

VARIACION DE LOS ANALISIS DE SUELOS Y FOLIARES Y CRITERIOS PARA SU INTERPRETACION AGRONOMICA

Floria Bertsch¹

¹ Universidad de Costa Rica. Centro de Investigaciones Agronómicas. Correo electrónico: floria.bertsch@ucr.ac.cr

RESUMEN

Cuánto es lo “normal”, o más bien lo “aceptable” que varíe un análisis de suelos o un análisis foliar, y la manera en que esta variación debe ser incorporada al momento de efectuar la interpretación agronómica de estos análisis, es una preocupación vigente en quienes utilizan estas herramientas para el diagnóstico nutricional de los cultivos. Este documento pretende evaluar la variación que se presenta en el análisis de dos tipos de materiales, tejidos vegetales y suelos, comparando resultados de cuatro diferentes fuentes: a) la literatura universal, Los Programas Interlaboratoriales b) Costarricenses (PINAF y PINAS), c) Internacionales (WEPAL), y d) los Controles Internos del Laboratorio de Suelos y Foliars de la Universidad de Costa Rica. A la vez, pretende proponer porcentajes de variación máxima permisible para los ensayos principales que se deben tener en cuenta durante el proceso de interpretación. Los resultados del Programa Interlaboratorial Costarricense (Corrales *et al.* 2005), provenientes de 20 muestras de tejido foliar y 62 muestras de suelos, analizadas con la misma metodología en 11 laboratorios costarricenses, mostraron rangos entre 5 y 15% de variación para los ensayos foliares (5-10% para las elementos mayores y 10-15% para los menores) y entre 5-30% para los análisis de suelos (menos de 5% para pH, entre 10-15% para Ca, Mg, K y materia orgánica, entre 15-25% para acidez intercambiable, Zn, Cu y Mn, y entre 20-30% para P y Fe). Datos de la literatura y resultados del Programa Internacional WEPAL (Programa Interlaboratorial de la Universidad de Wageningen) así como los de Controles Internos del Laboratorio evaluado, coinciden con los rangos mencionados anteriormente. En el caso de WEPAL, el programa utiliza el parámetro Z para hacer la discriminación de los datos. Este criterio, transformado a valores de % de variación, para un grupo de 24 muestras usadas en las rondas interlaboratoriales del 2007-2008, fluctuó, para los análisis foliares, entre 5-15%, y para los análisis de suelo, entre 10 y 50%. Los resultados de las muestras de control interno provenientes del sistema de aseguramiento de la calidad del Laboratorio señalado, con más de 500 repeticiones cada una, confirman que tanto en foliares como en suelos el comportamiento de la variación de los análisis que queda siempre incluido en los rangos señalados por el Programa Interlaboratorial Costarricense. El análisis demuestra la coherencia que hay entre datos provenientes de diferentes fuentes, lo que ratifica la existencia ineludible de la variación intrínseca que debe ser tomada en cuenta tanto durante el proceso de análisis como en la interpretación de los resultados, y propone como ámbitos promedio de referencia los señalados por el Programa Interlaboratorial Costarricense.

INTRODUCCION

La variación inherente a los análisis de suelos y foliares es un tema ampliamente abordado (Topper 1990, Ruiz-Villadiego, 1997, Bollan y Allen 1998, Kalra 1998, Sadzawka et al 2005, Rayment 2004, Wang *et al.* 2009), no obstante, no siempre esa variación es cuantificada y suministrada al lector de forma numérica y clara. La geoestadística con su diversidad de herramientas (métodos de interpolación, variogramas, mapas, etc) es la rama de la ciencia que en los últimos años ha tratado de cuantificar la distribución del fenómeno de variación en los suelos (Henríquez *et al.* 2005, Khosla *et al.* 2006, Wang *et al.* 2009, Fu *et al.* 2010).

También, es reconocida la participación de 4 niveles (Topper 1990) que aportan fuentes de error en el resultado final de un diagnóstico basado en análisis de suelos y foliares, que son:

- 1) el muestreo,

- 2) la correlación y calibración agronómica de los procedimientos analíticos empleados (esto es, la constatación de que los métodos de laboratorio usados realmente constituyan modelos del comportamiento de los cultivos en el campo),
- 3) la calidad de los resultados ofrecidos por el laboratorio, y
- 4) la interpretación de los mismos

De estos niveles, consistentemente los autores (Vernizzi 1997, Ferraris sf., Magra y Ausilio 2004) identifican al muestreo como la fuente que mayor error aporta.

Otros autores (Jacobsen *et al.* 2002, Rayment 2004, Cantarella *et al.* 2006) señalan la repercusión de la variación en los resultados de los análisis sobre las decisiones que emergen de los diagnósticos nutricionales efectuados a partir de ellos. Por ejemplo, los estudios de Cantarella *et al.* (2006), se refieren específicamente a la estimación de discrepancias de los resultados de 20 muestras analizadas en 84 laboratorios comerciales de Brasil y sus implicaciones al momento de tomar decisiones.

Los programas interlaboratoriales son los encargados de efectuar la comparación entre laboratorios y con base en la magnitud de la variación entre ellos, validar su calidad (Guía INTE-ISO/IEC 43-1:2000, ECA 2006, Garfield *et al.* 2000). Los hay de carácter Nacional e Internacional y los criterios que usan para discriminar los resultados de los laboratorios participantes puede variar de uno a otro. Estos programas funcionan en diversas partes del mundo, algunos de ellos son: Wageningen Evaluating Programmes for Analytical Laboratories (WEPAL) en la Universidad de Wageningen, Holanda (van Dijk 2002), The Australasian Soil and Plant Analysis Council Inc (ASPAC) en Australasia (Rayment y Peverill 2002), el Programa PAQLF que es manejado por Embrapa Solos (De Campos Bernardi *et al.* 2002) y también hay programas en Estados Unidos (NAPT) (Miller 2006), México (López *et al.* 2002), Costa Rica (Corrales *et al.* 2005), etc. Para Neufeld y Davidson (2000) quienes detallan el funcionamiento del Programa Interlaboratorial NAPT (North American Proficiency Testing Program) mediante el ejemplo del desempeño de 5 laboratorios durante los años 1995 y 1996, describen el uso del coeficiente de variación como su principal indicador. Según comunicación personal de Miller (1998) dentro de ese mismo artículo, los resultados de los análisis, en general, no deberían presentar Coeficientes de Variación superiores a 10% entre laboratorios (exactitud) ni mayores a 15% dentro del mismo laboratorio (precisión). Es común encontrar valores de 20% (De Campos Bernardi *et al.* 2002, Rayment 2005) a 30% (Taylor y Payton 1999) como máxima variación admisible en resultados agronómicos, y en general, se señala un aumento del error relativo conforme las concentraciones determinadas decrecen, especialmente cuando se acercan a los límites de detección de los equipos (Tamminen 2003, WEPAL 2008).

Dentro de los estudios de geoestadística, también se aborda el tema de la precisión y la exactitud necesaria en los laboratorios para efectuar análisis que respalden el manejo agrícola por sitio específico. Vaughan (2008) señala que una calidad realista de los análisis de suelos útiles para este tipo de estudios podría ser de $\pm 10\%$ en exactitud y $\pm 20\%$ en precisión.

En cuanto a estrategias para estimar esta variación existen desde formas muy simples hasta elaborados procedimientos estadísticos que dificultan la cuantificación y comprensión del fenómeno. La autora comparte con Ruiz-Villadiego (1997) la idea de utilizar los procedimientos más simples a disposición (diferencia respecto a la media, desviación estándar, coeficiente de variación). Otra estrategia muy útil y estadísticamente válida para evitar el efecto de los valores extremos es la utilización de la mediana (Tamminen 2003, Sadzawska *et al.* 2005, WEPAL 2007).

