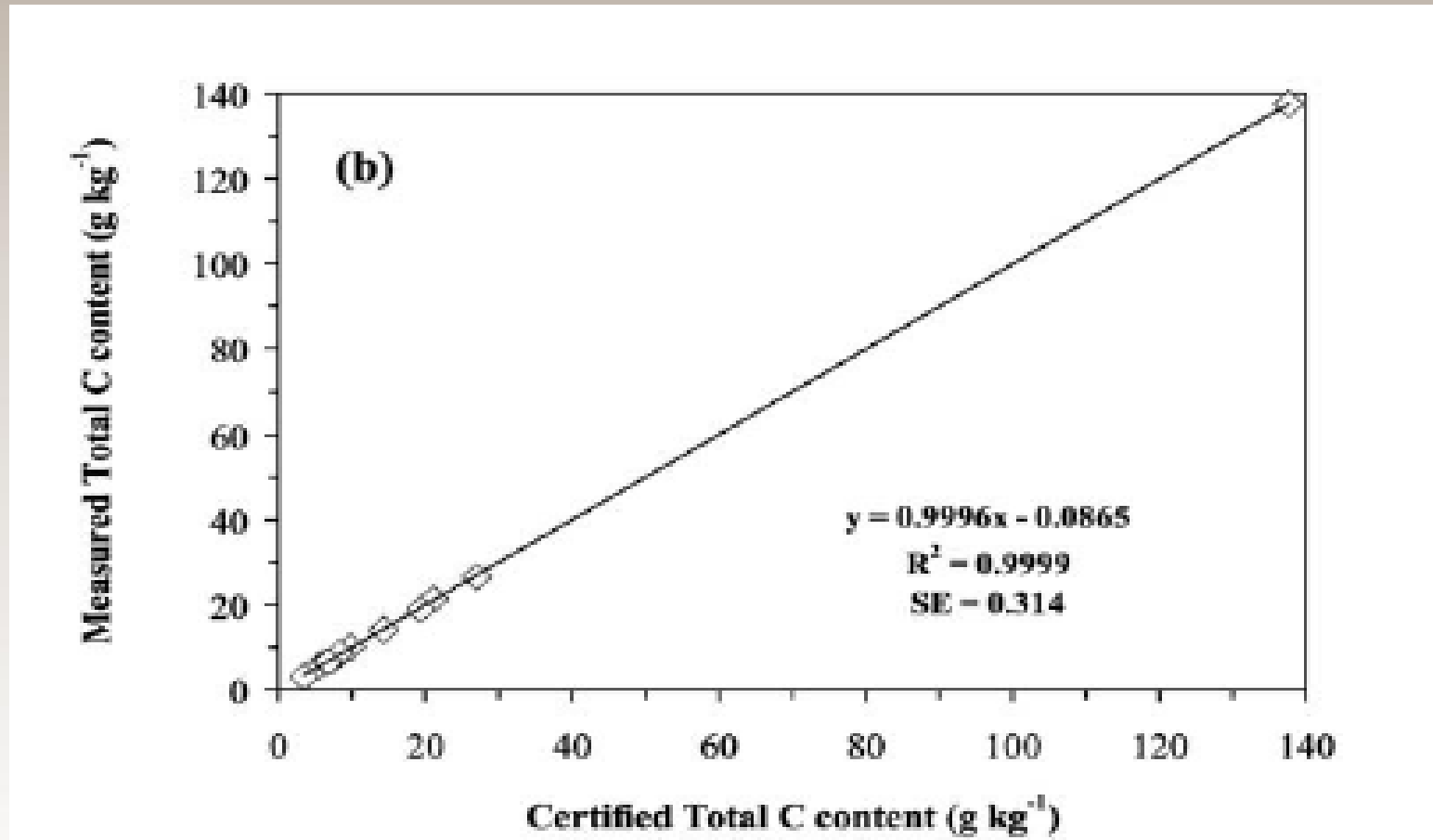


- Utilización de materiales de referencia certificados

Sample Ref.	Total C (g kg ⁻¹)	Organic C (g kg ⁻¹)	Total N (g kg ⁻¹)	Supplier	Source/Sample Type
GBW 7401	21.1	18.0	1.87	LGC	China/Soil
GBW 7402	7.5	4.9	0.63	LGC	China/Soil
GBW 7403	5.4	5.0	0.64	LGC	China/Soil
GBW 7404	6.5	6.2	1.00	LGC	China/Soil
GBW 7405	3.5	3.2	0.61	LGC	China/Soil
GBW 7406	8.3	8.1	0.74	LGC	China/Soil
GBW 7407	6.7	6.4	0.66	LGC	China/Soil
GBW 7408	19.4	3.1	0.37	LGC	China/Soil
GBW 7314	14.4	5.0	No data	LGC	China/Marine Sediment
GBW 7421	No data	No data	0.20	LGC	China/Soil
502-308	26.9	No data	No data	Leco	USA/Soil
502-309	137.7	No data	8.10	Leco	USA/Soil
502-062	9.8	No data	0.25	Leco	USA/Soil

Wright, A F & J S Bailey. 2001. Organic carbon, total carbon, and total nitrogen determinations in soils of variable calcium carbonate contents using a LECO CN-2000 dry combustion analyzer. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 32(19&20):3243-3258.

- Utilización de materiales de referencia certificados



Wright, A F & J S Bailey. 2001. Organic carbon, total carbon, and total nitrogen determinations in soils of variable calcium carbonate contents using a LECO CN-2000 dry combustion analyzer. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 32(19&20):3243-3258.

