# PROGRAMA NACIONAL DE INTERLABORATORIOS DE SUELOS AGROPECUARIOS

### - PROINSA -

Manual de Procedimientos y otras yerbas



Diego Cosentino Marzo 2017

### **PROINSA**

¿Realmente sirve para algo?

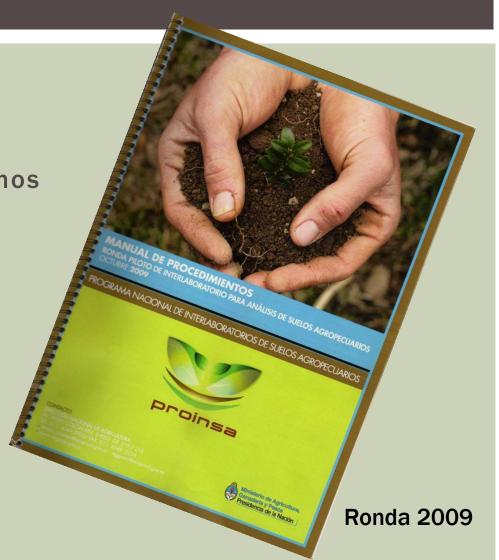


Diego Cosentino Marzo 2017

### MANUAL DE PROCEDIMIENTOS

Forma oficial de comunicarnos

(no única)



## Ítems de ensayo utilizados para el PROINSA

- 2009-2012 una muestras de suelo
- 2013-2016 dos muestras de suelo





#### CRONOGRAMA

### ¿POR QUÉ PEDIMOS LOS RESULTADOS EN MOMENTOS DE MUCHO TRABAJO DEL LABORATORIO O EN UN BREVE PLAZO?

■ El resultado del análisis debe representar el resultado de cualquier muestra corriente.

- La idea subyacente del Interlaboratorio es meterse lo más internamente dentro de cada laboratorio para encontrar posibles problemas, con el único objetivo de resolverlos.
- La mejora particular lleva a una mejora global

### ¿QUÉ HACEMOS CON LOS RESULTADOS QUE SURGEN DE METODOLOGÍAS DIFERENTES?

Por qué no analizarlos todos juntos?

El Caso de la Materia Orgánica

### ¿Qué hacemos?

- Todos se analizan en conjunto, independientemente de la metodología declarada por el laboratorio.
- En algunos casos pueden existir sesgos para diferentes métodos.
  Allí, analizamos además los datos separados por metodología

Fósforo, Nitratos, etc.

#### ¿POR QUÉ PEDIMOS A TODOS LAS MISMAS UNIDADES EN EL RESULTADO? ¿QUÉ PASA CUANDO RECIBIMOS DATOS CON UNIDADES ERRÓNEAS?

Cada resultado se pide con unidades determinadas para evitar inconsistencias

Si el resultado real es 13,3 mg/g Se informa, por error 1,3PAr3 mg/g 13,3 g/100 g el participante obtendrá un mal resultado

Casos: N-NO3 y S-SO4

Parte de la competencia del laboratorio es informar propiamente los resultados

### ¿POR QUÉ PEDIMOS ANALITOS EXPLORATORIOS?

PARÁMETRO	VMIL	s <sub>L</sub>	CV (%)	U
Carbono org. oxidable (g/100g)	2,10	0,31	14,7	0,04
Nitrógeno total (g/100g)	0,22	0,02	11,0	0,004
Fósforo extraíble (mg/kg)	7,5	1,4	18,7	0,2
Cap. inter. Catiónico (cmolc/kg)	17,2	2,6	15,05	0,5
Ca2+ (cmolc/kg)	8,7	1,0	11,9	0,2
Mg2+ (cmolc/kg)	1,9	0,6	31,3	0,1
Na+ (cmolc/kg)	0,3	0,2	65,9	0,03
K+ (cmolc/kg)	1,4	0,3	23,5	0,05
pH <b>1</b> :2,5 (agua)	5,7	0,2	3,2	0,02
Nitratos (muestra seca) (mg/kg)	32,7	13,1	39,9	1,9