El objetivo del trabajo consistió en recopilar y analizar, a partir de diferentes fuentes, la información relacionada con la variación en los resultados de análisis en los dos materiales utilizados con mayor frecuencia en el diagnóstico nutricional de los cultivos: los tejidos vegetales y los suelos.

METODOLOGIA

Las fuentes consideradas para establecer la comparación fueron:

- a) Las referencias encontradas en la literatura mundial, en cuyo caso se revisaron todo tipo de artículo que ofreciera resultados referentes a la variación para algún ensayo efectuado en laboratorio.
- b) Los resultados de los Programas Interlaboratoriales Costarricenses, PINAF para los análisis foliares y PINAS para los de Suelos, que operan en el país bajo el amparo del Comité de Laboratorios de Análisis de Suelos, Plantas y Aguas y que reúne en su seno a la gran mayoría de los 16-17 laboratorios de carácter agronómico que operan en el país. Estos resultados fueron publicados en el 2005 (Corrales *et al.* 2005).
- c) Los resultados de los Programas Interlaboratoriales Internacionales de la Universidad de Wageningen en Holanda, más conocidos por sus siglas en inglés, WEPAL, y que operan también por tipo de material, IPE para las muestras foliares, e ISE para las de suelos. En este caso se trabajó con base en Reportes de Resultados de los años 2007 y 2008.
- d) Los resultados de los Controles Internos utilizados por el Laboratorio de Suelos y Foliares del Centro de Investigaciones Agronómicas de la Universidad de Costa Rica para ambos materiales durante un período cercano al año.

Características específicas de cada procedimiento se detallan cuando se presentan los resultados y la discusión de cada fuente.

RESULTADOS Y DISCUSION

Variaciones recopiladas en la literatura

En proporción inversa al extenso uso que se les da a los análisis de suelos y foliares como herramientas de diagnóstico, los reportes que se encuentran en la literatura sobre las características de variación de los mismos no son tan abundantes.

En las **Tablas 1 y 2** se resumen los informes señalados por otros autores en diferentes sitios del mundo, expresados en % de variación, para algunos ensayos de suelos y foliares, respectivamente.

Tabla 1. Porcentajes de variación para diferentes ensayos de suelos reportados en la literatura.

Análisis	ud	Metodología	#	Rango	Prom	País	Referencia
pH		CaCl ₂ a 20 cm	8	0,4-1,5%	1%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
		agua	9		1,5%	Argentina	Vernizzi 1997
			16	1,6-3,5%	2%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
					3%	Estados Unidos	Vaughan 2008
		agua	21		6%	Australia	Rayment 2004, Cuad 1
		agua	5		7%	Argentina	Magra y Ausilio 2004
		CaCl ₂	14		7%	Australia	Rayment 2004, Cuad 1
		agua	3		8%	Argentina	Magra y Ausilio 2004
Al	cmol(+)/kg	KCl	16	7-33%	15%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
Sat Al	%		16	5-36%	19%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
Ca	cmol(+)/kg	NH ₄ Ac	16	6-43%	10%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
Mg	cmol(+)/kg	NH ₄ Ac	16	5-37%	11%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
K	cmol(+)/kg	NH ₄ Ac	16	7-25%	9%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
K	ppm				10%	Estados Unidos	Vaughan 2008
CICE	cmol(+)/kg		16	5-21%	8%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
P	ppm	Bray			10%	Estados Unidos	Vaughan 2008
	ppm	Bray-Kurtz 1	5		13%	Argentina	Magra y Ausilio 2004
	ppm	Bray-Kurtz 1	4		14%	Argentina	Magra y Ausilio 2004
	mg/kg	Bray I, 20 cm	9		40%	Argentina	Vernizzi 1997
	ppm	Bray I, 40 cm	9		59%	Argentina	Vernizzi 1997
	ppm	Colwell	16		46%	Australia	Rayment 2004, Cuad 1
	mg/kg	Olsen Mod	16	12-62%	29%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
	mg/kg	Olsen	5		58%	Australia	Rayment 2004, Cuad 1
S	mg/kg	Ca(H ₂ PO ₄) ₂	14	18-67%	32%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
Zn				36-45%	40%	Reino Unido	Crossland <i>et al.</i> 2001
	ppm				10%	Estados Unidos	Vaughan 2008
MO	%	a 20 cm	9		6%	Argentina	Vernizzi 1997
	%	Calcinación	19		8%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
	%	Ox ácida	4		8%	Argentina	Magra y Ausilio 2004
	%	Ox ácida	5		9%	Argentina	Magra y Ausilio 2004
	%		16	6-35%	10%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
	%	Ox ácida	55		11%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
	%	Ox ácida	44		16%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
	%	Calcinación	21		18%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
	%	Calcinación	39		21%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005
	%	Ox ácida	25		35%	Chile	Sadzawka <i>et al.</i> 2005

Tabla 2. Porcentajes de variación para algunos análisis foliares reportados en la literatura.

Análisis	ud	Cultivo	#	Rango	Prom	País	Referencia
N	%		10	2.7-5.4%	4%	Reino Unido	Crossland <i>et al.</i> 2001
S	%		10	8.2-20.3%	14%	Reino Unido	Crossland <i>et al.</i> 2001
P	%	trigo	30	10-24%	17%	Australia	Bolland 1995

Variación según los Programas Interlaboratoriales Costarricenses

Por una iniciativa estatal, a través del decreto #27307-MAG, fue creado el Comité Nacional de Laboratorios. Con su actividad regular entre 1998 y 2004, a través de sus Programas de Intercambio Analítico, de Suelos (PINAS) y Foliare (PINAF), pudo estimar, por comparación entre los resultados de los diferentes laboratorios, o sea por consenso, los rangos de variabilidad más comunes para cada una de las determinaciones de suelos y foliares que se realizan en el país.

En el 2010 existen en Costa Rica: cinco laboratorios que pertenecen a instituciones educativas (CIA-UCR, CATIE, INISEFOR-UNA, ITCR, EARTH), cuatro que están relacionados con el sector estatal (el del MAG, 2 de ICAFE, y el de CORBANA, para el Sector Bananero), uno que forma parte de una casa comercial de fertilizantes (CAFESA), tres más que pertenecen a compañías trasnacionales (BANDECO, PINDECO, STANDARD) y otros tres que son privados (AGROTEC, AGROANALISIS, LAMBDA). De estos 16 laboratorios algunos tienen más de 50 años de actividad (CIA, CATIE), mientras que otros no cumplen aún los 10 años de operación.

En el caso del programa PINAS el porcentaje de variación por consenso para las diferentes determinaciones que se efectúan comúnmente en los análisis de suelos, se estimó a partir de 60 muestras provenientes de diferentes partes del país y debidamente clasificadas, analizadas en 11 laboratorios, con 3 a 6 repeticiones por laboratorio, y con dos soluciones extractoras (KCl-Olsen Modificado y Mehlich 3).

El programa de foliares, PINAF, por su parte, generó los porcentajes de variación con 16 muestras control de tejido foliar, en 8 laboratorios y con 3 a 4 repeticiones por laboratorio.

En las **Tablas 3 y 4** se presentan en forma redondeada los Porcentajes de Variación derivados de los estudios de PINAS (suelos) y PINAF (foliares), respectivamente. Es criterio del Comité (Corrales *et al.* 2005) que estos valores sean los que se utilicen para interpretar cada una de las determinaciones de análisis que se efectúan en los diferentes laboratorios del país.

Tabla 3. Porcentaje de Variación por consenso de las determinaciones de análisis de suelos efectuados en los laboratorios de Costa Rica.

