

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE NICARAGUA
UNAN-León**



**FACULTAD DE CIENCIAS Y TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA**

**“EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DEL MÉTODO
ESPECTROFOTOMÉTRICO DE EMISIÓN ATÓMICA PARA LA
DETERMINACIÓN DE POTASIO EN SUELOS Y ESTIMACIÓN DE
LA INCERTIDUMBRE ASOCIADA”**

TESIS PARA OPTAR AL TÍTULO DE LICENCIADA EN QUÍMICA

Presentada por: Br. Mireya del Carmen Díaz Mora

Tutor: MSc. Santiago Pérez Pasos

**Asesores: Lic. Haylell Emilio Escoto López
Lic. Manuel Antonio Vanegas Carvajal**

León, Nicaragua, Septiembre de 2008.

AGRADECIMIENTO

Agradezco en primer lugar a Dios y a la Virgen por que sin ellos no existiría.

Agradezco a mis padres **Pedro Díaz** y **Melba Mora**, que en los caminos de mi vida me han acompañado y apoyado siempre incondicionalmente.

Agradezco a mi amigo, compañero, pareja y padre de mis hijos **Andrés Acetuno** que ha estado apoyándome para poder alcanzar mis metas.

Agradezco a mis hijos **Lisette, Pedro y Andrés**, que han sabido comprender el sacrificio mío de ser estudiante, esposa, ama de casa y principalmente madre plenamente para ellos y estar ahí cuando ellos lo han necesitado.

También le agradezco a mis maestros, compañeros de estudio y trabajadores del Departamento de Química, que de una u otra manera me ayudaron y me dieron un estímulo al terminar mi carrera.

A todas las personas que pusieron un granito en mi desarrollo profesional se lo agradezco de corazón.

Mireya del Carmen Díaz Mora.

ÍNDICE

I. RESUMEN	1
II. INTRODUCCIÓN	2
III. OBJETIVOS.....	3
III.1. Objetivo General	3
III.2 Objetivos Especificos	3
IV. MARCO TEÓRICO	4
IV.1. Generalidades del potasio	4
IV.1.1. El Potasio y la Tabla Periódica	4
IV.1.2. Propiedades físicas y químicas del Potasio.....	5
IV.2. Ciclo Geoquímico del Potasio.....	9
IV.3. El Potasio en el suelo.....	10
IV.3.1. Potasio no disponible.....	10
IV.3.2. Potasio disponible con rapidez.....	11
IV.3.3. Potasio disponible lentamente	11
IV.3.4. Bases de la fertilización potásica	12
IV.3.5. Balance del Potasio en el suelo	14
IV.4. Importancia del potasio en el suelo	15
IV.5. Determinación de Potasio por la técnica de Emisión de llama en un espectrofotómetro de Absorción Atómica.....	17
IV.6. Caracterización de los suelos	18
IV.6.1. Muestreo	18
IV.6.1.1 Preparación de las Muestras de Suelo.....	19
IV.6.1.2 Índices de calidad del Suelo mas comunes.....	19
IV.6.2. Análisis Físico para una Muestra de Suelo.....	20
IV.6.2.1. Textura.....	20
IV.6.2.2. Densidad Aparente	23
IV.6.3. Análisis Químico para una Muestra de Suelo.....	24
IV.6.3.1. Reacción del Suelo (pH ...	24
IV.6.3.2. Conductividad Eléctrica....	25
IV.4. Validación de métodos de ensayo	26
IV.4.1 Método Normalizado.....	28
IV.4.2. Método No Normalizado	28
IV.4.3. Método desarrollado por el laboratorio.....	29
IV.4.4. Criterios de Eficiencia.....	29
IV.4.4.1. Criterios primarios.....	29
IV.4.4.2. Criterios secundarios	31
IV.5. Evaluación de la incertidumbre	32
V. PARTE EXPERIMENTAL.....	34
V.1 Equipos, Reactivos, Cristalería y Materiales	34
V.1.1. Equipos.....	34
V.1.2. Reactivos	34
V.1.3. Cristalería	35
V.1.4. Materiales	35
V.2. Procedimientos	36
V.2.1. Preparación de soluciones... 36	36
V.2.1.1. Solución extractora de Acetato de Amonio (CH ₃ COONH ₄) 1N, pH 7.0	36
V.2.1.2. Solución de Peróxido (H ₂ O ₂) al 6 %.....	36
V.2.1.3. Ácido Nítrico (HNO ₃) al 20%	36
V.2.1.4. Hidróxido de Potasio (KOH) al 12% en alcohol Etilico (CH ₃ CH ₂ OH) al 95 %.....	36
V.2.1.5. Solución madre de estándar de potasio (K) 20 ppm	36
V.2.1.6. Lavado de Cristalería para Análisis	37
V.2.2. Procedimiento de muestreo .	37
V.2.3. Procedimiento para el Análisis Físico para la Muestra de Suelo .	38
V.2.3.1. Textura.....	38
V.2.3.2. Densidad aparente.....	39
V.2.4. Procedimiento para el Análisis Químico para la Muestra de Suelo	40

V.2.4.1. Medición de pH	40	VI.3.1 Evaluación de la Precisión.....	57
V.2.4.2. Medición de la Conductividad Eléctrica.....	41	VI.3.2. Estudio de la linealidad	58
V.2.5. Procedimiento para la extracción de potasio en la muestra de suelo	41	VI.3.2.1. Linealidad de la curva de calibración normal (CCN)	58
V.2.6. Procedimiento para la medición de potasio por espectrometría de emisión atómica	41	VI.3.2.2. Linealidad de la curva de adición patrón(CAP)	60
V.2.6.1. Condiciones de Trabajo del equipo de Espectrofotómetro de Absorción Atómica.....	42	VI.3.3. Límite de Detección y Límite de cuantificación	62
V.2.7. Procedimiento para evaluar el desempeño del método	45	VI.3.4. Efecto de matriz (Porcentaje de recuperación).....	64
V.2.7.1. Precisión	45	VI.4. Estimación de la Incertidumbre	67
V.2.7.2. Curva de Calibración Normal (C.C.N.).....	45	VI.4.1. Evaluación de la Incertidumbre en el cálculo de la concentración a partir de la curva de calibración normal.....	68
V.2.7.3. Curva de Calibración por Adición Patrón (C.A.P.).....	45	VI.4.2. Estimación de la Incertidumbre en el cálculo de la concentración a partir de la curva de adición patrón en las muestras de suelos	74
V.2.7.4. Linealidad.....	45	VI.5. Análisis de los Resultados obtenidos en las muestras de Suelos por medio de la Curva de Calibración Normal (CCN) y por medio de la Curva de Adición Patrón (CAP).....	79
V.2.7.5. Limite de Detección.....	46	VII. CONCLUSIONES	81
V.2.7.6 Limite de Cuantificación.	46	VIII. RECOMENDACIÓN	83
V.2.7.7. Efecto de Matriz (Porcentaje de Recuperación)	46	IX. BIBLIOGRAFÍA	84
V.2.7.8. Procedimiento para estimar la incertidumbre	46	X. GLOSARIO.....	87
VI. RESULTADOS Y DISCUSIÓN. 48			
VI.1. Caracterización de las muestras de suelo	48		
VI.1.1. Análisis Físicos para la Muestra de Suelo.....	48		
VI.1.1.1. Textura.....	48		
VI.1.1.2. Densidad aparente	50		
VI.1.2. Análisis Químico para la Muestra de Suelo.....	53		
VI.1.2.1. Medición del pH	53		
VI.1.2.2. Medición de la Conductividad Eléctrica	55		
VI.2. Condiciones de Trabajo del Equipo de Espectrofotómetro de Absorción Atómica por Emisión para Potasio.....	57		
VI.3. Evaluación del desempeño del método espectrofotométrico de emisión atómica	57		

I. RESUMEN

En el presente estudio se realizó la clasificación textural de las muestras de suelos de El Ojochal, Puerto Morazán y Campo agropecuario como Franco Arcillo Arenoso, Arcilloso y Franco Arenoso respectivamente. Luego se determinó la densidad aparente de cada una de las muestras obteniéndose resultados los cuales están por debajo de los límites normales según la clasificación textural establecida por el USDA ^[1]. Seguidamente se les midió el pH, cuyos resultados se encuentran dentro de los valores óptimos para el crecimiento de la mayoría de los cultivos (5.5 – 7.5) y en el rango del pH de mayor disponibilidad, para el caso de la mayor parte de los nutrientes incluyendo al Potasio comprendido (6.0 – 7.0), inmediatamente después se midió la conductividad eléctrica de las muestras clasificándose los suelos de El Ojochal y Campo Agropecuario como Suelos normales (no salinos) y el suelo de Puerto Morazán como moderadamente salino.

Posteriormente se evaluó la precisión del método como desviación estándar relativa obteniéndose un valor de 2.85%. Luego se evaluó la linealidad del método por medio de una curva de calibración normal y a través de las curvas de adición patrón para cada muestra de suelo objeto de nuestro estudio. Se calcularon los valores de límites de detección y límite de cuantificación los cuales fueron de 0.071 y 0.216 mg K₂O/100 g de suelo respectivamente. A continuación se estudió el efecto de matriz, el cual resultó ser un efecto depresor de la señal encontrándose resultados de porcentajes de recuperación menores del 100 % (77.73, 87.97 y 81.62 para El Ojochal, Puerto Morazán y Campo Agropecuario respectivamente).

Finalmente se aplicó la técnica de espectrofotometría de emisión atómica para cuantificar el contenido de potasio en las muestras de suelo expresado como mg de K₂O/100 g de suelo a partir de la curva de calibración normal (CCN) y a través de la curva de adición patrón (CAP) y se estimó la incertidumbre expandida asociada a la determinación de potasio por medio de ambas curvas (CCN y CAP) según la aproximación de la ISO(GUM, 1995).^[2]

II. INTRODUCCIÓN

El suelo es considerado como uno de los recursos naturales más importantes. Es un medio muy complejo y heterogéneo con propiedades fisicoquímicas y biológicas, de ahí la necesidad de mantener su productividad; es esencial para la vida, como lo es el aire y el agua. Es un elemento de enlace entre los factores bióticos y abióticos y se le considera un hábitat para el desarrollo de las plantas.^[3]

El potasio es esencial para las plantas, los animales y los humanos, es uno de los macronutrientes más importantes que permiten el funcionamiento de sistemas agropecuarios. Cumple funciones vitales en la fisiología vegetal y por lo tanto su deficiencia origina importantes disminuciones en el rendimiento y calidad de los cultivos, por lo que resulta de suma importancia realizar un monitoreo continuo para llevar un control de su nivel en el suelo.