### ¿POR QUÉ PEDIMOS ANALITOS EXPLORATORIOS?

#### Desviación estándar interlaboratorio relativa porcentual

Parámetro Piloto 2009		Ronda 2010	Ronda 2011	Ronda 2012	Ronda 2013		Ronda 2014		Ronda 2015		Ronda 2016	
					Mtra A	Mtra B						
<b>C</b> (g/100g)	10,60%	13,70%	15,40%	15,20%	16,20%	16,70%	14,97%	13,57%	17,64%	17,00%	14,67%	13,96%
<b>N</b> (g/100g)	6,90%	14,60%	11,30%	10,50%	14,10%	14,40%	14,02%	14,01%	13,85%	12,58%	10,96%	13,34%
P (mg/kg)	12,50%	17,40%	19,80%	14,20%	15,60%	15,10%	17,92%	33,55%	26,00%	18,48%	18,68%	16,70%
CIC (cmolc/kg)	-	_	15,70%	13,40%	14,00%	18,70%	18,54%	20,91%	12,71%	14,67%	16,41%	18,22%
Ca2+ (cmolc/kg)	_	_	12,80%	14,40%	12,80%	13,60%	16,69%	17,63%	11,62%	13,15%	11,92%	13,63%
Mg2+ (cmolc/kg)	_	_	39,20%	41,00%	34,20%	41,60%	30,05%	30,47%	31,36%	31,66%	31,28%	39,34%
Na+ (cmolc/kg)	_	_	38,80%	74,00%	75,10%	75,00%	52,65%	32,69%	67,36%	66,67%	65,92%	50,56%
K+ (cmolc/kg)	_	_	18,30%	18,30%	17,60%	24,30%	20,93%	21,90%	23,82%	23,11%	23,49%	22,16%
pH 1:2,5 (agua)	2,90%	4,20%	3,50%	3,50%	2,90%	3,00%	3,67%	3,69%	3,62%	3,21%	3,16%	2,67%
Nitratos	-	_		61,5%	53,5%	56,8%	58,6%	23,8%	32,7%	33,20%	39,88%	30,21%

### ¿POR QUÉ PEDIMOS ANALITOS EXPLORATORIOS? EL CASO DEL SULFATO

Desviación estándar interlaboratorio relativa porcentual (%)											
Parámetro		Ronda	Ronda 2012	Ronda 2013		Ronda 2014		Ronda 2015		Ronda 2016	
		2011		Mtra A	Mtra B						
Sulfatos solubles (mg/kg)		64,90	65,30	59,40	52,90	67,07	50,54	67,97	72,33	70,98	65,42

### ¿CUÁL ES EL VERDADERO VALOR DE CADA ANALITO DE LA MUESTRA QUE RECIBÍ?

#### Nadie lo sabe.

- La complejidad intrínseca de la matriz suelo hace imposible obtener valores metrológicamente trazables
- El valor de referencia de cada parámetro es calculado "por consenso" a partir de los resultados aportados por los propios participantes, usando métodos estadísticos adecuados.
- Un "buen" resultado en el interlaboratorio, debe ser interpretado como un resultado cercano a la mayoría de los participantes

### ¿POR QUÉ NO VENDEMOS "MUESTRA PATRÓN"?

No existe la "Muestra Patrón"

Las muestras preparadas por PROINSA no deben ser consideradas muestras de referencia o muestras patrón.

### ¿CÓMO TRATO LA MUESTRA DE LA RONDA EN EL LABORATORIO?

- El objetivo de PROINSA es evaluar a la competencia de los participantes para ofrecer servicios analíticos.
- Cada participante debería tratar las muestras en forma idéntica a las de rutina.

#### **ACONDICIONAMIENTO - REPETICIONES - TRATAMIENTO**

- La ventaja de esto es que servirá como control real externo y objetivo para cada laboratorio.
  - Beneficiándose, por lo tanto, el laboratorio y sus clientes.

#### ¿POR QUÉ ENTREGAMOS DOS MUESTRAS DE SUELO DIFERENTES Y QUÉ PASA SI SÓLO EN UNA ME VA BIEN?

- El participante podría tener una mejor capacidad para concentraciones altas que para concentraciones bajas (o viceversa)
- El resultado informado por el participante podría estar afectado por errores aleatorios.
- Si ocurriera que un participante obtiene resultados no aceptables en ambas muestras, debería sospecharse que existen errores sistemáticos
- Mayor cantidad de muestras enviadas, mayor posibilidad de detectar errores

#### ¿CÓMO ASEGURAMOS LA CONFIDENCIALIDAD DE LOS RESULTADOS?

- La seriedad en la confidencialidad de los datos es una parte esencial del PROINSA.
- Solamente la Coordinación General, a cargo del MINAGRO, conoce la identificación secreta de cada laboratorio. No podrá tener acceso a la misma ningún otro miembro integrante del PROINSA ni los otros laboratorios intervinientes.
- Cada participante recibe un código, que sólo es conocido por él mismo. En el informe de la ronda, los diferentes participantes son identificados exclusivamente por dicho código, por lo tanto ningún otro participante puede conocer los resultados obtenidos por él