Análisis	% de Variación		Análisis	% de
	KCl-Olsen	Mehlich		Variación
P	25-30%	25-30%	pH	0-5%
Ca	10-15%	10-15%	acidez	20-25%
Mg	10-15%	10-15%	MO	10-15%
K	10-15%	10-15%	S	20-25%
Fe	25-30%	10-15%	B	50-60%
Cu	15-20%	10-15%		
Mn	15-20%	10-15%		
Zn	20-25%	15-20%		

Como se puede observar en la **Tabla 3**, en general existe una precisión aceptable en los resultados que ofrecen los laboratorios del país, pues con un 70% de confiabilidad (dado que se basan en una Desviación Estándar), para la mayoría de las determinaciones la variación fluctúa entre 10 y 25%. Solo el P en ambas soluciones y el Fe en Olsen Modificado presentan una variación del 25-30%.

Como lo señalan Corrales *et al.* (2005) estos resultados confirman la fortaleza del análisis de suelos como herramienta de diagnóstico para la detección de acidez y problemas de bases (Ca, Mg, K), con grados de variación entre 10-15% y para la identificación de deficiencias de P y Zn, con variaciones

entre 15-25%. Cuando los valores de acidez, P y Zn son muy bajos, las variaciones tienden a presentar un 5% más. La variación del pH es la mínima encontrada, en todo momento inferior al 5%.

Por otro lado cabe destacar la restringida utilidad del análisis de B pues su valor asciende hasta 50-60% debido probablemente a la metodología de extracción empleada (Corrales *et al.* 2005).

Tabla 4. Porcentaje de Variación, por consenso, de las determinaciones de análisis foliares efectuados en los laboratorios de Costa Rica.

Análisis		% de variación
MAYORES	N	5-10%
	P	5-10%
	K	5-10%
	Ca	5-10%
	Mg	5-10%
	S	15-20%
MENORES	Fe	10-15%
	Cu	10-15%
	Mn	10-15%
	Zn	10-15%
	B	10-15%

En los análisis foliares el comportamiento es significativamente mejor que en los suelos.

En promedio, para los elementos mayores podría hablarse de un 10% de variación, y para los menores de 15%. Sólo el S presenta mayor variabilidad, entre 15-20% (Corrales *et al.* 2005).

Variación según el Programa Interlaboratorial Internacional WEPAL

El sistema de comparación entre laboratorios de WEPAL existe desde hace más de 50 años y está acreditado por ILAC-G13:2007 (RvA Accreditation R002) desde el 2000 (van Dijk 2002, WEPAL 2010). Considera diversos materiales y una amplia gama de ensayos, y en él participan un elevado número de laboratorios (más de 500) de todo el mundo. El procedimiento empleado para la valoración de datos desviados ha sufrido modificaciones recientemente (WEPAL 2009), sin embargo, en principio utiliza el criterio de 2Z y 3Z para asignar uno o dos asteriscos, respectivamente. El cálculo de la Z consiste en comparar la desviación del resultado del laboratorio en relación con la media, contra la desviación estándar ($Z=(X-X_{media})/S_d$). Expresado en términos porcentuales estas diferencias de la media a través del Coeficiente de Variación ($\%CV=S_d/X_{media} * 100$), lo que este programa WEPAL está considerando como aceptables son aquellos que están incluidos en el ámbito de 2 Coeficientes de Variación.

Para efectuar esta evaluación se consideraron los % (correspondientes al %CV de 2 DE) que se utilizaron para evaluar las muestras de suelos y foliares incluidas en las rondas de los años 2007, 2008, 2009 y 2010. Como en cada año se ejecutan 4 rondas con 4 muestras cada una, el total de datos corresponde a 56. Esta información y el ámbito de % de selección más frecuente (80% de los casos, 45 muestras) utilizado para cada ensayo se resumen en la **Tabla 5** para suelos y en el Cuadro 6 para muestras foliares.

Tabla 5. Doble coeficiente de variación (2DE/media*100) utilizado como criterio de discriminación en ensayos de suelos para muestras del Programa Interlaboratorial WEPAL, Universidad de Wageningen, 2007-2010. (Estimado a partir de la DE de los Reportes Cuatrimestrales de WEPAL).

Año	Ronda	Muestra	#	Ca	Mg	K	P-Ol*	P	Zn	Cu	Fe	Mn
2007	1	1	1	15%	23%	19%	53%	16%	19%	7%	44%	36%
	1	2	2	22%	20%	32%	56%	27%	14%	100%	38%	45%
	1	3	3	12%	16%	12%	22%	27%	36%	13%	50%	13%
	1	4	4	18%	14%	18%	34%	63%	16%	34%	47%	19%
	2	1	5	38%	36%	12%		32%	45%	42%	32%	49%
	2	2	6	15%	19%	8%		45%	64%	106%	32%	11%
	2	3	7	15%	20%	16%		52%	19%	13%	38%	40%
	2	4	8	25%	25%	23%		24%	24%	40%	48%	45%
	3	1	9	24%	17%	23%		30%	26%	44%	46%	47%
	3	2	10	29%	12%	17%		57%	22%	18%	33%	10%
	3	3	11	19%	9%	14%		39%	37%	21%	40%	21%
	3	4	12	15%	10%	14%		32%	29%	16%	18%	23%
	4	1	13	32%	7%	12%	26%	30%	0%	19%	19%	28%
	4	2	14	18%	21%	7%	28%	20%	0%	38%	0%	22%
	4	3	15	16%	10%	13%	34%	28%	29%	20%	16%	13%
	4	4	16	40%	61%	27%	22%	21%	28%	89%	10%	26%
2008	1	1	1	21%	16%	15%	41%	30%	45%	20%		30%
	1	2	2	10%	10%	13%	62%	44%	15%	13%	46%	13%
	1	3	3	23%	13%	8%	39%	33%	22%	28%	21%	35%
	1	4	4	31%	17%	3%	45%	22%	50%	112%	26%	28%
	2	1	5	27%	42%	30%	120%	101%	63%	41%	33%	9%
	2	2	6	17%	22%	12%	22%	24%	29%	21%	31%	21%
	2	3	7	17%	20%	10%	37%	19%	11%	38%	29%	9%
	2	4	8	20%	13%	12%	63%	43%	25%	39%	39%	18%
	3	1	9	16%	10%	11%	72%	66%	32%	33%	52%	16%
	3	2	10	16%	26%	14%	26%	22%	34%	22%	45%	35%
	3	3	11	15%	19%	26%	63%	0%	21%	30%	0%	26%
	3	4	12	22%	28%	20%	46%	22%	54%	93%	0%	24%
	4	1	13	19%	10%	16%	70%	44%	10%	12%	40%	14%
	4	2	14	23%	7%	19%	29%	5%	29%	24%	33%	47%
	4	3	15	28%	16%	8%	24%	31%	37%	19%	28%	41%
	4	4	16	19%	10%	6%	57%	24%	34%	26%	27%	28%
2009	1	1	1	8%	11%	21%	28%	27%	26%	13%	13%	15%
	1	2	2	37%	13%	24%	52%	35%	40%	33%	33%	43%
	1	3	3	8%	22%	15%	38%	36%	35%	21%	21%	29%
	1	4	4	21%	10%	27%	63%	62%	31%	25%	25%	23%
	2	1	5	32%	23%	27%		79%	26%	35%	47%	37%
	2	2	6	85%	93%	42%		42%	60%	106%	63%	42%
	2	3	7	31%	30%	17%		19%	30%	38%	20%	47%
	2	4	8	17%	13%	25%		13%	26%	22%	13%	24%
	3	1	9	16%	21%	21%	52%	17%	23%	77%	26%	20%
	3	2	10	22%	18%	14%	38%	23%	21%	19%	26%	25%
	3	3	11	15%	17%	11%	37%	19%	23%	29%	28%	12%
	3	4	12	21%	20%	26%	29%	26%	13%	43%	24%	42%
	4	1	13	27%	34%	6%	32%	25%	32%	51%	42%	46%
	4	2	14	18%	23%	21%	37%	13%	27%	46%	49%	41%
	4	3	15	16%	18%	17%	15%	12%	46%	39%	43%	35%
	4	4	16	16%	18%	11%	23%	18%	29%	27%	22%	25%
2010	1	1	1	19%	16%	11%	30%	32%	41%	17%	30%	44%
	1	2	2	19%	20%	16%	63%	23%	26%	18%	40%	27%
	1	3	3	24%	81%	20%	51%	51%	54%	134%	27%	21%
	1	4	4	74%	60%	22%	41%	32%	25%	52%	13%	47%
	2	1	5	16%	15%	26%	42%	23%	15%	54%	35%	30%
	2	2	6	27%	16%	16%	25%	23%	26%	30%	17%	24%
	2	3	7	28%	31%	23%	32%	49%	28%	21%	21%	24%
	2	4	8	0%	22%	25%	49%	45%	49%	119%	56%	35%
Rango total				0-85	7-93	3-42	15-120	0-101	0-63	7-134	0-63	9-49
Rango con 80% de datos				8-28	9-25	6-24	22-57	12-45	10-45	12-52	10-46	9-42
Mediana				19%	18%	16%	38%	28%	28%	30%	31%	27%
Media				23%	22%	17%	42%	32%	30%	40%	31%	29%