La importancia fundamental de la determinación del Potasio en los suelos radica en su elevado valor como nutriente, por lo que su deficiencia perjudica gravemente la producción de los diferentes tipos de cultivos a nivel nacional, convirtiéndose en uno de los principales problemas para muchos productores. En el presente trabajo nos hemos propuesto realizar el estudio del contenido de potasio en suelos de tres lugares diferentes (una procedente de El Ojochal, otra de Puerto Morazán y la última procedente del Campo Agropecuario de la UNAN-León).

De acuerdo a la revisión bibliográfica existe poca información científica sobre Potasio en los suelos de Nicaragua, a pesar de saber la gran importancia y beneficios que se obtiene de este nutriente, tanto en el suelo como en los cultivos, por esta razón la necesidad de conocer e implementar al Potasio en los suelos se han propuestos algunos estudios alternativos(- Efecto en suelo y plantas debido al riego con aguas residuales. –Alternativas de uso del lodo en Nicaragua. –Potasio eleva la calidad de lo producido.), que nos sirve como antecedentes, para obtener información que beneficien los cultivos y mejorar la economía del sector agropecuario que es la base de este país.^{[4][5][6]}

En el presente trabajo proponemos la técnica de Espectrofotometría de Emisión Atómica para evaluar el contenido de potasio en muestras de suelo.

III. OBJETIVOS

III.1. Objetivo General

- Evaluar algunos parametros del desempeño del método de Espectrometría de Emisión Atómica para la determinación de potasio en suelo y evaluar su incertidumbre asociada.

III.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar las muestras de suelo (análisis de Textura, Densidad aparente, pH y Conductividad eléctrica).
- Aplicar la técnica de Espectrometría de Emisión Atómica para determinar el contenido de potasio en suelo.
- Evaluar el desempeño del método (Evaluar Precisión, Limite de detección, Límite de cuantificación y Linealidad).
- Evaluar el efecto de matriz.
- Evaluar la incertidumbre asociada a la determinación de potasio en suelo por Espectrometría de Emisión Atómica.

IV. MARCO TEÓRICO

IV.1. Generalidades del potasio

IV.1.1. El Potasio y la Tabla Periódica

Los metales alcalinos corresponden al Grupo 1 de la Tabla Periódica (anteriormente grupo I A), son metales muy reactivos, se oxidan con facilidad por lo que no se encuentran libres en la naturaleza. El nombre proviene de sus propiedades básicas (alcalinas). Constituyen el 4,8% de la corteza terrestre, incluyendo capa acuosa y atmósfera. El sodio y el potasio son los más abundantes que el resto de los elementos de este grupo.

Su configuración electrónica muestra un electrón en su capa de valencia (1 electrón s). Son muy electropositivos: baja energía de ionización. Por tanto, pierden este electrón fácilmente (número de oxidación +1) y se unen mediante enlace iónico con otros elementos. Los metales alcalinos son, por orden de número atómico creciente: litio, sodio, potasio, rubidio, cesio y francio. En estado sólido forman redes cúbicas.

Los metales alcalinos son maleables, dúctiles y buenos conductores del calor y la electricidad. Son blanco-plateados, con puntos de fusión bajos (debido a las fuerzas de enlace débiles que unen sus átomos) que decrecen según se descende en el grupo y blandos, siendo el litio el más duro. Presentan efecto fotoeléctrico con radiación de baja energía, siendo más fácil de ionizar el cesio. La reactividad aumenta hacia abajo, siendo el cesio y el francio los más reactivos del grupo. El litio se parece bastante más al magnesio en cuanto a reactividad que al resto de los alcalinos, debido a que el ion Li^+ es muy pequeño.

Son reductores poderosos, sus óxidos son básicos así como sus hidróxidos. Reaccionan directamente con los halógenos, el hidrógeno, el azufre y el fósforo originando los haluros, hidruros, sulfuros y fosfuros correspondientes. Con el amoníaco líquido dan soluciones de color azul en las que hay electrones libres

ocupando cavidades formadas por moléculas de amoníaco; estas soluciones se emplean para reducir compuestos orgánicos; parece que en estas soluciones existen especies M^{-1} . Según aumenta la concentración de metal, la solución toma color bronce y empieza a conducir la electricidad.

Casi todas las sales son solubles en agua, siendo menos solubles las de litio. Se emplean como refrigerantes líquidos en centrales nucleares (litio, sodio, potasio) y como conductores de corriente dentro de un revestimiento plástico. [7]

Tabla No. 1. El potasio en la tabla periódica

Elemento	Numero atómico	Configuración electrónica	Potenciales de ionización (ev)		E° para $M^{+}_{(aq)} + e = M_{(s)}, V$
			1 ^o	2 ^o	
Li	3	[He] 2s	5.390	75.62	-3.02
Na	11	[Ne] 3s	5.138	47.29	-2.71
K	19	[Ar] 4s	4.339	31.81	-2.92
Rb	37	[Kr] 5s	4.176	27.39	-2.99
Cs	55	[Xe] 6s	3.893	23.4	-3.02
Fr	87	[Rn] 7s	?	?	?

IV.1.2. Propiedades físicas y químicas del Potasio

El Potasio también fue descubierto por el Sir Humphry Davy en 1807; a partir de sus experimentos electrolíticos. Su nombre proviene del inglés “potashes” (cenizas de vasija) y su símbolo proviene de “kalium” (álcali).

Tabla No. 2. Propiedades físicas y químicas del potasio

NOMBRE	POTASIO
Número atómico	19
Estados de Oxidación	+1
1ª Afinidad electronica (eV/átomo)	0,502
1ª Energía de Ionización (eV/átomo)	4,3
2ª Energía de Ionización (eV/átomo)	31,663
3ª Energía de Ionización (eV/átomo)	45,776
Radio atómico (Å)	2,35
Radio covalente (Å)	1,96
Radio iónico (Å) (estado de oxidación)	0,33 (+1)
Electrones de Valencia	4s ¹
Estratificación electrónica	[Ar]4s ¹
I hidruros no metalicos, sales binarias. II Oxacidos y sales, oxidos. III Oxidos, hidruros metalicos. (Oxidaciones)	1+ (I, II, III)
Configuración electronica últimas capas	8-1
Estructura cristalina	ccc*
E° (Voltios)	-2,93v K ⁺ K
Masa atómica (umas)	39,0983
Volumen atómico cm ³ /mol	45,46
Densidad (g/cm ³)	0,8560
Electronegatividad (pauling)	0,9
Punto de ebullición (°C)	774
Punto de fusión (°C)	63,65
Polarizabilidad (Å ³)	43,4
Dureza (mohs)	0,5
Conductividad eléctrica (mohm.cm) ⁻¹	138.9
N° de Isotopos	5
* Cúbica Centrada en el Cuerpo	

El potasio metal se prepara por la electrólisis del hidróxido de potasio fundido o de una mezcla de cloruro de potasio y fluoruro de potasio. El metal se oxida en cuanto se le expone al aire y reacciona violentamente con agua, produciendo hidróxido de potasio e hidrógeno gas. Debido a que el hidrógeno producido en la reacción con el agua arde espontáneamente, el potasio se almacena siempre bajo un líquido, como la parafina, con la que no reacciona. ^[8]

El potasio metal se emplea en las células fotoeléctricas (celda fotovoltaica). El potasio forma varios compuestos semejantes a los compuestos de sodio correspondientes, basados en la valencia 1.

Sus compuestos tienen un gran número de aplicaciones:

- El bromuro de potasio (KBr), un sólido blanco formado por la reacción de hidróxido de potasio con bromo, se utiliza en fotografía, grabado y litografía, y en medicina como sedante.
- El cromato de potasio (K_2CrO_4), un sólido cristalino amarillo, y el dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$), un sólido cristalino rojo, son poderosos agentes oxidantes utilizados en cerillas o fósforos y fuegos artificiales, en el tinte textil y en el curtido de cuero.
- El yoduro de potasio (KI) es un compuesto cristalino blanco, muy soluble en agua, usado en fotografía para preparar emulsiones y en medicina para el tratamiento del reuma y de la actividad excesiva del tiroides.
- El nitrato de potasio (KNO_3) es un sólido blanco preparado por la cristalización fraccionada de disoluciones de nitrato de sodio y cloruro de potasio, y se usa en cerillas o fósforos, explosivos y fuegos artificiales, y para adobar carne; se encuentra en la naturaleza como salitre.
- El permanganato de potasio ($KMnO_4$) es un sólido púrpura cristalino, que se usa como desinfectante y germicida y como agente oxidante en muchas reacciones químicas importantes.

- El sulfato de potasio (K_2SO_4) es un sólido cristalino blanco, importante fertilizante de potasio que se usa también para la preparación del sulfato de aluminio y potasio o alumbre.
- El hidrogenotartrato de potasio, que suele llamarse crémor tártaro, es un sólido blanco utilizado como levadura en polvo y en medicina.^[7]
- El carbonato de potasio (K_2CO_3), un sólido blanco, llamado también potasa, se obtiene de la ceniza de la madera u otros vegetales quemados, y también por reacción del hidróxido de potasio con dióxido de carbono. Se usa para fabricar jabón blando y vidrio.
- El clorato de potasio ($KClO_3$), llamado clorato de potasa, es un compuesto blanco cristalino, que se obtiene por la electrólisis de una disolución de cloruro de potasio. Es un agente oxidante poderoso y se utiliza en cerillas (cerillos), fuegos artificiales y explosivos, así como desinfectante y para obtener oxígeno.
- El cloruro de potasio (KCl) es un compuesto blanco cristalino llamado comúnmente cloruro de potasa o muriato de potasa, y es un componente común de las sales minerales de potasio, de las que se obtiene por volatilización. Es un importante abono de potasio y también se usa para obtener otros compuestos de potasio.
- El hidróxido de potasio (KOH), llamado también potasa cáustica, un sólido blanco que se disuelve con la humedad del aire, se prepara por la electrólisis del cloruro de potasio o por reacción del carbonato de potasio y el hidróxido de calcio; se emplea en la fabricación de jabón y es un importante reactivo químico. Se disuelve en menos de su propio peso de agua, desprendiendo calor y formando una disolución fuertemente alcalina.