- Comparación con un método de referencia

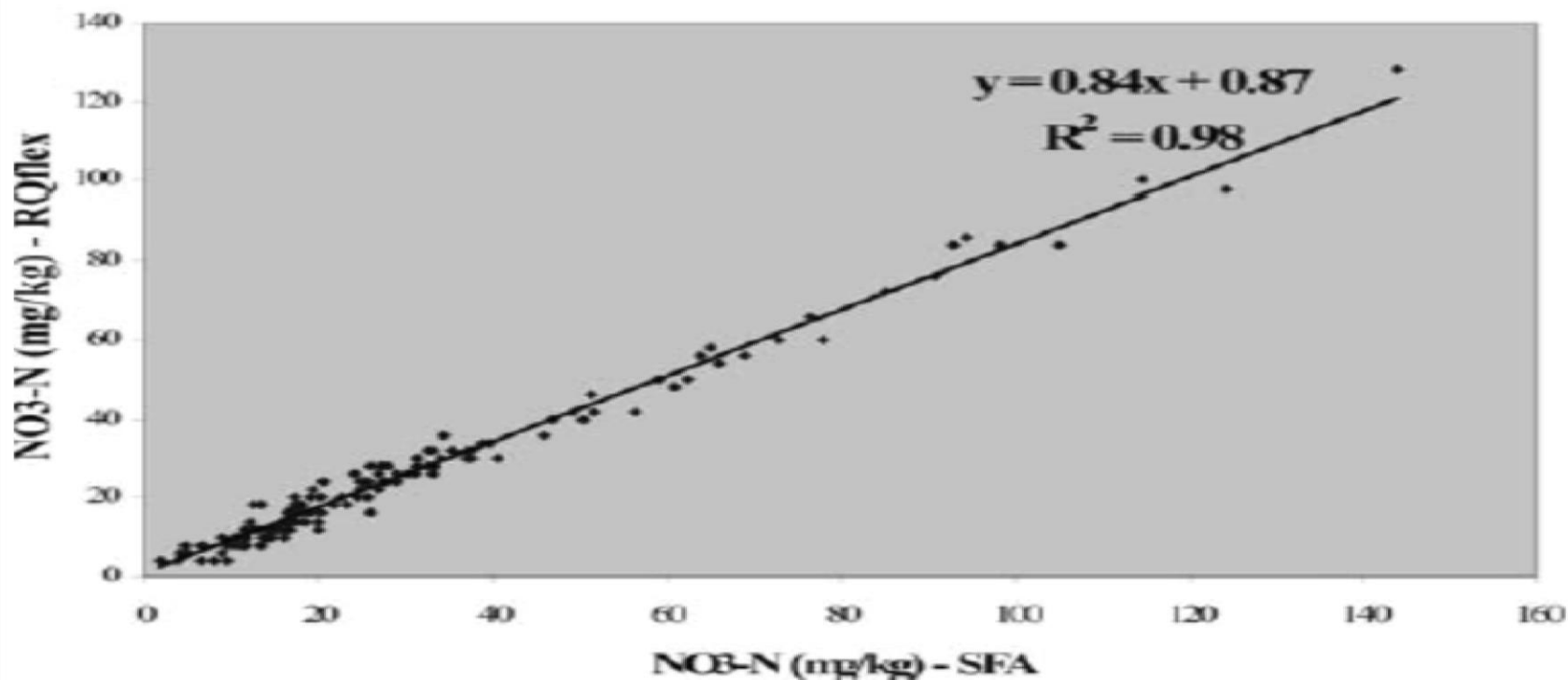


Fig. 5 Correlation between the values of NO₃ N determined using the SFA and RQflex

Kmecl, Susin and Zupancic. 2005. Validation of analytical methods used for determination of nitrate in soil. Accred. Qual. Assur. 10:172-176.

Robustez

Capacidad de un método para resistir pequeños cambios en las condiciones operatorias sin que su funcionamiento se vea alterado.

Al evaluar la robustez se identifican las **variables** que tienen un efecto más crítico sobre otros parámetros, como exactitud, precisión, selectividad, etc.

Variables típicas:

- pH
- Concentración
- Orden de adición de reactivos
- Composición y caudal de a fase móvil (técnicas cromatográficas)
- Temperatura
- Longitud de onda o potencial en el que se realizan las medidas

Robustez

¿Cómo evaluarla?

