



## NOTA DE INTERÉS

### Evolución de los Interlaboratorios de Análisis de Suelos en ALAP

Carracedo, C.<sup>(1)</sup>; M.L. Rivero de Galetto<sup>(2)</sup>; V. Bortolotti<sup>(3)</sup> R. Elizalde<sup>(4)</sup>; & M.I. Aramburu<sup>(5)</sup>;

(1) Laboratorio LEA, Calle 25 N° 467- Colón, lablea@speedy.com.ar

(2) Consultora Suelos, Perú 630- Pergamino, consultorasuelos@speedy.com.ar

(3) Laboratorio LAI-Suelos, Mitre 4327- Rosario laboratorio@laisuelos.com.ar

(4) Laboratorio ESAGRO, L de la Torre 674- Sta Rosa La Pampa esagro@cpenet.com.ar

(5) ISETA, H. Yrigoyen 931- 9 de Julio, analisis@iseta.edu.ar

#### RESUMEN

Como asociación de laboratorios de análisis agropecuarios y para cumplir uno de sus objetivos básicos y fundacionales consistentes en dar una respuesta válida, confiable y comparable para la toma de decisiones de la empresa agropecuaria, ALAP (Asociación de Laboratorios Agropecuarios Privados), viene realizando controles interlaboratorios desde su creación. El objetivo de este trabajo es mostrar la evolución en los controles intra e interlaboratorios para la realización de las metodologías de análisis de suelo y las herramientas utilizadas para este logro. Se analizaron los resultados obtenidos en los interlaboratorios desde el año 1996 hasta el año 2009. La participación de los integrantes de la red colaboró en la mejora de los resultados a través del tiempo. Se evolucionó en la aplicación de las herramientas estadísticas utilizadas en la evaluación de resultados.

**Palabras clave:** Interlaboratorios, estadística, ensayos de suelos.

#### INTRODUCCIÓN

Como asociación de laboratorios de análisis agropecuarios y para cumplir uno de sus objetivos básicos y fundacionales consistentes en dar una respuesta válida, confiable y comparable para la toma de decisiones de la empresa agropecuaria, ALAP (Asociación de Laboratorios Agropecuarios Privados) viene realizando controles interlaboratorios desde el año 1996.

Si bien en los inicios no existían metodologías de análisis normalizadas, esto no impidió realizar comparaciones estadísticas básicas.

El objetivo de este trabajo es mostrar la evolución en los intercontroles y las herramientas utilizadas para este logro.

#### MATERIALES Y MÉTODOS

En todos los ensayos interlaboratorios, desde los inicios, se utilizó la misma metodología de trabajo para la preparación y distribución de muestras y recepción de resultados.

Cada laboratorio fue codificado con un número aleatorio, participando a través de los años entre 12 y 22 laboratorios.

Cada muestra de suelo fue identificada con un número, enviada seca y molida con un peso aproximado de 300 g.

La metodología de análisis utilizada en los primeros años no estaba normalizada, y a partir del convenio IRAM- SAGPYA, la asociación participa en el grupo consultivo que trabaja para la normalización de las técnicas.

El número y tipo de analito considerado fue variable a lo largo de los años.

El análisis estadístico fue evolucionando en complejidad desde los comienzos a la actualidad.

#### RESULTADOS

Se presenta un detalle de la evolución de los interlaboratorios en ALAP en el cuadro N° 1.

**CUADRO N° 1: ENSAYOS INTERLABORATORIOS DE ANÁLISIS DE SUELOS DE ALAP**

Año	N° muestras	N° datos/muestra	N° laboratorios	Estadística
1996	2	1	12	Promedio
1997	1	1	14	Frecuencias-Graf-Mediana-Media-Desv. Intervalos +-desv / Algunos parámetros no se pudieron comparar por escasos datos (pocos lab): bases y CIC, H, Nt, CE,S04/ Se pidió especificar metodologías utilizadas
2000	2	1	12	Mediana-Media-Max-Min. Graf - Desv. Intervalos +-desv
2000	1	2	15	Mediana-Media-Max-Min. Graf - Desv. Intervalos +-desv / Se indicó metodología y se pidió detalle de c/lab. (como lo hacía)- Se realizó la comparación de los protocolos de análisis al detalle
2002	1	2	20	Preparación de muestra y estadística realizada por <b>Universidad Nacional de La Plata</b> -Escala WEPAL- Técnicas sugeridas- Se solicitó detalle de procedimientos- Estadística por Z-score- Se revisaron las metodologías y se re-hicieron los análisis
2004	3	1	14	3 muestras de diferentes concentraciones (bajo-medio-alto) Comparación metodologías- Promedios y medianas
2005	1	2	12	Mediana-Media-Max-Min. Graf - Desv. Intervalos +-desv / Se indicó metodología y se pidió detalle de c/lab. (como lo hacía)- Se realizó la comparación de los protocolos de análisis al detalle y respecto a la Norma IRAM-SAGPyA 29570-1- Esquema 2-
2006	2	3	15	Estadística Z-score-
2007	3	3	16	Estadística Z-score-
2008	3	3	17	Youden de a pares de muestras- Cálculo del Desempeño general por laboratorio
2009	1	6	19	Medición en 3 oportunidades x duplicado. Estadística: eliminación Outliers (Grubbs, Dixon, Rango intercuartílico) Gráf. Frecuencias- Z score- Inter Brasil- Tests de Variancias- Repetibilidad y Reproducibilidad- Seguimiento de los laboratorios con valores extremos y mejora de desempeño (CV)
2009	1	3	15	Preparación muestras y estadística realizada por <b>PROINSA</b> - Cálculos CV y Z-score/ Grubbs y Cochran para detección de outliers