IV.2. Ciclo Geoquímico del Potasio

El ciclo del potasio (K) en el suelo representa sólo una parte del ciclo de este elemento en la naturaleza. La corteza terrestre contiene aproximadamente 2.5 % de K (equivalente al 3.1 % K_2O ; ver Tabla N° 3). Así, el potasio se presenta en el octavo lugar de abundancia de elemento químico en la corteza terrestre, después del Si, O, Al, Fe, Ca, Mg y Na; estos ocho elementos juntos alcanzan valores del 98% del total químico de la corteza terrestre. ^[9]

Tabla No. 3. Contenido de K en rocas comunes.

Rocas	% K_2O	% K
Granitos	4.11	3.43
Sienitas	4.50	3.75
Gabro	0.89	0.74
Pizarras	3.24	2.70
Areniscas	1.32	1.10
Calizas	0.33	0.28

Los contenidos de K en las rocas difieren mucho entre ellas; por esta razón es que, a manera de ejemplo en el Tabla N° 3 se indican valores en promedio de porcentaje de K_2O y de K.

El contenido de K en los minerales que constituyen las rocas y, desde luego, los suelos, es igualmente muy variable. A modo de ejemplo se indican promedios y rangos del contenido de K_2O y K. (Tabla N° 4).

En función del material parental y de los procesos de meteorización, los valores de K en los suelos varían generalmente entre 0.04 y 3 por ciento. En casos excepcionales, como en los suelos salinos, el contenido de K puede llegar al ocho por ciento.

Tabla No. 4. Contenido de K en minerales comunes.

Mineral	K₂O % rango	K % rango
Ortoclasa	10.20 (0-15)	8.50 (3.3-12.5)
Plagioclasa	1.10 (0-3)	0.90 (0.0-2.5)
Moscovita	9.40 (7-11)	7.80 (5.8-9.9)
Biotita	7.90 (6-10)	6.60 (5.0-8.4)
Piroxeno	0.25 (0-1)	0.21 (0.0-0.8)
Anfíbol	1.00 (0-1)	0.80 (0.0-0.8)

Las reservas de K en los suelos (pedosfera) y en la biosfera, son pequeñas en comparación con las existentes en la hidrosfera (contenido de K en agua de mar = 0.04 % de solutos disueltos) y en la litosfera.

IV.3. El Potasio en el suelo

En el suelo hay potasio orgánico e inorgánico. El potasio orgánico procede de la descomposición de los restos vegetales y animales. El potasio inorgánico está contenido en ciertos minerales, que al descomponerse proporcionan potasio asimilable para las plantas.^[10]

En la mayoría de los suelos existe suficiente cantidad de potasio, sobre todo en los suelos arcillosos; pero para que pueda ser asimilado por las plantas tiene que estar solubilizado en el agua del suelo (solución del suelo). Las plantas lo absorben bajo la forma de ión potasio (K⁺).

Desde el punto de vista de su aprovechamiento por las plantas, el potasio del suelo puede clasificarse de la forma siguiente:

IV.3.1. Potasio no disponible

La mayor parte del potasio contenido en el suelo no está disponible para las plantas, ya que se encuentra formando parte de las estructuras de ciertos

minerales. Con el paso del tiempo estos minerales se descomponen y se hacen solubles en la solución del suelo.

IV.3.2. Potasio disponible con rapidez

Se dispone con rapidez el potasio contenido en la solución del suelo y el potasio adsorbido en el complejo de cambio del suelo (complejo húmico-arcilloso).

La concentración de iones potasio en la solución del suelo permanece constante, de tal suerte que cuando la planta toma iones de la solución disminuye su concentración, y el complejo de cambio libera rápidamente cierta cantidad de iones, que pasan a la solución con el fin de mantener el equilibrio. En el caso opuesto, cuando incorporamos al suelo un abono potásico se incrementa el contenido de iones de la solución; para que se mantenga el equilibrio es preciso que el exceso de iones de la solución sea adsorbido por el complejo. ^[10]

IV.3.3. Potasio disponible lentamente

En algunas circunstancias, los iones potasio contenidos en la solución del suelo quedan atrapados entre las capas de algunas arcillas cristalinas (proceso de fijación). Sin embargo, este potasio retenido entre las capas de las arcillas no se pierde definitivamente para las plantas, sino que al cabo del tiempo, bajo determinadas condiciones, queda liberado (proceso de regeneración), pasando de nuevo a la solución del suelo.

Los procesos de fijación y regeneración tienen una gran importancia en la práctica agrícola. Una parte del potasio soluble añadido con los fertilizantes químicos es absorbida por las plantas desde la solución del suelo, otra mayor es adsorbida por el complejo de cambio, y el resto pasa a situación de no disponible temporalmente, ya que es retenido entre las capas de arcillas.

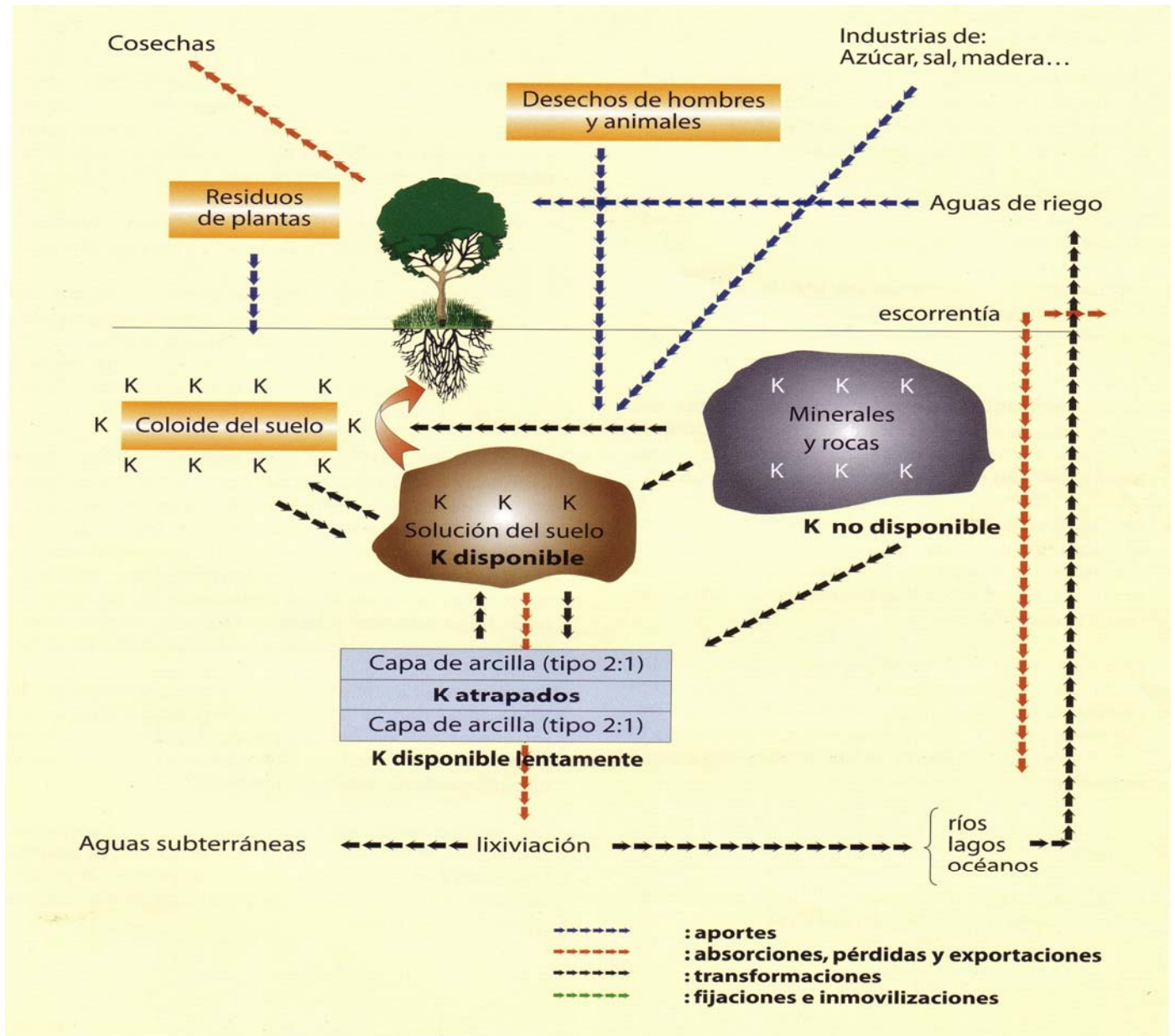


Figura No.1. Formas del Potasio disponible en el suelo.

IV.3.4. Bases de la fertilización potásica

Cuando un fertilizante potásico se incorpora al suelo se disuelve rápidamente en el agua, y una parte más o menos importante de los iones potasio son adsorbidos por el complejo de cambio. La cantidad de iones adsorbidos depende:

- **Del contenido de arcilla del suelo.** Los suelos arenosos tienen poco poder de adsorción, por lo cual queda en la solución una cantidad considerable de iones, que puede perderse a capas profundas arrastradas por el agua de percolación. Por ello, en suelos muy arenosos no conviene hacer aportaciones importantes de abono potásico en una sola vez.
- **Del tipo de arcilla que predomina.** Algunas arcillas (clorita y caolinita) tienen poco poder de adsorción, por lo que se recomienda, en aquellos suelos donde predominan estas arcillas, incorporar materia orgánica para aumentar su capacidad de adsorción.
- **Del contenido del calcio.** Cuanto mayor sea la cantidad de calcio presente, mayor será la adsorción del potasio y menores las pérdidas por lixiviado.

Otra parte de los iones potasio contenidos en la solución del suelo quedan retenidos entre las capas de las arcillas. La cantidad de potasio fijado depende, sobre todo, del contenido de arcillas y del tipo de arcilla que predomina.^[10]

De lo expuesto anteriormente se deduce que para hacer una buena fertilización potásica hay que conocer el contenido de arcilla y el tipo que predomina:

- Cuando predominan las arcillas con gran capacidad de retención (illita, Montmorillonita) hay que hacer un abonado de enriquecimiento, que consiste en aportar unas cantidades de potasio superiores a las necesidades de las plantas. Una vez que el suelo se haya enriquecido de este elemento, no es necesario continuar con esta dosificación sobreabundante.
- Si predominan las arcillas con poca capacidad de retención (clorita, caolinita) no es necesario el abonado de enriquecimiento.
- En suelos arenosos conviene hacer aportaciones de materia orgánica para aumentar el poder de adsorción del complejo de cambio y evitar pérdidas por lavado. Estas pérdidas disminuyen cuando las aportaciones de fertilizantes minerales se hacen en varias veces.