1. Analizar muestras realizando pequeñas modificaciones en algunos parámetros del método original (pH, volúmenes, reactivos, tiempos de tratamientos, temperaturas, adición de reactivos, etc)
2. Emplear diseño estadístico. Análisis en condiciones de repetibilidad o precisión intermedia.

Evaluación

- ✓ Realizar análisis de varianza para cada tratamiento
- ✓ *Observar si existen diferencias significativas entre los tratamientos o si alguno de ellos afecta otros parámetros (recuperación, precisión)*

Tabla B.3.3 - Robustez y fortaleza del método ante variaciones en el tiempo de desarrollo de color

P agregado (µg/ml)	Absorbancia 30 min	Absorbancia 2 h	P recuperado (µg/ml) 30 min	Recuperación (%) 30 min	P recuperado (µg/ml) 2 h	Recuperación (%) 2 h
0	0	0	0	100	0	100
0,25	0,021	0,022	0,26	105,6	0,28	115,2
0,5	0,037	0,036	0,48	96,8	0,48	96,8
1	0,077	0,072	1,04	103,6	0,99	99,4
2	0,144	0,141	1,99	99,3	1,96	98,1
5	0,364	0,348	4,98	99,9	4,88	97,5
10	0,727	0,717	10,01	100,1	10,07	100,7