*Los resultados corresponden a la solución extractora Mehlich 3, a excepción del P-Ol que se refiere a Olsen Modificado.

Tabla 6. Doble coeficiente de variación (2DE/media*100) utilizado como criterio de discriminación en ensayos foliares para muestras del Programa Interlaboratorial WEPAL, Universidad de Wageningen, 2007-2010.

(Estimado a partir de la DE de los Reportes Cuatrimestrales de WEPAL)

Año	Ronda	Muestra	#	N	P	Ca	Mg	K	S	B	Cu	Fe	Mn	Zn
2007	1	1	1	7%	9%	8%	10%	10%	11%	15%	10%	17%	15%	11%
	1	2	2	8%	7%	18%	9%	12%	11%	21%	10%	12%	14%	9%
	1	3	3	11%	9%	10%	12%	13%	20%	19%	10%	18%	9%	10%
	1	4	4	9%	15%	25%	18%	21%	13%	57%	15%	18%	21%	15%
	2	1	5	6%	7%	8%	11%	8%	9%	13%	11%	18%	12%	11%
	2	2	6	9%	10%	10%	11%	19%	10%	16%	22%	17%	15%	37%
	2	3	7	11%	11%	10%	14%	13%	12%	14%	23%	16%	13%	16%
	2	4	8	5%	6%	8%	10%	11%	14%	13%	11%	11%	10%	10%
	3	1	9	7%	6%	7%	7%	9%	7%	12%	13%	6%	9%	8%
	3	2	10	6%	9%	9%	10%	11%	8%	10%	18%	17%	9%	12%
	3	3	11	8%	8%	9%	8%	10%	7%	12%	18%	16%	20%	18%
	3	4	12	5%	11%	19%	13%	11%	14%	83%	13%	19%	19%	9%
	4	1	13	6%	8%	8%	8%	9%	10%	13%	11%	19%	13%	10%
	4	2	14	10%	9%	10%	10%	8%	12%	12%	10%	8%	8%	9%
	4	3	15	10%	8%	13%	10%	9%	14%	21%	11%	22%	9%	16%
	4	4	16	11%	8%	10%	8%	9%	10%	18%	11%	13%	10%	11%
2008	1	1	1	81%	103%	15%	10%	22%	12%	64%	32%	29%	11%	17%
	1	2	2	11%	5%	7%	7%	7%	9%	15%	11%	13%	10%	7%
	1	3	3	5%	7%	9%	11%	10%	12%	24%	17%	11%	12%	9%
	1	4	4	8%	10%	7%	13%	11%	13%	19%	14%	12%	7%	9%
	2	1	5	13%	7%	5%	7%	6%	9%	17%	6%	11%	12%	8%
	2	2	6	7%	9%	11%	11%	9%	13%	28%	20%	14%	14%	17%
	2	3	7	18%	12%	15%	15%	17%	15%	67%	24%	35%	28%	26%
	2	4	8	6%	9%	82%	12%	14%	19%	64%	17%	29%	21%	12%
	3	1	9	5%	10%	9%	10%	9%	14%	12%	10%	10%	9%	11%
	3	2	10	11%	12%	9%	9%	14%	11%	15%	15%	16%	10%	9%
	3	3	11	5%	7%	7%	8%	9%	14%	13%	12%	14%	8%	7%
	3	4	12	7%	8%	5%	8%	6%	7%	13%	7%	12%	10%	8%
	4	1	13	4%	7%	6%	9%	9%	10%	15%	16%	11%	8%	11%
	4	2	14	6%	10%	15%	7%	9%	14%	47%	14%	14%	12%	12%
	4	3	15	8%	8%	9%	10%	8%	8%	18%	11%	12%	9%	8%
	4	4	16	7%	12%	11%	12%	11%	15%	37%	9%	8%	8%	10%
2009	1	1	1	6%	9%	9%	11%	9%	9%	13%	20%	15%	10%	12%
	1	2	2	6%	9%	10%	9%	9%	15%	18%	15%	19%	14%	10%
	1	3	3	10%	10%	12%	8%	10%	21%	19%	20%	18%	10%	10%
	1	4	4	11%	13%	157%	15%	22%	16%	83%	36%	76%	23%	17%
	2	1	5	9%	10%	14%	12%	12%	18%	24%	20%	21%	17%	16%
	2	2	6	12%	13%	15%	14%	12%	18%	18%	25%	36%	14%	15%
	2	3	7	9%	9%	10%	12%	9%	12%	17%	21%	22%	14%	15%
	2	4	8	24%	10%	11%	12%	12%	14%	19%	19%	27%	14%	18%
	3	1	9	6%	10%	11%	11%	14%	16%	28%	42%	21%	16%	24%
	3	2	10	5%	8%	10%	11%	9%	12%	18%	24%	22%	15%	16%
	3	3	11	8%	11%	10%	13%	10%	12%	19%	14%	31%	15%	11%
	3	4	12	8%	12%	24%	13%	118%	18%	97%	23%	25%	21%	14%
	4	1	13	6%	13%	11%	14%	12%	11%	20%	21%	26%	16%	15%
	4	2	14	10%	14%	22%	11%	11%	19%	35%	30%	25%	26%	26%
	4	3	15	6%	12%	13%	12%	1%	17%	17%	18%	24%	13%	14%
	4	4	16	6%	12%	11%	13%	8%	13%	15%	23%	21%	13%	16%
2010	1	1	1	8%	11%	14%	13%	13%	14%	18%	18%	20%	15%	14%
	1	2	2	8%	12%	12%	13%	16%	17%	27%	31%	25%	15%	20%
	1	3	3	7%	10%	13%	13%	12%	25%	21%	20%	24%	14%	11%
	1	4	4	110%	83%	25%	32%	35%	47%	54%	79%	38%	17%	25%
	2	1	5	8%	11%	12%	13%	13%	25%	18%	20%	25%	14%	15%
	2	2	6	18%	13%	14%	13%	13%	18%	32%	33%	23%	19%	15%
	2	3	7	8%	12%	15%	14%	12%	15%	13%	23%	20%	15%	21%
	2	4	8	9%	13%	37%	13%	16%	17%	100%	26%	33%	19%	18%
Rango total				4-110	5-103	5-157	7-32	1-118	6-47	0-100	6-79	6-76	7-28	7-37
Rango con 80% de datos				5-11	7-12	6-15	8-13	10-13	6-17	10-35	6-23	8-25	8-17	7-17
Mediana				8%	10%	11%	11%	11%	13%	18%	18%	19%	14%	12%
Media				12%	13%	16%	12%	14%	14%	28%	19%	20%	14%	14%

Como se puede observar, al comparar estos ámbitos con los datos ya presentados del Programa Interlaboratorial Costarricense, los rangos entre ambas redes interlaboratoriales son semejantes, y sobretodo, las que son altas en una, lo son también en la otra, como es el caso del P en Olsen y en P y el Zn en Mehlich 3. Esto confirma que la variación que se presenta, más que una variabilidad del análisis químico dentro de los laboratorios, es una característica inherente al material analizado.