IV.3.5. Balance del Potasio en el suelo

El balance del potasio en el suelo bajo formas asimilables por la planta es el resultado de una serie de procesos, en donde se producen ganancias y pérdidas.^[9]

Las ganancias se producen en los siguientes procesos:

- Mineralización de la materia orgánica.
- Meteorización de los minerales del suelo.
- Aportaciones de abonos minerales.

Las pérdidas se producen por los siguientes procesos:

- Extracciones por plantas y microorganismos. Este potasio queda inmovilizado temporalmente, hasta que es devuelto al suelo con los residuos orgánicos.
- Fijación en la superficie interna de algunas arcillas. Este potasio se recupera al cabo de cierto tiempo.
- Arrastre por el agua de percolación.

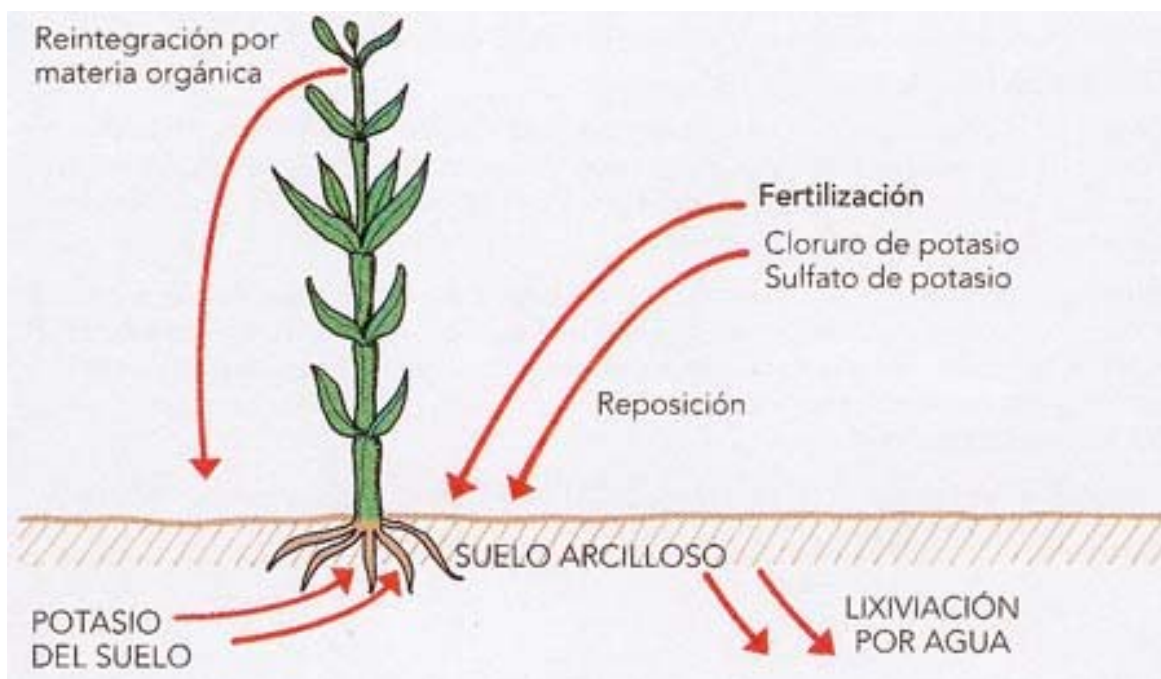


Figura No.2. Balance del Potasio en el suelo.

IV.4. Importancia del potasio en el suelo

El potasio es uno de los tres nutrientes minerales que necesitan las plantas en mayor cantidad. Muchos cultivos como por ejemplo el banano, el tomate y la papa requieren más potasio que cualquier otro nutriente mineral. Las plantas absorben el potasio que se encuentra en la solución del suelo en forma de catión K^+ . La cantidad de K en la solución del suelo esta en función (controlada por) de la liberación del potasio intercambiable, generalmente localizado alrededor de las partículas (micelas) de arcilla. Los cultivos extraen grandes cantidades de potasio del suelo para su crecimiento y desarrollo, y como es de esperarse, la falta de éste elemento, influye negativamente en el rendimiento y calidad del cultivo. Además, la deficiencia de potasio aumenta la vulnerabilidad del cultivo a enfermedades y lo hace menos resistente a condiciones de "stress" tales como sequías, heladas etc.^[11]

El abastecimiento de Potasio (K) en el suelo es limitado, aun los suelos que contienen arcillas ricas en este mineral no pueden suplirlo indefinidamente. El potasio extraído por los cultivos debe de regresarse al suelo para no disminuir la fertilidad del mismo; cuando el agricultor saca de la parcela o campo la cosecha, se esta llevando consigo el K fuera del sistema agrícola. La figura 3, muestra como las vías de remoción influyen en el reciclaje natural del potasio en el suelo. También, se puede apreciar que se pierde potasio al sacar la cosecha, por lavado, especialmente en suelos arenosos y lugares de alta precipitación pluvial, por escurrimiento y/o erosión en sitios donde la pendiente y el manejo del agua y drenaje son deficientes. En los sistemas de agricultura moderna, la cosecha es probablemente la forma en la cual se extrae mayor cantidad de K del suelo. Así, el no regresar lo que se extrae o se pierde durante el ciclo del K, ocasiona que el suelo pierda fertilidad y por ende productividad potencial. Las formas de incorporación del potasio al suelo son: adición de residuos vegetales, estiércoles, residuos animales sólidos y fertilizantes minerales. Algunos fertilizantes minerales como el cloruro de potasio (KCl) y el sulfato de potasio y magnesio ($K_2SO_4 \cdot 2MgSO_4$), son extraídos de yacimientos de silvinita y silvita (el primero) y langbeinita (el segundo).

Estos fertilizantes no son elaborados por síntesis química, simplemente por medios físicos se limpian y acondicionan para ser utilizados en agricultura. Tienen la ventaja que son solubles por lo que son de rápida disponibilidad para los cultivos. El buen agricultor y técnico agrícola responsable, debe de asegurar que el ciclo del potasio sea sustentable y que pueda ser heredado a las siguientes generaciones suelos más fértiles y productivos.

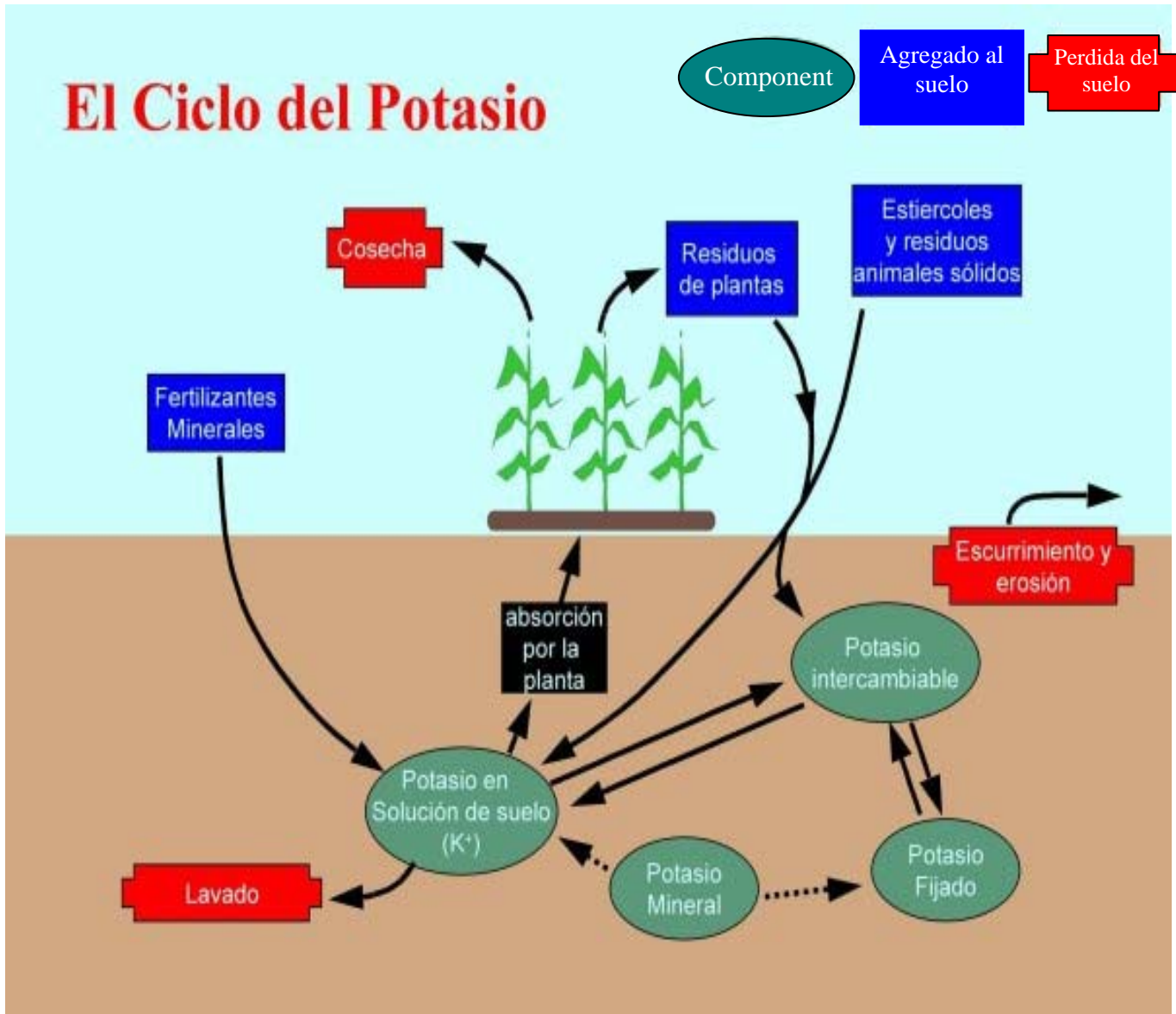


Figura No. 3. Ciclo e Importancia del Potasio en el suelo.