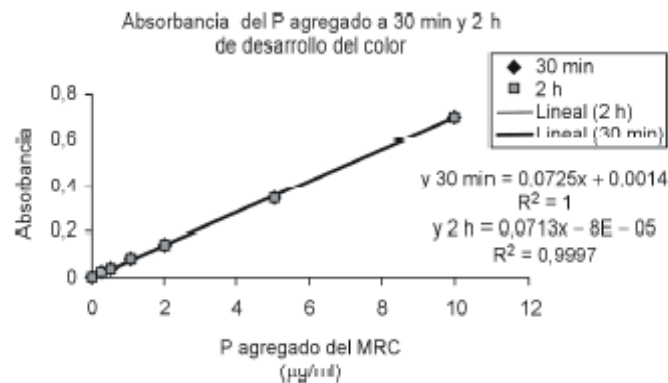


Figura B.3.3 - Robustez y fortaleza en los valores de absorbancia en concentraciones crecientes de fósforo agregado MRC ante variaciones en el tiempo de desarrollo del color

Tabla B.3.2 - Robustez y fortaleza del método ante variaciones de la longitud de onda

P agregado (µg/ml)	Absorbancia λ 880 nm	Absorbancia λ 882 nm	Absorbancia λ 884 nm
0	0	0	0
0,25	0,021	0,021	0,022
0,5	0,036	0,037	0,037
1	0,077	0,077	0,078
2	0,143	0,144	0,144
5	0,363	0,364	0,365
10	0,723	0,727	0,73
Regresión	-	-	-
Origen	0,002	0,002	0,002
Pendiente	0,072	0,072	0,073
Coef. Correlación	0,9999	0,9999	0,9999

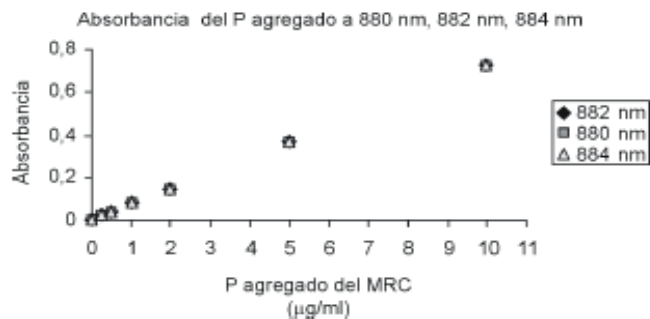


Figura B.3.2 - Robustez y fortaleza en los valores de absorbancia en concentraciones crecientes de fósforo agregado MRC ante variaciones de la longitud de onda

IRAM - SAGYP 29570-1
Anexo C

Ensayo de robustez

	Variable del Método Validado	Variable Modificada	Valor p ($p \geq 0,05$)
Resuspensión	Vortex	Manual	0,000
Velocidad de agitación	200 rpm	120 rpm	0,054
Posición del tubo	Vertical	Horizontal	0,276
Número de extracciones	3	4	0,602
Solución de Lavado	Etanol 96°	Etanol al 70%	0,000

Kloster N.S.; Azcarate M.P, Ostinelli M y Carreira D. Validación de método de ensayo: Determinación de CIC empleando acetato de amonio a pH 7. XXII Congreso Argentino de la Ciencia del Suelo. Rosario, Santa Fe, Argentina. 2010

Incertidumbre

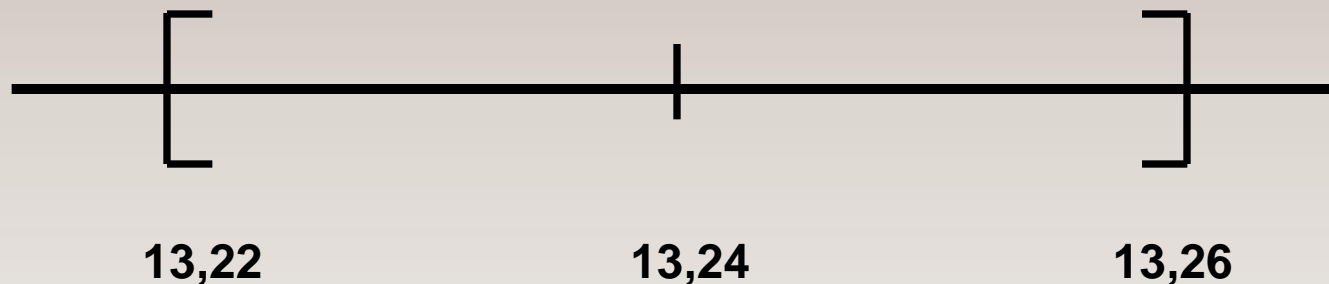


Es la duda que se tiene sobre los resultados de una medición

Parámetro asociado con el resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuibles al mensurando (GUM)

Depende del método empleado y de las condiciones de uso (equipamiento, analista, condiciones ambientales, etc.)