Debe anotarse que el número de laboratorios que participa en estos ensayos de Mehlich 3 no es tan elevado como para otros ensayos, lo que hace aumentar la variación.

Igual comportamiento ocurre con los ensayos de muestras foliares (**Tabla 6**), ya que en general los rangos son comparables a los del Programa Interlaboratorial Costarricense.

Variación de muestras de control interno del Laboratorio de Suelos y Foliares (LSF) del Centro de Investigaciones Agronómicas de la Universidad de Costa Rica

Al incorporarse al proceso de acreditación de competencia técnica bajo la Norma ISO/ 17025:2005, el LSF del CIA/UCR asumió la responsabilidad de estimar la incertidumbre de sus ensayos acreditados (ECA-MC-P20) y especificar con detalle los criterios establecidos internamente para asegurar la calidad de sus resultados (Garfield *et al.* 2000).

La ejecución de este proceso condujo indiscutiblemente a la cuantificación de la variación y al análisis de las fuentes involucradas en la misma. Siguiendo los procedimientos químicos establecidos para el cálculo de incertidumbre, a cada ensayo foliar se le estimaron, en detalle, las fuentes de variación analíticas involucradas en el proceso, y la conclusión principal al respecto fue que en general para todos los ensayos con tejido vegetal ejecutados en el LSF, más del 90% y en algunos casos hasta el 99% del error cuantificado provenía de los factores aleatorios. O sea que se podía concluir que los procedimientos químicos involucrados en el análisis y considerados en la incertidumbre, como son la elaboración de las curvas patrón, las características de los Materiales de Referencia Certificados, el peso de la muestra y el error incorporado por las balanzas, las diluciones y los errores incorporados por las pipetas, etc, tienen una influencia muy baja en la variación obtenida, y que más bien son las características propias del material analizado las que más variabilidad aportan.

Por otra parte, dentro del LSF el aseguramiento cotidiano de la calidad se basa fundamentalmente en el uso de muestras de control interno después de cada 10-11 unidades de ensayo, según el equipo. Esto significa que si el LSF efectúa un promedio de 10.000 muestras por año de cada material (suelos y foliares) y se trabaja con dos controles diferentes en cada uno, estas muestras de control interno se analizan por lo menos 500 veces en el año cada una.

Estas muestras de control interno se escogen entre los suelos y cultivos de análisis frecuente en el laboratorio, se muestrean en gran cantidad y se procesan con los mismos procedimientos que las muestras de rutina. Se pone especial énfasis en la homogenización de la muestra y se mantienen bajo condiciones controladas. Por ejemplo en el caso de los suelos, en los cuales está demostrado que el almacenamiento en grandes recipientes propicia la segregación de los materiales de modo que el suelo de la parte de arriba llega a ser con el tiempo bastante diferente del de abajo del recipiente, se efectúa una distribución sistemática en potes de aproximadamente un kg que pueden almacenarse fácilmente e irse gastando en forma progresiva. Este tamaño permite además, su agitación y homogenización frecuente. Los recipientes con muestras control de foliares se conservan en armarios con temperatura controlada, alrededor de 35°C.

Para valorar el comportamiento de las muestras de control interno de un laboratorio se acostumbra graficar sus resultados en una figura que involucra Límites de Advertencia y Límites de Control (Ruiz Villadiego 1997) (**Figura 1**).

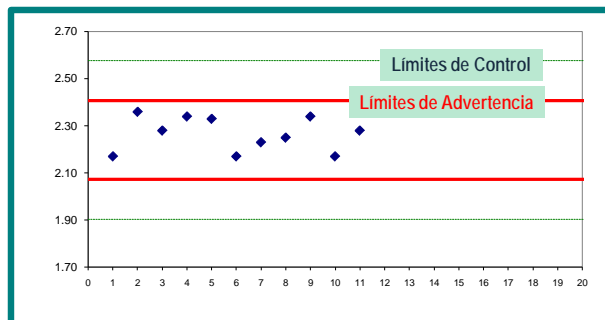


Figura 1. Gráfico convencional utilizado en los laboratorios para valorar el desempeño de las muestras de control interno.

Considerando las dos razones expuestas anteriormente, que la mayor parte de la incertidumbre de un ensayo es atribuible a factores aleatorios, y que se usan muestras de control interno como mecanismo para asegurar la calidad, el LSF decidió asumir como Límite de Advertencia en dichos gráficos, el Coeficiente de Variación obtenido a partir del histórico anual de sus muestras de control interno. El uso de este tipo de parámetros que miden la robustez de los procesos, son recomendados para el establecimiento de incertidumbres de aplicación práctica.

En las **Figuras 2 y 3** se presentan los históricos anuales de dos controles internos de suelos y dos de foliares, respectivamente, utilizados en el LSF durante el año 2008. Para cada uno de ellos y para todos los ensayos efectuados en cada caso se indican los correspondientes % de variación que se generaron a partir de los primeros 100 datos obtenidos de esas muestras, y que a su vez se convirtieron en el criterio utilizado para valorar su comportamiento futuro.

En términos generales los % de variación calculados a partir de este elevado número de repeticiones de las muestras control ofrecen valores inferiores a los señalados por el Comité Nacional de Laboratorios de Costa Rica (Corrales *et al.* 2005).

Como se puede observar en ambas figuras, son muy pocos (menos de un 10%) los resultados que no quedan incluidos en los ámbitos establecidos para cada elemento en cada control. Cambios abruptos en las figuras se deben a cambios de muestra o a cambios en las condiciones de análisis.

Un detalle comparativo del comportamiento de la variación en controles internos de suelos y foliares se presenta en la **Figura 4**.

Desde un punto de vista práctico, el LSF ha adoptado los rangos proporcionados por el Comité Nacional de Laboratorios (Corrales *et al.* 2005) como Límites de Control, o límites máximos entre los que se permite fluctuar las muestras control para cada elemento. De igual manera, si el laboratorio tiene que reportar la incertidumbre de sus análisis a solicitud de un usuario, utiliza dichos rangos como criterio general.