IV.5. Determinación de Potasio por la técnica de Emisión de llama en un espectrofotómetro de Absorción Atómica

La determinación de Potasio (K) se fundamenta en el equilibrio que se establece entre la solución extractora de Acetato de Amonio (NH_4OAc) y la muestra de suelo donde se efectúa éste intercambio.

Las características esenciales de un método espectrofotométrico para que sea cuantitativo son:

- ❖ Que el método sea selectivo al analito que se desea analizar.
- ❖ Que este libre de interferencias que afecten el resultado analítico o que las interferencias se puedan controlar.
- ❖ Que tenga alta precisión y exactitud.
- ❖ Que tenga una alta sensibilidad.
- ❖ Que el límite de detección corresponda a una concentración baja.

Unos de los métodos fisicoquímicos más empleados en análisis es el de la medida de la absorción o emisión de la energía radiante, producida por el vapor atómico del elemento generado a partir de la muestra en solución, realizada a una longitud de onda específica para cada elemento. Permite la determinación (cuantificación) de unos 70 elementos químicos en concentraciones que oscilan entre parte por billón (ppb) a parte por millón (ppm).^{[12][13][14]}

La principal diferencia con las otras espectrometrías es la atomización, proceso por el cual la muestra se introduce en un mechero, junto con el combustible, y se quema a elevada temperatura. Las moléculas del analito se rompen totalmente liberando los elementos químicos en estado atómico, y estos pueden experimentar fenómenos de absorción, emisión o fluorescencia.

Los métodos espectrofotométricos tienen tal importancia que son los más utilizados en casi todos los laboratorios industriales, clínicos y de investigación.

Los cationes Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ y Na^+ conocidos como bases del suelo, representan especialmente en suelos no álicos ni excesivamente lavados, la fracción dominante del total de cationes adsorbidos por los coloides del suelo presentes en

la solución del mismo. Para fines de diagnóstico de fertilidad de suelos, la disponibilidad de estos cationes se determina por lo general, en un extracto acuoso extrayendo su fracción cambiante. Prácticamente se ha universalizado el uso de acetato de amonio ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) normal y neutro para extraer la fracción disponible de estos elementos.

Cuando se coloca el suelo en contacto con una solución saturante de $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ con ayuda de agitación fuerte, el ión NH_4^+ desplaza de las posiciones de intercambio a los cationes retenidos por las cargas negativas del complejo coloidal, los que son posteriormente cuantificados mediante espectrometría de emisión.

IV.6. Caracterización de suelos

IV.6.1. Muestreo

El muestreo se hace sobre una muestra homogénea de suelo que represente un terreno. Se toma aproximadamente de 0.5 a 2.0 kg de muestra, se almacenan en bolsas apropiadas, se coloca una etiqueta con toda la información (procedencia, área que representa, etc.), para enviar al laboratorio. En el laboratorio se le asigna su respectivo código y comienza el proceso para las diferentes determinaciones.

El tamaño de la superficie de un campo que deba ser representado por una sola muestra (muestra compuesta), queda determinada por el tamaño del área a la que el agricultor desee prestar atención por separado en sus operaciones de explotación agrícola. Generalmente, en las granjas más pequeñas se cultivan como unidades campo de 2 a 4 hectáreas, el número de muestras individuales comprende entre 10 y 30, las que se mezclan y depositan en un recipiente para que esta sea la unidad lógica para la toma de muestra, análisis, recomendaciones y tratamiento subsiguiente.

Cuando las granjas son mayores, las unidades de cultivo también lo son, con lo cual crecen las unidades de toma de muestra, con las limitaciones

correspondientes a la determinación de áreas naturales de toma de muestra creadas por las diferencias de relieve, profundidad o textura del suelo. ^{[15][16]}

IV.6.1.1. Preparación de las Muestras de Suelo:

- **Secado de las Muestras:** Antes de su análisis en el laboratorio es necesario secar la muestra. Para tal efecto, la muestra se extiende sobre un papel limpio y seco en una capa delgada en un cuarto o estufa de secado, exento de toda clase de contaminación. Se deja secar por 24-72 horas, dependiendo de la humedad inicial que tenga ésta y de su procedencia.
- **Molienda y Tamizado:** Con el fin de homogenizar la muestra una vez seca, ésta se muele con un rodillo de madera y luego se pasa por un tamiz de 2 mm de diámetro (N° 10). Posteriormente se empaca en bolsas plásticas y así queda lista para su análisis. Las muestras Patrón se deben preparar de la misma forma para el Control de Calidad Analítico.
- **Almacenamiento:** Las muestras se almacenan en cajas de cartón en un lugar bien ventilado por un período de 6 meses después de realizado el análisis.

IV.6.1.2. Índices de calidad del Suelo mas comunes.

Los índices de calidad son la forma de medir ciertas características de los suelos para evaluar su manejo y sostenibilidad.

Los principales índices fisicoquímicos de calidad del suelo son:

- Textura.
- Densidad Aparente.
- Reacción del Suelo (pH).
- Conductividad Eléctrica (CE).
- Materia Orgánica, Carbón Total y Humus.

- Nitrógeno Amoniacal, Nitratos y Total.
- Fósforo Disponible o Asimilable.
- Cationes Cambiables: Potasio (K), Calcio (Ca), Magnesio (Mg) y Sodio (Na).
- Capacidad de Intercambio Catiónico (C.I.C.).
- Determinación de Azufre (S).
- Micronutrientes Boro (B), Cobre (Cu), Hierro (Fe), Manganeso (Mn), Molibdeno (Mo), Zinc (Z), Selenio (Se) disponible.
- Determinación de Aluminio (Al).
- Determinación de Silicatos (SiO_2).

IV.6.2. Análisis Físico para una Muestra de Suelo

Las propiedades físicas de los suelos están íntimamente relacionadas con los procesos químicos y biológicos que ocurren constantemente en el sistema edáfico. Son características que un agricultor puede ver o sentir. Las propiedades físicas pueden verse afectadas principalmente por el manejo y tratamiento a suelos, afectando así el crecimiento y desarrollo de los cultivos.

Los análisis físicos se realizan con el objetivo de conocer las características propias del suelo. Los ensayos que se realizaron son:

1. Determinación de Textura (Método Universal).
2. Determinación de la Densidad del Suelo.

IV.6.2.1. Textura

La propiedad fundamental de la tierra, la que más influencia tiene sobre otros rasgos del suelo, es la textura. La textura del suelo determina la porción de tres tamaños de partículas de suelo, éstas son: arena (grande), limo (medio) y arcilla (pequeño). El tamaño de las partículas del suelo influencia la capacidad de

retención de agua y a la aireación. Para efectuar la determinación de textura la muestra debe ser disgregada ya que el suelo presenta, casi siempre, un estado de agregación parcial de forma que varias partículas están cementadas entre sí formando otras de mayor diámetro.

Los principales agentes cementantes son la materia orgánica y los Óxidos de hierro y de aluminio. Una vez eliminados los agentes cementantes, las partículas de arcilla pueden flocular de nuevo durante el análisis a no ser que se sustituyan los cationes Calcio, Magnesio e Hidrógeno del complejo de cambio, por otros iones monovalentes muy hidratados, para que los cristales de arcilla posean cargas negativas en sus planos y se repelan entre sí.

Los cristales de arcilla, en el suelo, suelen encontrarse rotos y es posible que en el sitio de la rotura existan cargas positivas que se atraerían con los cristales negativos y flocularían, las cargas positivas de los bordes deben ser cambiadas a negativas para eliminar estas atracciones borde - a - cara y borde - a - borde.

Esto se logra con el Hidróxido de Sodio (NaOH) 1M. El Hidróxido de Sodio tiene dos objetivos: aumenta las cargas negativas en los planos e invierte las cargas negativas en los bordes. Así se obtienen partículas con fuerte carga negativa que se repelen mutuamente y permanecen totalmente dispersas en la suspensión. En suelos calizos el Hidróxido de Sodio, Hexametáfosfato Sódico, Carbonato Sódico y Oxalato Sódico son los reactivos apropiados, en suelos ácidos, con muchos iones hidrógeno en el complejo de cambio, es preferible el uso de Hidróxido Sódico. ^[17]

La textura en las muestras de suelo se determinó a través de las siguientes ecuaciones:

$$\% \text{Arcilla} = (\text{Arcillag}) \left(\frac{1000}{25} \right) \left(\frac{100}{10} \right) \quad (1)$$

$$\% \text{Limo} = [(\text{Arcilla} + \text{Limo})g - (\text{Arcillag})] \left(\frac{1000}{25} \right) \left(\frac{100}{10} \right) \quad (2)$$

$$\% \text{Arena} = 100\% - (\text{Limo} + \text{Arcilla})\% \quad (3)$$

$$\text{Arcilla}(g) = (P_{cm} - T_c) \quad (4)$$

$$\text{Limo}(g) = (P_{cm} - T_c) \quad (5)$$

$$\text{Arenas}(g) = (P_{cm} - T_c) \quad (6)$$

Donde:

P_{cm} : Peso del crisol más muestra en gramos.

T_c : Tara del crisol en gramos.

1000: Volumen de la probeta en mL.

25: Volumen tomado de muestras en mL.

100: Factor para referir a porcentaje

10: Cantidad de muestras en gramos empleada para el análisis.

Considerando las tres fracciones del Suelo y la Composición Porcentual calculada y haciendo uso del **Triángulo Textural** se puede encontrar la Textura de cualquier muestra de suelo.