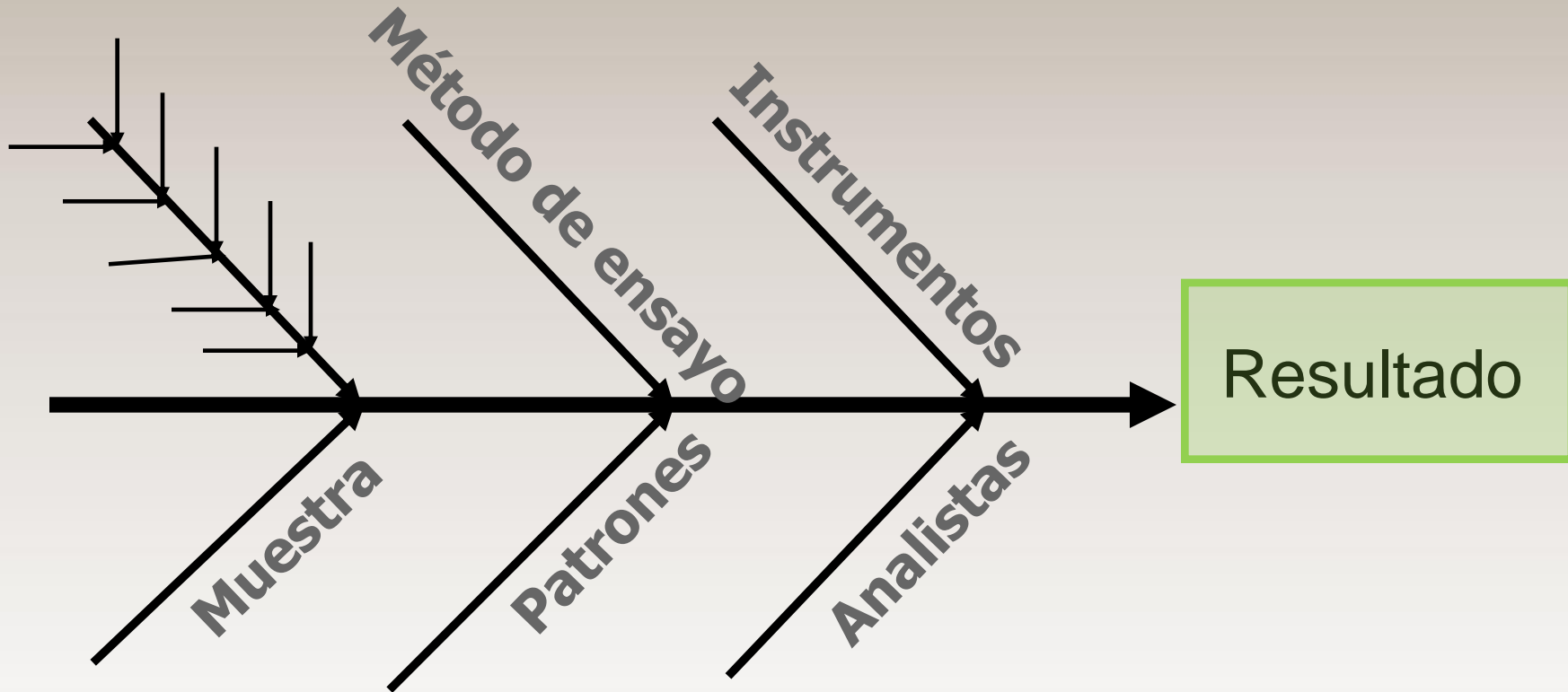
$(13,24 \pm 0,02) \text{ g} / 13,24 \text{ g} \pm 0,02 \text{ g}$



El resultado de una medición no es un valor, *es un rango disperso de valores*, todos compatibles con la medición

Incertidumbre

¿Cómo evaluarla?