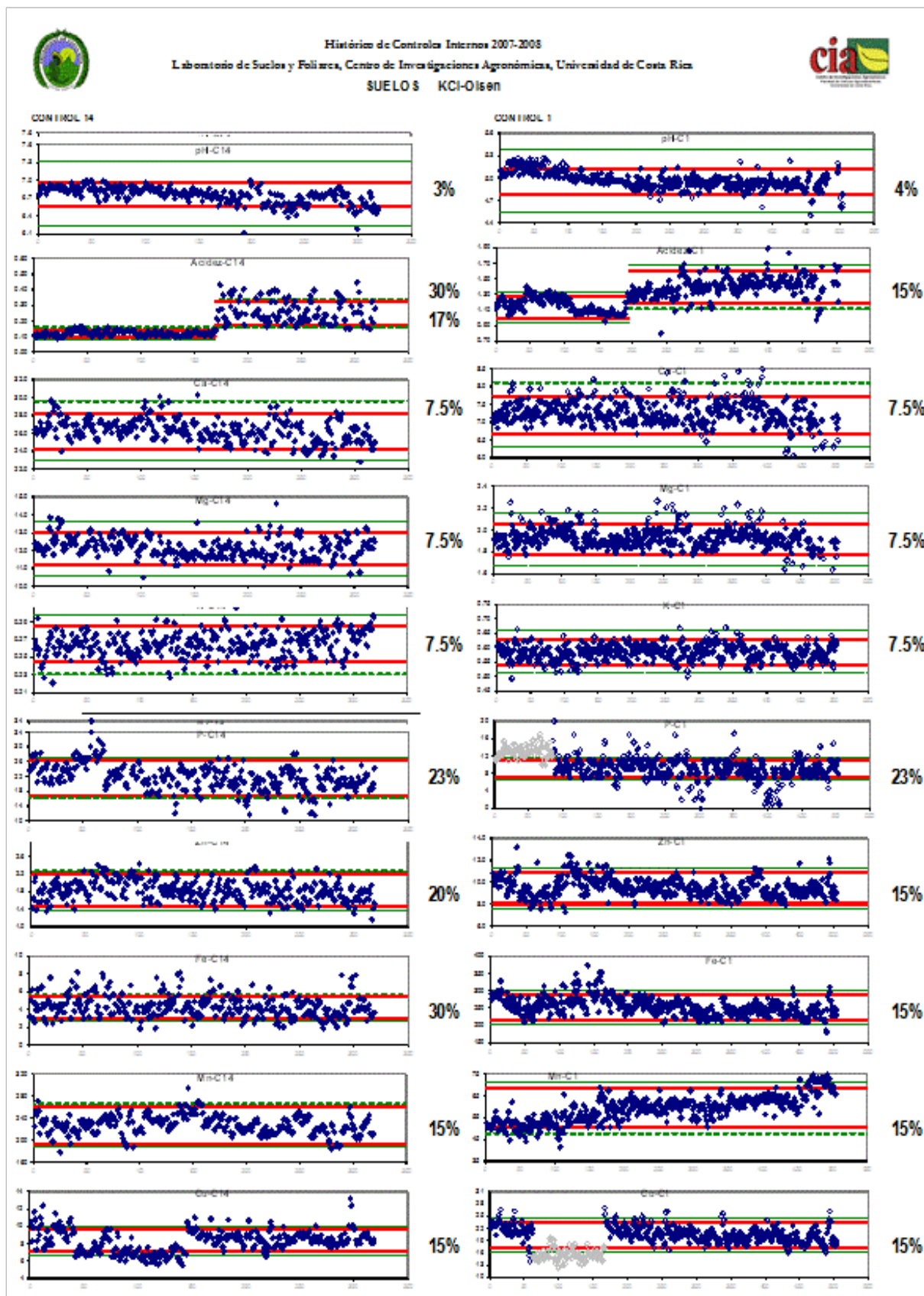


Figura 2. Históricos anuales de dos controles internos de suelos usados en el Laboratorio de Suelos y Foliarcs (CIA/UCR) y los respectivos % de variación que se calcularon a partir de ellos.

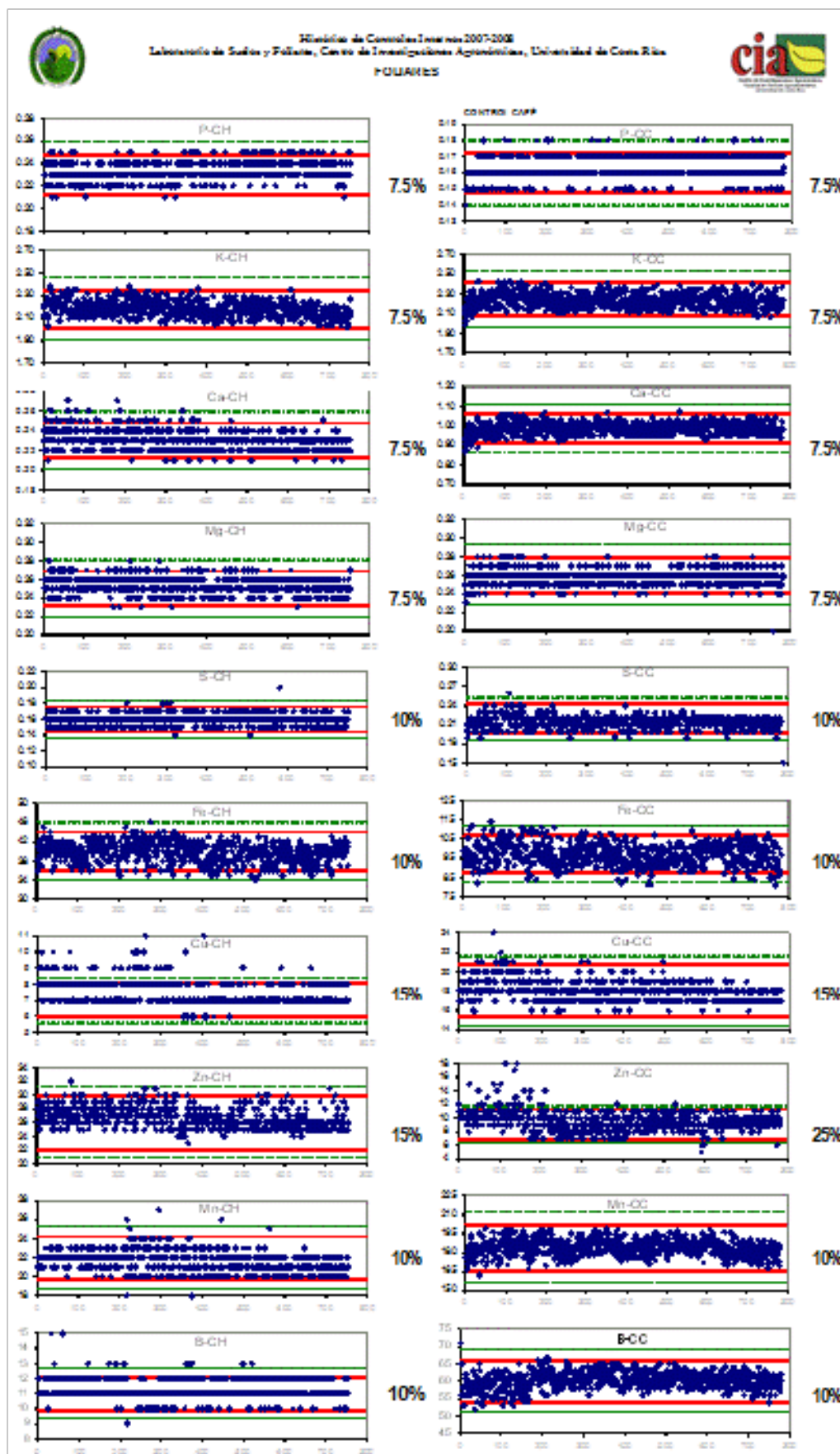


Figura 3. Históricos anuales de dos controles internos de foliares usados en el Laboratorio de Suelos y Foliares (CIA/UCR) y los respectivos % de variación que se calcularon a partir de ellos (CH=Control Helecho, CC=Control Café).