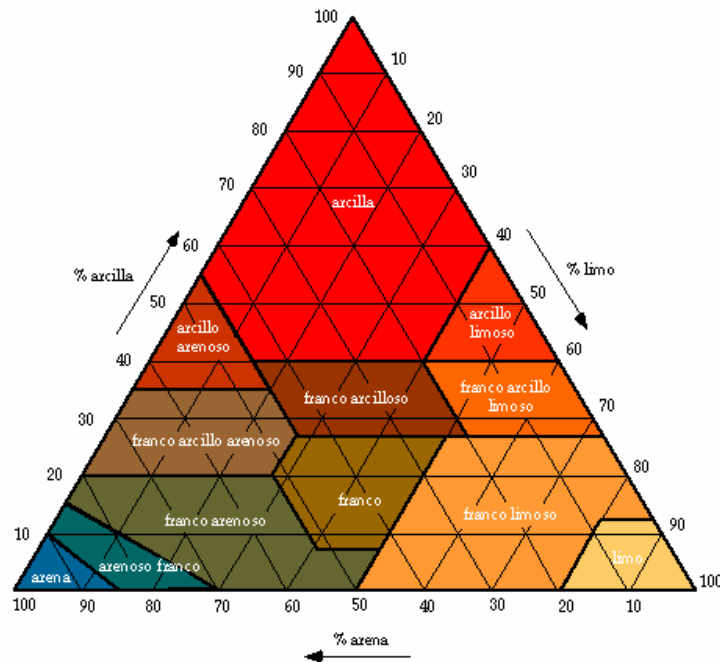


Figura No.4. Triángulo Textural del suelo mostrando los porcentajes de arcilla, limo y arena de las clases texturales.

IV.6.2.2. Densidad aparente

La densidad aparente (D_a) del suelo es la relación de la masa al volumen macroscópico ocupado por las partículas del suelo más el espacio poroso. La masa se determina pesando la muestra desecada a 105 °C y el volumen de la muestra que se haya tomado del campo.

La densidad Aparente en las muestras de suelo se determinó utilizando el **Método del Cilindro (volumen conocido)**, a través de las siguientes ecuaciones:

$$P_{sm} = (P_s - P_c) \quad (7)$$

$$V_c = \pi(r^2)(h) \quad (8)$$

$$D_a = \frac{P_{sm}}{V_c} \quad (9)$$

Donde:

V_c : Volumen del cilindro.

P_{sm} : Peso seco de la muestra .

P_s Peso suelo.

P_c Peso del cilindro.

π : Valor constante de 3.1416.

r^2 Valor del radio del cilindro en centímetros.

h : Altura del cilindro en centímetros.

D_a : Valor de densidad aparente.

IV.6.3. Análisis Químico para una Muestra de Suelo.

Las propiedades químicas del suelo influyen directamente en la disponibilidad de nutrientes para las plantas y otros organismos. Estas propiedades influyen también en la capacidad de los suelos para el almacenaje, filtraje y descomposición de compuestos químicos tóxicos o potencialmente tóxicos, para las plantas, animales y el hombre. Muchas de las propiedades químicas del suelo se deben a la presencia de materiales que presentan carga eléctrica. Estos materiales son conocidos como “coloides del suelo” y abarcan a las partículas de arcilla y materia orgánica humificada.

Los análisis químicos se realizan con el objetivo de conocer las características químicas del suelo. Los ensayos que se realizaron son:

1. Reacción del Suelo (pH).
2. Conductividad Eléctrica (CE)

IV.6.3.1. Reacción del Suelo (pH)

La Medición de pH es también conocida como Reacción del Suelo y se refiere a las reacciones de acidez y basicidad del mismo; se trata de una propiedad que influye tanto en sus características químicas como físicas, además de tener considerable impacto sobre la vida microbiana de este medio. Entre los procesos de gran importancia regulados por la reacción del suelo se pueden indicar, la meteorización de minerales y la formación de arcillas, la descomposición de la materia orgánica y la disponibilidad mayor o menor de muchos nutrientes.

El exceso de nutrientes puede llevar a fenómenos de toxicidad en las plantas; las condiciones para que ocurran tales excesos pueden ser causadas por reacciones fuertemente ácidas de suelo. La acidez del suelo depende del contenido de hidrógeno ionizable, de la presencia de Aluminio en diferentes formas dissociables

y en grado menor, de los iones de Manganeso y Hierro, todos los anteriores en equilibrio con la solución del suelo donde ocurren variadas reacciones de hidrólisis. [18]

DAÑOS POR REACCIÓN ALTA O BAJA DEL SUELO

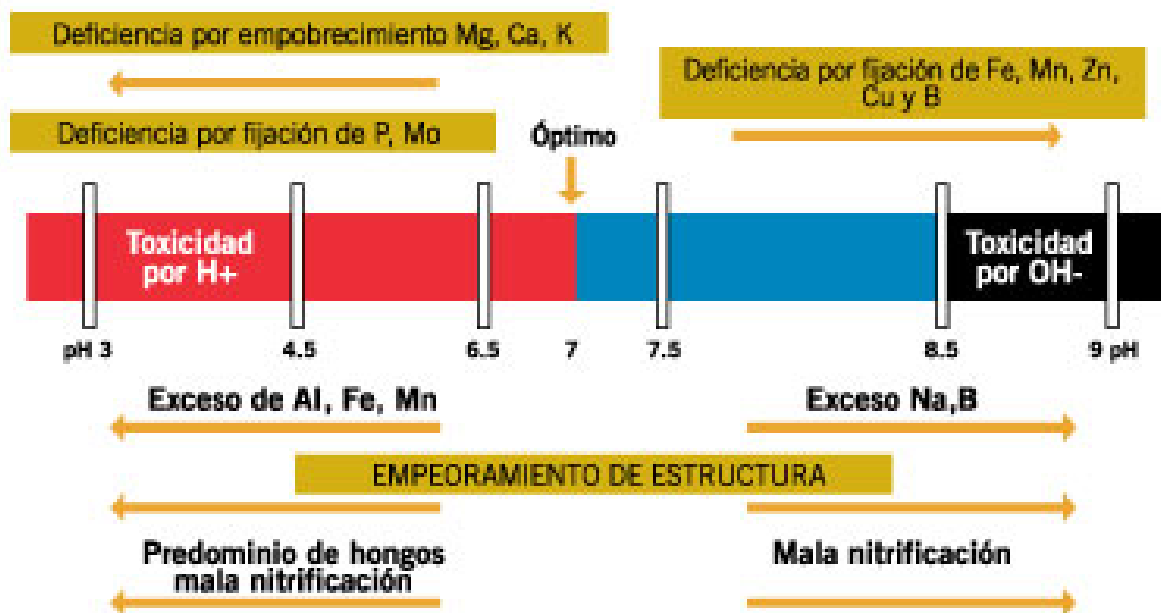


Figura No.5. Condiciones de los nutrientes en el suelo según el pH.

IV.6.3.2. Conductividad Eléctrica (CE)

La conductividad eléctrica (CE) de mezclas de suelo-agua indica la cantidad de sales presentes en el suelo. Todos los suelos contienen algo de sales, las cuales son esenciales para el crecimiento de las plantas. Sin embargo un exceso de sales inhibe el crecimiento de las plantas al afectar el equilibrio suelo-agua. Suelos que contengan exceso de sales aparecen naturalmente y también como resultado del uso y manejo del suelo.

Las mediciones de conductividad eléctrica detectan la cantidad de cationes o aniones (sales) en solución. Cuanto mayor es la cantidad de aniones o cationes tanto mayor es la lectura de la conductividad eléctrica. Los iones generalmente asociados con salinidad son Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ , H^+ (cationes) ó NO_3^- , SO_4^- , Cl^- , HCO_3^- , OH^- (aniones).

El agua es un conductor muy pobre de la electricidad, pero cuando tiene sales disueltas puede conducirla en proporción directa a la cantidad de sales presentes. Por esta razón la conductividad eléctrica del extracto de saturación es un indicador muy útil de la salinidad del suelo. Puesto que la mayoría de los extractos de suelo y aguas de riego tienen CE menores de 1mho/cm se usa entonces otra subunidad: el mmho/cm ó también el $\mu\text{mho/cm}$. ($1\text{mho/cm} = \text{mmho/cm} \times 10^3 = \mu\text{mho/cm} \times 10^6$) la cual permite expresar la CE de una manera más conveniente y práctica en la mayoría de los casos. Coexisten muchas unidades de expresión de la conductividad para este fin, aunque las más utilizadas son dS/m (deciSiemens por metro), mmhos/cm (milimhos por centímetro) y según los organismos de normalización europeos mS/m (miliSiemens por metro).

Actualmente, para estar de acuerdo con el Sistema Internacional de Unidades (SI), se ha adoptado como unidad para expresar la CE los decisiemens por metro (dS/m). Un mmho/cm es igual 1dS/m ($1\text{S/m} = \text{mho/cm}$). La CE de las soluciones acuosas salinas aumenta a medida que aumenta la temperatura (aproximadamente 2% por cada $^\circ\text{C}$); por lo cual es necesario hacer referencia a una temperatura patrón de $25\text{ }^\circ\text{C}$ mediante factores de corrección. Algunos instrumentos automáticamente hacen la compensación por temperatura y dan una temperatura corregida. ^{[18][19][20]}

IV.4. Validación de métodos de ensayo

La etapa de validación consiste en el proceso de examinar el método para determinar su conformidad con el uso previsto. La validación normalmente se lleva a cabo sobre la versión final del método desarrollado, bajo condiciones de

operación definidas; también puede ser necesario realizarla en etapas previas del proceso de desarrollo. Si existen diferentes usos previstos para el método, se deben llevar a cabo múltiples validaciones. Los parámetros de desempeño que se recomienda incluir en la validación y verificación de diferentes métodos de ensayo pueden ser, según el caso: exactitud, exactitud relativa, desviación, desviación positiva, desviación negativa, efecto matricial, repetibilidad, precisión intermedia, reproducibilidad, especificidad, límite de detección, límite de cuantificación, linealidad, rango, sensibilidad, robustez y fortaleza (*ruggedness*), entre otras.

La validación de los métodos de ensayo debe reflejar las condiciones reales de la aplicación de los mismos. Esto puede conseguirse utilizando, por ejemplo, muestras comerciales o preparadas en el laboratorio con un nivel conocido de la especie o analito de interés. El analista debe estar consciente que una muestra preparada en la matriz de interés sólo imita parcialmente a una muestra real; no obstante, en muchos casos, ésta es la mejor y la única opción disponible. La extensión de la validación depende del propósito del ensayo y de las propiedades del método analítico en cuestión. Cuando aplique, la validación de un método debe incluir la estimación de la incertidumbre y además abarcar factores que determinan la desviación (error sistemático) y la recuperación imperfecta (medición de la recuperación del analito con el que se haya enriquecido la muestra, medición de blancos, estudio de interferencias y efectos de matriz). Esta estimación también debe considerar aspectos como la homogeneidad y estabilidad de la muestra.^[21]

El procedimiento de validación puede incluir ejercicios de intercomparación. El laboratorio que desarrolla o modifica un método analítico, o la entidad que lo publica, es responsable de su validación, para con ello demostrar que se adecua al propósito para el cual fue diseñado. El laboratorio que implementa un método analítico es responsable de verificar su desempeño contra las especificaciones de la validación, tanto antes de ponerlo en uso como durante su utilización rutinaria, para demostrar que lo domina y usa correctamente.