### ¿PARA QUÉ ME SIRVE TENER UN CERTIFICADO DE APROBACIÓN EN LA RONDA CADA AÑO?

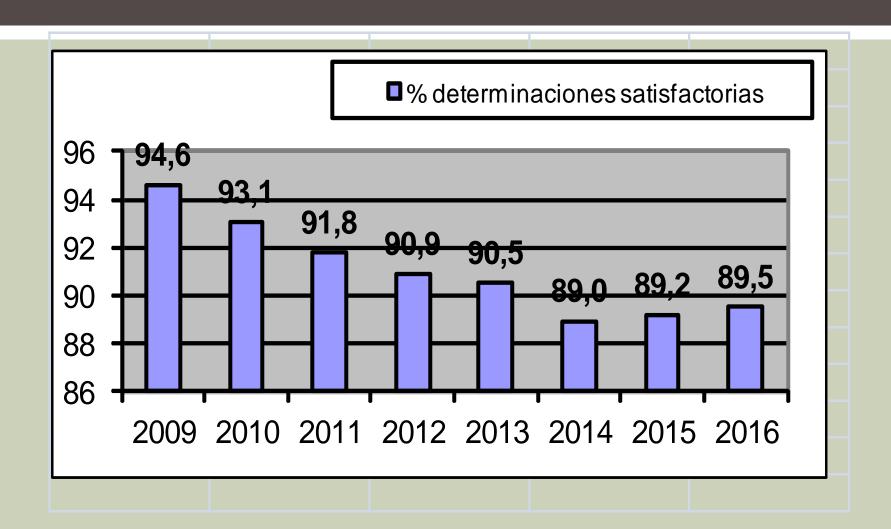
Para los clientes de cada laboratorio.

El estado puede tener en cuenta el PROINSA

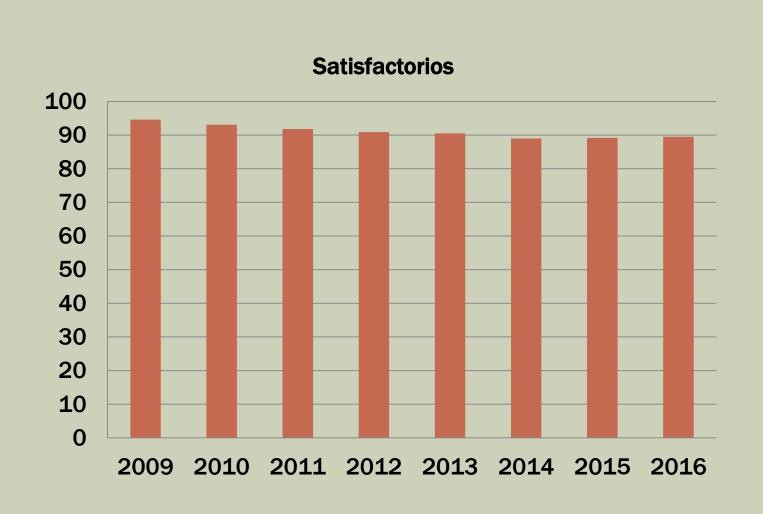
En el futuro yo espero que los clientes se guíen por los resultados del PROINSA

La mejora es contínua

### DETERMINACIONES SATISFACTORIAS



### DETERMINACIONES SATISFACTORIAS



- ESTARIA BUENO MANDAR LAS TECNICAS MAS USADAS DE CADA ANALITO PARA QUE TODOS LOS LABORATORIOS SE INCLINEN A HACER LAS MISMAS TECNICAS. MAS QUE NADA A LAS QUE TODAVIA NO HAY NORMA IRAM.
- "Creemos que la transcripción de resultados es parte del ensayo y la calidad del mismo, a los clientes del laboratorio es necesario entregarles un resultado de ensayo cuya transcripción también este asegurada. Dado que con los clientes, no hay esa instancia lo consideramos inadecuado.
- Poner atención en las cifras significativas de todos los ensayos porque algunos laboratorios figuran con cierta cantidad de cifras y otros con menor o mayor. Se ve desprolijo, al igual que los errores de ortografía como el de esta encuesta en el paso 2 donde dice "sensilla" en vez de "sencilla".