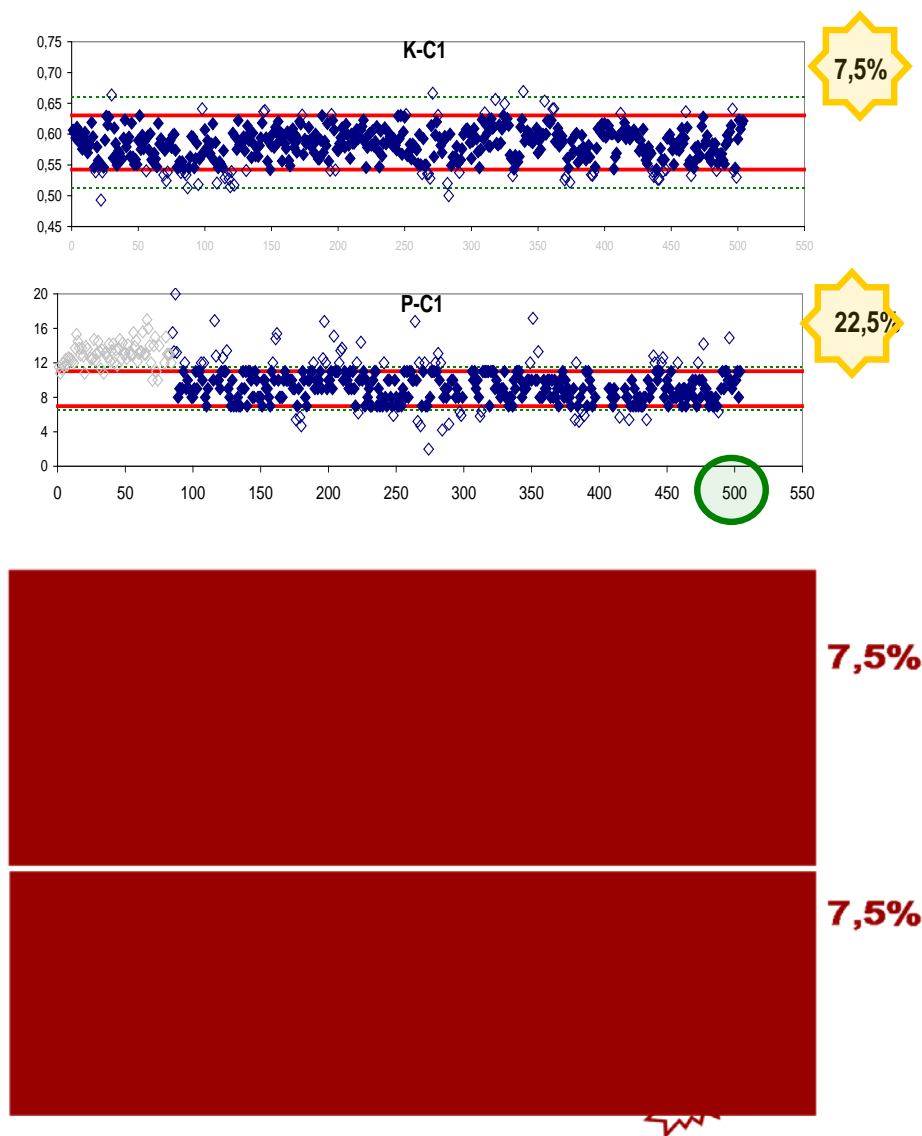


Figura 4. Comparación entre la variación que presentan los ensayos de suelos y los de foliares.

Finalmente, como producto principal de este análisis, en los Cuadros 7 y 8 se presenta la comparación resumida de los 4 procedimientos analizados para los dos materiales.

Como se puede constatar, tanto para los suelos (Cuadro 7) como para los tejidos vegetales (Cuadro 8), hay coherencia entre los 4 procedimientos de valorar la variación.

En suelos siempre es el pH el que presenta el ámbito más bajo de variación, y el P y el Fe los que aparecen con variaciones más altas.

Contar con unos rangos confiables y validados por varios métodos, como los que se presentan en estos cuadros conduce a la urgente necesidad de tomarlos en cuenta cuando se va a hacer uso de los datos.

Tabla 7. Comparación de los cuatro procedimientos de análisis de la variación para los ensayos de suelos.

	Literatura	Interlaboratorial	Interlaboratorial	Controles Internos	RESUMEN
		Costa Rica	WEPAL	LSF	
pH	0.9-8%	0-5%	5%	2,5-3,5%	0-5%
Al	15%	20-25%		10-30%	10-25%
Sat Al	19%				
Ca	10%	10-15%	8-28%	7,5-10%	
Mg	11%	10-15%	9-25%	7,5-10%	10-15%
K	9-10%	10-15%	6-24%	7,5-10%	
CICE	8%				
P	10-59%	25-30%	12-57%	7,5-30%	20-30%
S	32%	20-25%		20-30%	
Zn	10%	15-25%	10-45%	15-20%	
Fe		25-30%	10-46%	10-30%	15-20%
Cu		15-20%	12-52%	10-15%	
Mn		15-20%	9-42%	7,5-15%	
B		50-60%			
MO	6-35%	10-15%		10-20%	10-20%

Tabla 8. Comparación de los cuatro procedimientos de análisis de la variación para los ensayos foliares.

	Literatura	Interlaboratorial	Controles Internos	Interlaboratorial	RESUMEN
		Costa Rica	LSF	WEPAL	
N	4%	5-10%	5%	5-11%	
P	17%	5-10%	7.5%	7-12%	10%
K %		5-10%	7.5%	10-13%	
Ca		5-10%	7.5%	6-15%	
Mg		5-10%	7.5%	8-13%	
S	14%	15-20%	10.0%	6-17%	
Fe		10-15%	10.0%	8-25%	15%
Cu mg/kg		10-15%	15.0%	6-23%	
Zn		10-15%	15-25%	7-17%	
Mn		10-15%	10.0%	8-17%	
B		10-15%	10.0%	10-35%	

Interpretación de los análisis considerando la variación

Reconocer la variación inherente a los análisis de suelos y foliares es el primer paso. Aceptarla y contar con cuantificaciones precisas de la misma permite tenerla en cuenta en una forma realista al momento de efectuar las interpretaciones.

La primera consideración para interpretar adecuadamente valores que poseen un grado importante de variación, como ocurre con los resultados de análisis de suelos y foliares es utilizar los decimales adecuados para cada determinación. No exigirle a los datos más de lo que su propia variación permite. Usar los decimales adecuados facilita percibir mejor las diferencias. En la **Tabla 9** se resume el número de decimales que metodológica y agrónomicamente tienen sentido.

Tabla 9. Número de decimales metodológica y agrónomicamente viables para cada una de las determinaciones en suelo y planta.

Suelos			Foliares		
	unid	# de decimales		unid	# de decimales
pH		1	N		2
Sat Al	%	0	P		2
Al		2	K	%	2
Ca		2	Ca		2
Mg	cmol(+)/L	2	Mg		2
K		2	S		0
CICE		2	Fe		0
P		0	Cu	mg/kg	0
S		0	Zn		0
Zn		1	Mn		0
Fe	mg/L o kg	0	B		0
Cu		0			
Mn		0			
B		2			
MO	%	1			

Conocer los ámbitos de variación de cada elemento permite que el usuario de los análisis de diagnóstico los pueda considerar al momento de la interpretación agronómica de sus resultados, y entienda que el elemento puede estar variando en ese rango de % por efecto estrictamente del análisis de laboratorio. Por ejemplo, un valor foliar de 2% de N solo será agrónomicamente diferente de otro cuando se distancie de éste en más de un 20%, dada su variación aceptada de más/menos un 10%. Visto de otra manera, en el caso de Ca en suelos, que también presenta un porcentaje de variación de más menos 10%, en términos prácticos 4 cmol(+)/L deberán considerarse iguales a valores que van desde 3.60 a 4.40 cmol(+)/L.

De igual manera, y en el caso más extremo, un dato de P con una variación máxima de 30% implica que desde 7 hasta 13 mg/L de P podrían considerarse valores semejantes. Queda claro con este ejemplo la irrelevancia de un primer o peor aún, un segundo decimal en un resultado de P en suelos.

Ante situaciones de este tipo, la alternativa para un diagnóstico acertado es, más que un análisis puntual, es efectuarlo por medio de tablas que establezcan rangos que indiquen la severidad del problema. Un ejemplo de esto que puede traducirse también en criterios de dosificación puede observarse resumido en la **Tabla 10**.