A continuación se especifica lo anterior, para el caso de los métodos normalizados, no normalizados y desarrollados por el laboratorio usuario.

IV.4.1 Método Normalizado

El laboratorio que va a utilizar un método normalizado debe verificarlo contra sus especificaciones de validación, atendiendo los requisitos para el aseguramiento de la calidad, y no necesita validarlo. Esta verificación permite demostrar que el laboratorio domina el ensayo y lo utiliza correctamente (el uso corresponde al propósito para el que fue desarrollado, con respecto a propiedad medida, matriz, rango, equipos utilizados, repetibilidad, etc.).

En la mayoría de los casos se puede considerar que en el desarrollo de los métodos normalizados se han tenido en cuenta todos los aspectos necesarios relativos a la validación. Al presentarse el caso de no haber evidencia suficiente para deducir que se ha llevado a cabo una correcta validación, el laboratorio usuario deberá definir un procedimiento para calcular y evaluar los parámetros de desempeño que considere necesarios para asegurar la confiabilidad del método.

IV.4.2. Método No Normalizado

El laboratorio que va a modificar un método normalizado debe revalidarlo para demostrar que las especificaciones del método original no se ven afectadas por la modificación introducida. El nivel de revalidación requerido aumenta conforme la magnitud de los cambios realizados. Se consideran cambios menores, por ejemplo, la modificación del tamaño de la muestra y sustitución de reactivos. Se considera cambio mayor, por ejemplo, el cambio de procedimiento o equipo y cambios en el alcance (aplicación a matrices que no se especifican). Para demostrar que una versión modificada de un método cumple las mismas especificaciones que el método original, se deben realizar comparaciones utilizando réplicas. El diseño experimental y el análisis de los resultados deben ser estadísticamente válidos. El laboratorio usuario de un método normalizado

modificado debe verificarlo contra sus especificaciones originales, o de revalidación, y así demostrar que domina el ensayo y lo utiliza correctamente. En el caso de métodos no normalizados, los terceros que los desarrollan son responsables de incluir en dicho proceso la etapa de validación, para demostrar que el método cumple con los criterios de aceptación adecuados para el propósito de aplicación.

IV.4.3. Método desarrollado por el laboratorio

El laboratorio que desarrolla y utiliza sus propios métodos debe validarlos, para demostrar que cumplen con los criterios de aceptación adecuados para el propósito de aplicación.

Una vez está en uso el método, el laboratorio debe verificar su desempeño contra los parámetros de validación, para demostrar que sigue dominando el ensayo y lo realiza correctamente.

IV.4.4. Criterios de eficiencia

Los criterios de eficiencia pueden clasificarse en primarios y secundarios.

IV.4.4.1. Criterios primarios

- **Precisión:** es una medida de que tan cerca están los resultados entre si y usualmente se expresa por medio del valor de la desviación estándar, que describe la dispersión, o sea que, describe el tamaño de los errores aleatorios.^[22]
- **Exactitud o Bias (sesgo):** mide la magnitud de los errores sistemáticos.
- **Límite de detección:** mide la cantidad mínima que puede diferenciarse de la señal de ruido de fondo.

$$(10) \quad L.D = \frac{3.29 * Sb_o}{b_1}$$

Límite de detección. Uno de los puntos característicos de la recta de calibrado es la señal para la concentración cero, que puede tener diferente significado si corresponde a la medida realizada sobre los reactivos sin la muestra (prueba en blanco de los reactivos). O bien, se realiza sobre la muestra sin alguno de los reactivos esenciales (prueba en blanco de la matriz de la muestra). Las explicaciones que puedan darse a la desviación desde cero hacia valores positivos o negativos de la señal para las pruebas en blanco, constituyen un buen índice del grado de conocimiento que el científico posee del procedimiento analítico.

Ambas señales de las pruebas en blanco suelen acumularse sobre las de la muestra, aunque de manera diferente a las señales de los patrones, por lo que es más prudente mantener estos valores en la representación de la recta de calibrado y sustraer al resultado de concentración del correspondiente a la prueba en blanco. La señal de la prueba en blanco también presenta errores experimentales y, por lo tanto, una dispersión de valores que afectan al límite de detección del procedimiento.^[23]

Así como la pendiente de la recta de calibrado es un índice de la sensibilidad del procedimiento analítico, la precisión de esta pendiente y la de la ordenada en el origen establecen el límite de detección, o sea la cantidad mínima de sustancia detectable cuantitativamente. El valor del límite de detección se establece con criterios de probabilidad de cometer error por asignar un valor a la señal de un blanco, o bien por asignar un valor del blanco (no detectable) cuando en realidad la muestra contiene cantidad significativa de sustancia. También aquí la estadística proporciona diversos modelos para establecer estos límites, según el grado de seguridad que se desee alcanzar. En algunas técnicas instrumentales se llama ruido de fondo a la dispersión de la señal del blanco, estableciéndose como límite de detección la concentración que da una señal doble o triple respecto al ruido de fondo.

Es incorrecto utilizar expresiones como no detectable, ausencia o cero, como resultado correspondiente a señales iguales a la prueba en blanco, siendo correcto decir que el resultado de una señal no diferenciable de la prueba en blanco es inferior al límite de detección cuyo valor se ha determinado previamente.

IV.4.4.2. Criterios secundarios

Son los que tienen influencia en los primarios.

- **Linealidad:** que describe el comportamiento entre la respuesta y la concentración a través del modelo de calibración (una desviación del modelo representa un bias).
- **Rango:** representa el intervalo (nivel superior e inferior del analito) en el cual la relación lineal u otro modelo de calibración utilizado es correcta.
- **Límite de cuantificación:** es la más baja concentración del analito que puede ser cuantificada con suficiente precisión y exactitud. También es definido convencionalmente como la concentración de analito que corresponde al blanco de la muestra, más 5, 6 ó 10 desvíos estándar de la medida (del blanco), también se le conoce como límite de determinación.

$$(11) \quad LC = \frac{10 * Sb_0}{b_1}$$

- **Selectividad:** este parámetro asegura que la señal medida no es influenciada por otras sustancias presentes en la muestra y en caso contrario, garantiza la remoción de las mismas, otro aspecto importante de la selectividad es si el analito puede existir en la muestra de una forma, tal como enlazado o libre, inorgánico u organometálico, o en diferentes estados de oxidación.

- **Sensibilidad:** es el parámetro que mide la magnitud del cambio en la función de respuesta (o señal) con la concentración y corresponde a la pendiente de la curva de respuesta.

IV.5. Evaluación de la incertidumbre

Es importante notar que hasta el presente, cualquier medición realizada por un científico ha tenido un error y lo será así en el futuro. Se hace necesario tener un método normalizado para describir y reportar la calidad de los datos procedentes de las mediciones. [23]

La incertidumbre general luego es estimada vía la propagación de la incertidumbre. La ley referida es para usar los principios de propagación del error usualmente. La expresión general es:

$$U_{[Y_{[X_i, X_j, \dots, X_n]}]} = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left[\frac{\delta y}{\delta x_i} u(x_i) \right]^2 + \sum_{i,k=1}^{n-i \neq k} \left[\frac{\delta y}{\delta x_i} \frac{\delta y}{\delta x_k} s(x_i, x_k) \right]} \quad (12)$$

donde el resultado $Y_{(X_{ij} \dots)}$ es una función de n parámetros $X_i, X_j, \dots, u(Y_{\dots})$ su incertidumbre estándar, $u(X_i)$ la incertidumbre asociada con X_i $\delta y / \delta x_i$ es la diferencial parcial con respecto a X_i y $S(x_i, x_k)$ es la covarianza entre X_i y X_k . El termino de la covarianza no se aplica cuando los efectos son independientes, es decir, $S(x_i, x_k) = 0$. Es por consiguiente esencial y eficaz estudiar todos los efectos relevantes individuales sobre los resultados.

- **Incetidumbre de medición:** Es el parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que pudieran ser razonablemente atribuidos a la magnitud a medir.
- **Incetidumbre estándar:** Es la incertidumbre del resultado de una medición expresado como una desviación estándar.

- **Incertidumbre estándar combinada:** Es la incertidumbre estándar del resultado de una medición cuando éste es obtenido de una combinación de valores de otras cantidades y es igual a la raíz cuadrada positiva de una suma de términos, estos términos son las varianzas o covarianzas de las otras cantidades, ponderadas de acuerdo a la variación del resultado de la medición con el cambio de estas cantidades.
- **Incertidumbre expandida:** Es la cantidad que define un intervalo para el resultado de una medición, en el cual puede esperarse que se encuentre una fracción grande de la distribución de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos al objeto mesurable. Esta se denota por U_e y se obtiene multiplicando la incertidumbre combinada (U_c) por un factor de cobertura (K).^{[22][23]}

$$U_e = K * U_c \quad (13)$$

El factor de cobertura (K) se escoge con base en el nivel deseado de confianza a ser asociado con el intervalo. En general K estará en el ámbito 2-3 correspondiente al nivel de confianza entre el 99%.

- **Incertidumbre estándar relativa:** Se denota por IER y se obtiene dividiendo la media de la incertidumbre combinada con respecto a la media poblacional de los factores multiplicados por cien.

$$\% IER = \frac{U}{X} * 100 \quad (14)$$

V. PARTE EXPERIMENTAL

V.1 Equipos, Reactivos, Cristalería y Materiales

V.1.1. Equipos

Equipo	Marca	Modelo	Especificaciones Técnicas
Balanza Analítica (220g)	Sartorius	20634	± 0.1 mg, Res = 0.1 mg
pH – metro	Crison	Basic 20	d = ± 0.01 , Res = ± 0.01
Conductímetro	Crison	GLP 32	± 0.5 %
Espectrómetro de Absorción atómica (EAA)	Perkin Elmer	AAnalyst 700	-
Horno	PRECISION	699091084	-
Desionizador	Barnstead	LAB-ION D8901 09-035-20	-

V.1.2. Reactivos

- Solución de Referencia certificada de Potasio.1000 ppm ± 0.1 %. FisherChemicals. (1ml = 1mg K).
- Acido Acético Glacial 100% J.T. Baker Chemical Co.
- Acido Nítrico concentrado al 69.9%. Certificado A.C.S. PLUS. FisherChemicals.
- Hidróxido de Amonio al 29.58 %. FisherChemicals.
- Peróxido de Hidrógeno 30 %, Certificado ACS, Fisher Chemicals.
- Hidróxido de Potasio 86.5 %, Fisher Chemicals.
- Alcohol Etilico 90.7 %, grado HPLC, Fisher Chemicals.
- Alcohol comercial para lavar cristalería.
- Agua Desionizada.