## DISCUSIÓN

Desde el año 1996 hasta el año 2000 las intercomparaciones mostraban limitaciones en la metodología de análisis, porque cada laboratorio utilizaba su técnica habitual. A partir del año 2000 se indicó la metodología a utilizar durante el intercontrol y se revisaron los protocolos al detalle. En el año 2002 se comenzaron a implementar las técnicas del SAMLA y desde el año 2004 se continúa con las técnicas de SAMLA, pero utilizando los esquemas de IRAM. También se realizaron intercontroles con la UNL (Universidad Nacional de La Plata) durante el año 2002 y con el PROINSA (Programa Nacional de Interlaboratorios de Suelos Agropecuarios) durante el año 2009.

Hasta el año 2000 solamente se informaba un dato para cada analito, resultante del promedio de réplicas dentro del laboratorio.

A partir de allí y hasta el año 2004 se solicitó informar el valor de cada una de dos réplicas y su promedio. Desde el año 2007 se informaron tres valores, obtenidos en distintos momentos, con el objetivo de evaluar la repetibilidad interna de cada laboratorio.

En el último año se informó de cada analito 6 valores, resultado de las réplicas durante tres momentos distintos de medición

Hasta el año 2002 se realizó estadística básica: promedios, frecuencias, medianas, desvíos; introduciendo luego el Z-score, utilizado en reconocidos interlaboratorios.

En el año 2008 aplicamos los métodos de estadística robusta como el Test de Youden y análisis de desempeño.

En el último interlaboratorio, realizado en el año 2009, se incorporó el Test de detección de Outliers y Análisis de Variancias de la Repetibilidad y Reproducibilidad, además del Z-score.

Los resultados obtenidos se pueden observar en el Cuadro n° 1 "Ensayos Interlaboratorios de Análisis de Suelos en ALAP"

## CONCLUSIONES

La participación voluntaria y continua de los integrantes de la red ALAP en los ensayos interlaboratorios se han visto reflejados en la mejora de los resultados obtenidos a lo largo del tiempo.

Se ha logrado una uniformidad de metodologías aplicadas en la red, incluso previo a la normalización de los métodos.

Se ha evolucionado en la aplicación de las herramientas estadísticas utilizadas en la evaluación de resultados

El trabajo desarrollado por la asociación en todos estos años se manifestó en el buen desempeño obtenido en el PROINSA 2009.

Para asegurar calidad en las mediciones y continuidad de desempeño, la asociación promueve la aplicación de nuevas herramientas estadísticas para detectar puntos críticos de control en las metodologías analíticas para cada laboratorio.

## BIBLIOGRAFIA

- PROMAR-AACS 1991. Programa de métodos analíticos de la Asociación Argentina de la ciencia del suelo. Ensayos pH, Materia orgánica, Fósforo extraíble. Argentina.
- SAMLA 2004 Sistema de apoyo metodológico a los laboratorios de suelos, agua, vegetales y enmiendas orgánicas ISBN 987-9184-40-8. Dirección de Agricultura SAGPyA Argentina.
- Marban, L; Ratto, S. E. 2005. AACS Editores. Tecnologías en análisis de suelos, Alcance a laboratorios agropecuarios [Buenos Aires, Argentina. 215 pp.]
- IRAM- SAGPyA 34553: (2005) Estadística- Exactitud (certeza, repetibilidad y reproducibilidad) de los métodos de medición y de sus resultados. Parte 1- Principios generales y definiciones.
- Oliveri, A. C.; Goicoechea, H. C. 2007. Ediciones UNL. La calibración en química analítica. Universidad Nacional del Litoral. [Santa Fe, Argentina. 179 pp.]
- Aramburu M.I.(1), Bortolotti V.(2), Carracedo C(3), Elizalde R.(4), Galetto, M.L. 2008. Evolución de la calidad analítica de laboratorios de análisis de suelo de ALAP. Congreso Argentino de suelos 2008 - Argentina
- PROINSA 2008 Programa Nacional de Interlaboratorios de Suelos Agropecuarios. Dirección de agricultura. SAGPyA Argentina.

[ IMPRIMIR ]