- "Me interesaría que haya capacitación practica y envió de procedimientos de las otras metodología (como bases intercambiables, CIC, Nitratos... etc)) que el Programa PROINSA utiliza, así uno puede incorporarlo y comparar en su laboratorio.
- Determinación de capacidad de intercambio catiónico en suelos salinos, salino-sódicos, y en suelos con elevado contenido de calcio o yeso. Considero esto mucho mas importante que seguir insistiendo con análisis de nitratos y sulfatos a los que se les dio ya mucho énfasis!!
- Creo que deberían facilitar la presencia de los laboratorios patagónicos haciendo los talleres al menos alguna vez mas próximos. Por lo menos en Bahía Blanca o Buenos Aires. San Fe es un trayecto muy largo para nosotros razon por la cual no podemos concurrir. Los temas de interés son los relativos a determinaciones de fosforo, nitratos y sulfatos y sería bueno incluir la textura.
- "Descarte de solventes quimicos. Implementación de nuevas técnicas de ensayos. Capacitaciones variadas y no tan distantes en el tiempo"

- Por lo que entiendo cuando leí el manual los laboratorios excluídos eran los que superaban el parámetro z, ahora el laboratorio que dirijo en ningún parámetro figura fuera del z y sin embargo en 2 determinaciones no se lograron determinaciones satisfactorias. Concretamente es el laboratorio Humus y las determinaciones no satisfactorias son Nitratos y Magnesio.
- Estaria Bueno hacer un ínter laboratorio completo con Suelo, Agua y forraje. Para ver como estamos parados.
- Hay mucha variabilidad entre los participantes por lo tanto el dato de desempeño por sí mismo no nos dice mucho (varían metodologías y varía si el lab tiene experiencia o es principiante) Tampoco podemos obtener un ""valor de consenso "" para esa muestra por la misma causa anterior En el informe solo pondría los resultados y en un excel aparte los datos de los participantes para no confundir con tanto número. Marcaría con color los Z satisfactorio y los otros con otro color pondría la media robusta y desvío robusto"

- Recientemente recibimos el certificado, en mejores condiciones que las veces anteriores porque le pegaron un cartel de con la leyenda NO DOBLAR. Pero el embalaje (un sobre de papel madera) sigue siendo inapropiado.
- Agregar determinación de Nan (Nitrogeno anaerobico).
- "Estamos muy conforme con la ronda, nos ayuda a prevenir errores y corregir otros. Mi sugerencia es brindar mas capacitacion practica (principalmente) a los laboratorios participantes de manera de unificar resultados y evitar grandes diferencias entre ellos ."
- "Es adecuado pero seria mejor que haya una instancia donde uno pueda corregir los resultados sin ver los resultados de los demas participantes de manera de no tener influencia sobre los mismos. Ya que uno puede tener un error de transcripcion y no por eso esta mal hecho el ensayo."

### DE LAS ENCUESTAS

- A partir de las próximas rondas sería muy importante la obligación de todos los participantes de seguir metodologías uniformes, para una mejor evaluación de cada uno de los parámetros analizados.
- "Considero que cada año ha ido mejorando el funcionamiento del PROINSA, aspecto muy valioso tanto para los que lo implementan como para los que participamos, por que es una forma de evaluarnos y de controlar la calidad de los resultados. Un tema pendiente es la conclusión de la norma IRAM de CIC y cationes de cambio, que ayudaría mucho a mejorar esos análisis. También sería importante poder avanzar en la técnica de azufre, ya que es un análisis muy demandado por lo solicitantes y no se ha podido mejorar."

### DE LAS ENCUESTAS

- A mi entender se debería tratar de uniformar métodos analíticos y criterios para la determinación de Sulfatos solubles para poder incorporarlo a la ronda. Ya hace varios años que se determina como ensayo exploratorio y siempre se obtiene una alta variabilidad.
- Estaría bueno provechar el envío de suelo también evaluar agua de riego como inter laboratorio.
- "El informe me resultó confuso en la sección de ""Comentarios"", respecto al tema de métodos utilizados por los laboratorios. Tal vez habría que estandarizar la forma de informar los métodos para poder luego sacar los porcentajes de laboratrios que utilizan uno u otro método. Tampoco, en función de los ""Comentarios"", me queda claro el criterio para eliminar los valores informados por los participantes, es decir, si utilizan métodos estadísticos para eliminar valores atípicos o se utiliza la información brindada por los laboratorios respecto a sus métodos.

### **PROXIMAMENTE**

- Qué pasa con los niveles agronómicos?
- Exigimos explicitar la metodología a todos y con mayor precisión
- Mayor cantidad de muestras
- Soluciones de concentración conocida
- En esta Ronda solicitar Conductividad Eléctrica
- En la siguiente, comenzar con análisis físicos: Textura