Fuentes de Incertidumbre

Otras características a evaluar



- Rapidez
- Costos del análisis
- Aspectos ambientales
- Aspectos de seguridad



Reglas de oro de las validaciones

- Validar el proceso analítico en su conjunto, incluyendo las etapas de *tratamiento de la muestra*, previas a la medida analítica
- Validar el método en todo el *intervalo de concentraciones en que se va a aplicar* (evaluar parámetros en dos o tres niveles: alto, medio y bajo)
- Validar el método en cada una de las *matrices* en que se va a aplicar



Resultados de las validaciones

- Evaluación de acuerdo a *Pre-requisitos de Validación* (criterios de aceptación prefijados)
- Pre-requisitos fijados para las condiciones de *trabajo de rutina*
- Los *resultados* se expresan en valores definidos (concentraciones con sus incertidumbres, parámetros estadísticos, probabilidades)

Resultados de las validaciones



Si el desempeño observado concuerda con los pre-requisitos:

- ✓ el resultado de la validación es **ACEPTABLE**
- ✓ el método es considerado **VÁLIDO** para el uso previsto

Si el desempeño observado no concuerda con los pre-requisitos

- ✓ el resultado de la validación es **NO ACEPTABLE**
- ✓ el método es considerado **NO VALIDO** para el uso previsto

Resultados de las validaciones

LabIS - Laboratorio del Instituto Suelos		
 CIRN	N inorgánico en muestras de suelo Destilación Bremner	
INFORME DE VALIDACIÓN		


INFORME N°: 03/2015

<i>Ensayo</i>	Nitratos en suelo seco (para uso Agropecuario)
<i>Métodos (ver protocolos - Plan IS - RE - PT - 5.4/5)</i>	Bremner - FDS - SNEDD
<i>Método estándar</i>	Bremner
<i>Plan de Validación</i>	IS-RE-PT-5.4/5

INSTRUMENTACIÓN UTILIZADA	
Espectrofotómetro UV - Visible Lambda 35 (PElmer) - EM UV/V 02 (ID)	
Balanza Pioneer™ (OHAUS) Modelo PA214 - BA 03 (ID)	
Balanza CUX 620 H - BA 05 (ID)	
Termohigrómetro TFA - TH 03 (ID)	
Otros IM (Dispensadores, pipetas, destilador, titulador, baño, estufas, materiales volumétricos, etc.) previstos en los protocolos correspondientes - Plan IS-RE-PT5.4/5	

CONDICIONES	
Ver Plan de Validación IS - RE - PT - 5.4/5	

FECHA DE OPERACIONES		
	01/2015	- Calibración y Verificación de IM - Preparación Items de ensayos - Compra y evaluación de reactivos - Actividades de prevalidación - Puesta a punto de métodos FDS y SNEDD
	02/2015	- Extracciones y cuantificación - Bremner - FDS - SNEDD
03/2015	- Análisis estadístico	

	Elaboró	Revisó	Aprobó	Código: IS-RE-PT-5.4/5-7 Versión: 1 Fecha vig.: 01/01/2015 Página 1 de 7
	Responsable Técnico - Analista	Responsable de Calidad	Responsable Técnico	

Prohibida su reproducción total o parcial sin autorización escrita del INTA.

Muchas gracias!!!

Ing. Agr. Miriam Ostinelli

ostinelli.miriam@inta.gov.ar

Instituto de Suelos

CIRN – INTA



Ministerio de Agroindustria
Presidencia de la Nación



¿Preguntas?