Tabla 10. Ejemplo de tabla calibrada que considera la variación intrínseca de los análisis para dar recomendaciones de P.

menos de 4 MUY BAJO	menos de 7 BAJO	entre 7-13 = NC	más de 13 SUPERIOR	más de 20 MUY ALTO
poner al suelo 2X kg	poner al suelo X kg	NO PONER	el suelo aporta X kg	el suelo aporta 2X kg

Estas consideraciones de interpretación deben ir más allá de la aplicación práctica a nivel de campo e incorporarse también en la interpretación de resultados de investigación. Esto significa que, cuando se comparan tratamientos (sean estos de aplicación de fertilizantes o de cualquier otro tipo de manejo) por medio de variables como son las concentraciones de nutrimentos en suelos y en tejidos vegetales, se hace necesario poner los rangos de variación discutidos en este artículo junto a las consideraciones estadísticas convencionales. En estudios de este tipo es frecuente encontrarse diferencias entre tratamientos que son señaladas como altamente significativas en términos estadísticos y sobre las cuales en ocasiones se establecen grandes discusiones, que, en la realidad quedan cómodamente incluidas dentro de estos rangos. La consideración de ambos criterios se vuelve una estrategia más integral.

Dada la concordancia entre todas las fuentes de información consideradas para estimar la variación, se propone como ámbitos promedio de referencia los señalados por el Programa Interlaboratorial Costarricense.

BIBLIOGRAFIA

BOLLAND MDA. 1995. Variation of plant-test phosphorus for individual lupin and wheat tops. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 26(15-16):2511-2517.

BOLLAND MDA, ALLEN DG. 1998. Spatial variation of soil test phosphorus and potassium, oxalate-extractable iron and aluminum, phosphorus-retention index, and organic carbon content in soils of Western Australia. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 29(3-4):381-392.

CANTARELLA H, QUAGGIO JA, VAN RAIJ B, ABREU MF. 2008. Variability of soil analysis in comercial laboratorios: implications for lime and fertilizer recommendations. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 37(15-20):2213-2225.

CORRALES M, BERTSCH F, BEJARANO JA. 2005. Los laboratorios de análisis de suelos y foliares en Costa Rica: Informe del Comité de Laboratorios de Análisis de Suelos, Plantas y Aguas. *Revista Agronomía Costarricense* 29(3):125-135.

CROSLAND AR, ZHAO FJ, McGRATH SP. 2001. Inter-laboratory comparison of sulphur and nitrogen analysis in plant and soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 32(5-6):685-695.

DE CAMPOS BERNARDI AC, SILVA CA, PÉREZ DV, MENEGUELLI N. 2002. Analytical quality program of soil fertility laboratorios that adopt Embrapa methods in Brazil. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 33(15-18):2661-2672.

ECA. 2006. Política y criterios para la participación de los ensayos de aptitud y otras comparaciones para los laboratorios. Versión 1. 12p.

ECA-MC-P20. 2005. Política de trazabilidad e incertidumbre de las mediciones. 12p.

- FERRARIS GN. sf. Muestreo y análisis de suelo: punto de partida hacia un diagnóstico de fertilidad. Argentina, INTA, Pergamino, Desarrollo Rural.
- FU W, TUNNEY H, ZHANG C. 2010. Spatial variation of soil test phosphorus in a long-term grazed experimental grassland field. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science* 173:323–331.
- GARFIELD F, KLESTA E, HIRSCH J. 2000. Quality assurance principles for analytical laboratories. Madison, USA, AOAC International. 87 p.
- Guía INTE-ISO/IEC 43-1:2000. Ensayos de aptitud por comparaciones interlaboratorios. Parte 1: Desarrollo y funcionamiento de programas de ensayos de aptitud. Parte 2: Selección y uso de programas de ensayos de aptitud por organismo de acreditación de laboratorios.
- HENRÍQUEZ C, KILLORN R, BERTSCH F, SANCHO F. 2005. La geoestadística en el estudio de a variación espacial de la fertilidad del suelo mediante el uso del interpolador Kriging. *Revista Agronomía Costarricense* 29(2):73-81.
- JACOBSEN JS, LORBEER SH, SCHAFF BE, JONES CA. 2002. Variation in soil fertility test results from selected northern great plains laboratories. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 33(3-4):303-319.
- JONES JR JB, WOLF B, MILLS HA. 1991. Plant analysis handbook: A practical sampling, preparation, analysis and interpretation guide. Athens, GA, Micro-Macro Publishing. p 125-154.
- KALRA Y. 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. Boca Raton, FLA, CRC Press. p 199-220.
- KHOSLA R, WESTFALL D, REICH R, INMAN D. 2006. Temporal and spatial stability of soil test parameters used in precision agriculture. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 37(15-20):2127-2136.
- LÓPEZ RM, ETCHEVERS JD, VAQUERA H, HIDALGO C. 2002. Inter-laboratory comparison of plant analysis accuracy in México. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 33(15-18):2729-2737.
- MAGRA G, AUSILIO A. 2004. Incertidumbre y precisión en los análisis de suelos. *Revista Agromensajes de la Facultad de Ciencias Agrarias, Universidad Nacional del Rosario, Argentina* 12(4).
www.fcagr.unr.edu.ar/Extension/Agromensajes/12/6AM12.html
- MILLER RO. 2006. A Western evaluation of soil testing laboratory performance. *Better Crops* 90(1).
- NEUFELD J, DAVISON J. 2000. Practical considerations when selecting a soil testing laboratory for an educational program. *Journal of Extension* 38(4).
- NORMA INTE-ISO/IEC 17025:2000. Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración. 1ª ed. Instituto de Normas Técnicas de Costa Rica. San José.
- RAYMENT GE, PEVERILL KI. 2002. Proficiency testing for soil and plant analysis in Australasia. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 33(15-18): 2441-2455.
- RAYMENT GE. 2004. Australian soil testing: quality assurance in measurement, interpretation and recommendation. Australian Fertilizer Industry Conference, 19 p.
- RAYMENT GE. 2005. Statistical aspects of soil and plant test measurement and calibration in Australasia. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 36(1-3):107-120.
- RUIZ-VILLADIEGO O. 1997. Control interno de los métodos de análisis. Escuela de Geociencias, Facultad de Ciencias, Universidad Nacional Sede Medellín.

SADZAWKA A, GREZ R, CARRASCO MA, MORA ML, FLORES H. 2005. Evaluación analítica de laboratorios de análisis de suelos en Chile. *Revista de la Ciencia del Suelo y Nutrición Vegetal* 5(2):26-34.

SPARKS DL. 1996. *Methods of soil analysis. Part 3. Chemical Methods*. J.M. Bartels. (Ed).. p 19-48.

TAMMINEN P. 2003. Sampling and laboratory errors in forest soil analysis. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 34(9-10):1193-1209.

TAYLOR SL, PAYTON ME. 1999. Relationship between mean yield, coefficient of variation, mean square error, and plot size in wheat field experiments. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 30(9-10):1439-1447.

TOPPER K. 1990. Evaluation of quality control techniques utilized by soil testing laboratories. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 21(13-16):1663-16680.

VAN DIJK D. 2002. Wageningen Evaluating Programmes for Analytical Laboratories (WEPAL): A world of experience. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 33(15-18):2457-2465.

VAUGHAN B. 2008. *How to Determine an Accurate Soil Testing Laboratory. Site Specific Management Guidelines*, PPI, South Dakota State University.

VERNIZZI A. 1997. Criterio de recomendación para extracción de muestras de suelo destinadas a análisis para diagnóstico de fertilidad. Argentina, Oliveros, INTA.

WANG Z, ZHANG B, SONG K, LIU D, REN C, ZHANG S, HU L, YANG H, LIU Z. 2009. Landscape and land-use effects on the spatial variation of soil chemical properties. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 40(15-16):2389-2412.

WEPAL. 2010. Wageningen Evaluating Programs for Analytical Laboratories. www.wepal.nl.

WEPAL-Wageningen Evaluating Programs for Analytical Laboratories. 2007-2008-2009-2010. IPE/ISE Quaterly Reports 1, 2, 3, 4. The Netherlands, Wageningen University.