V.1.3. Cristalería

Tipo	Capacidad	Marca	Tolerancia
Matraz aforado	10 ml	PYREX, CLASE "A"	± 0.02
Matraz aforado	25 ml	PYREX, CLASE "A"	± 0.03
Matraz aforado	50 ml	PYREX, CLASE "A"	± 0.05
Matraz aforado	100 ml	BRAND, CLASE "A"	± 0.10
Matraz aforado	250 ml	BRAND, CLASE "A"	± 0.12
Matraz aforado	1000 ml	KIMAX, CLASE "A"	± 0.30
Micro Pipeta	5 ml	Nichipet Ex SIBATA NICHIRYO	± 0.03
Micro Pipeta	10 ml	Nichipet Ex SIBATA NICHIRYO	± 0.10
Micro Pipeta	500 µl	CLINIPET Autoclavable	± 0.6
Micro Pipeta	1000 µl	CLINIPET Autoclavable	± 0.6
Beaker	10, 100 y 250 ml	Pyrex	-
Erlenmeyer	100 y 250 ml	Pyrex	-
Probeta	50, 100 Y 1000 ml	Pyrex	-
Tubos de Ensayos	25 y 50 ml	Pyrex	-
Dispensador	0 ~ 10 ml	SIBATA FIX-A-RET	-

V.1.4. Materiales

- Balde plástico con tapa
- Cápsula ó Crisol de Porcelana
- Cilindro y Tubo Muestreador de 100ml
- Cinta Métrica
- Desecador
- Espátula
- Gotero
- Pala
- Papel Aluminio
- Papel Toalla
- Pinza
- Pizetas
- Porta Cilindro
- Termómetro
- Vidrio de Reloj
- Papel Filtro.(Fisherbrand. P5. Media. Dia.: 11.0 cm.)

V.2. Procedimientos

V.2.1. Preparación de soluciones

V.2.1.1. Solución extractora de Acetato de Amonio ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) 1N, pH 7.0

Disolver 77.08g de $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ en aproximadamente 500mL de agua. Agregar Hidróxido de Amonio o Ácido Acético para ajustar el pH a 7.00 y completar el volumen con agua desionizada a un litro. El $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ puede ser reemplazado por 57.3ml de Ácido Acético concentrado y 67.5ml de Hidróxido de Amonio al 30% los cuales se disuelven en agua destilada y se completa a volumen de un litro incluyendo el ácido o la base que sea necesario agregar para ajustar el pH a 7.00.

V.2.1.2. Solución de Peróxido (H_2O_2) al 6 %.

Tomar 50 ml de H_2O_2 al 30 % y aforar a 250 ml de agua desionizada.

V.2.1.3. Ácido Nítrico (HNO_3) al 20%

En 500 ml de agua se agregaron 306 ml de ácido nítrico concentrado (al 69.6% y 17 M) y luego se aforé a 1000 ml con agua desionizada.

V.2.1.4. Hidróxido de Potasio (KOH) al 12% en alcohol Etílico ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) al 95 %

Se pesaron 120 g de hidróxido de potasio, se disolvieron con alcohol etílico, se colocaron en un matraz de 1000 ml y luego se aforo hasta la marca con alcohol etílico comercial.

V.2.1.5. Solución madre de estándar de potasio (K) 20 ppm

Tomar 5ml de la solución de referencia certificada de potasio (K) de 1000 ppm, se aforo a 250 ml con solución extractora de acetato amonio ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) 1M, pH 7.00, para obtener una solución madre de 20 ppm de potasio, de esta solución madre se prepararon estándares de 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 y 10 ppm.

V.2.1.6. Lavado de Cristalería para Análisis

Para el lavado de la cristalería de análisis se utilizó el siguiente procedimiento: un baño de ácido nítrico al 20% calidad analítica, un baño de hidróxido de potasio 12% m/v y una plantilla calentadora de temperatura ajustable. Se procedió a lavar el material de laboratorio mediante el procedimiento que a continuación se describe:

Toda la cristalería se lavó cuidadosamente con abundante agua y jabón, después se dejó escurrir unos minutos colocados sobre papel toalla y se observó que no quedaran etiquetas adhesivas, ni marcador. Parcialmente seca se sumergió completamente en una solución de KOH al 12% en alcohol etílico al 90.7%, por un tiempo no menor a 30 minutos, ni mayor de 45 minutos. Se sacó todo el material del baño etanólico, se enjuagó con abundante agua de grifo hasta eliminar todo residuo de KOH / Etanólico.

Todo el material se colocó en un baño de ácido nítrico al 20% a temperatura ambiente, en un recipiente plástico por lo menos durante dos días.

V.2.2. Procedimiento de muestreo

Para la toma de muestra de suelo se empleó barrenos o tubos de muestreo de suelo, también se puede utilizar una pala.

Para ello se realizó un hoyo en forma de V, dependiendo del cultivo, pero por general siempre se recomienda desechar los primeros 5 cm de suelo superficial, basta tomar muestras de los primeros 20 – 40 cm del suelo. Se recomienda tomar varias submuestras en la zona o parcela a analizar, cada muestra de suelo debe incluir suelo de toda la profundidad de muestreo.

Una vez terminada la toma de muestras, se recomienda mezclar todas las muestras juntas para obtener una mezcla de suelo homogéneo.

Se tomó aproximadamente 1 Kg de esta mezcla, se dejó secar al aire y luego se procedió a prepararla para su análisis, especificando al máximo todos los datos de la parcela.

El muestreo de los suelos se hizo en terrenos diferentes; el primero procedente de la Comunidad del Ojochal, carretera Telica – Malpasillo; el segundo del Puerto Morazán y el tercero del Campo Agropecuario de la UNAN-LEON. Todos a una profundidad de 30 cm.

V.2.3. Procedimiento para el Análisis Físico para la Muestra de Suelo

V.2.3.1. Textura

Para la determinación de Textura se usó el **Método Universal** que consiste en pesar 10g de suelo en un Beaker de 250ml, agregar 50ml de H_2O_2 al 6 % y cubrir con un vidrio de reloj. Colocar el Beaker en un baño de agua caliente, lavar las paredes del Beaker. **Observar que el color de la solución sea claro** si no cambia al color claro agregar más H_2O_2 y repetir hasta que se dé el cambio de color. Dejar en reposo 1 hora. Retirar de la superficie del líquido todo **material orgánico presente con una pinza**. Pasar la muestra a un erlenmeyer de 300ml y diluir a 200ml y agregar 4ml de NaOH 1 N. Agitar durante 4 horas con ayuda de un agitador magnético y una barra magnética.

Pasar la muestra a una probeta de 1000ml y enrasar, agitar mecánicamente la probeta por 1min, tomar una pipeta volumétrica de 25ml y medirla con una regla desde la punta hacia arriba aproximadamente 5cm y marcarla, introducir la pipeta hasta la línea de enrase de la probeta la que debe coincidir con la marca en la pipeta, medir la temperatura del agua con un termómetro.

De acuerdo con la Tabla 5, se extraen las porciones de líquido de la probeta para determinar la fracción Arcilla + Limo, luego la fracción Arcilla y finalmente la fracción Arena se calcula por diferencia. Dejar en reposo el tiempo necesario según la temperatura del agua y colocar en un Beaker la muestra de agua introducirlo al horno a 110 °C por 8-10 horas y luego pesarla.

Tabla 5. Velocidad de Caída de Partículas (a 5 cm de la superficie)

Temperatura	Arcilla +Limo	Arcilla	Temperatura	Arcilla + Limo	Arcilla
4 °C	3 min. 37 seg.	6h. 01min.	21 °C	2 min. 21 seg.	3 h. 54min.
5 °C	3 min. 30 seg.	5h. 50min.	22 °C	2 min. 17 seg.	3 h. 49min.
6 °C	3 min. 24 seg.	5h. 40min.	23 °C	2 min. 14 seg.	3 h. 43min.
7 °C	3 min. 18 seg.	5h. 30min.	24 °C	2 min. 11 seg.	3 h. 38min.
8 °C	3 min. 13 seg.	5h. 21min.	25 °C	2 min. 07 seg.	3 h. 33min.
9 °C	3 min. 07 seg.	5h. 12min.	26 °C	2 min. 05 seg.	3 h. 28min.
10 °C	3 min. 02 seg.	5h. 03min.	27 °C	2 min. 02 seg.	3 h. 24min.
11 °C	2 min. 57 seg.	4h. 55min.	28 °C	2 min. 00 seg.	3 h. 19min.
12 °C	2 min. 52 seg.	4h. 47min.	29 °C	1 min. 57 seg.	3 h. 15min.
13 °C	2 min. 48 seg.	4h. 40min.	30 °C	1 min.54 seg.	3 h. 11min.
14 °C	2 min. 44 seg.	4h. 33min.	31 °C	1 min. 51 seg.	3 h. 06min.
15 °C	2 min. 40 seg.	4h. 26min.	32 °C	1 min. 49 seg.	3 h. 02min.
16 °C	2 min. 35 seg.	4h. 19min.	33 °C	1 min. 47 seg.	2 h. 58min.
18 °C	2 min. 32 seg.	4h. 12min.	34 °C	1 min.45 seg.	2 h. 55min.
19 °C	2 min. 28 seg.	4h. 06min.	35 °C	1 min.43 seg.	2 h. 52min.
20 °C	2 min. 24 seg.	4h. 00min.	36 °C	1 min.44 seg.	2 h. 55min.

Tabla 6. Clasificación de Textura designada al tipo de Suelo

SISTEMA INTERNACIONAL		
	FRACCION	DIAMETRO (mm)
I	Arena gruesa	2.0 - 0.2
II	Arena fina	0.2 - 0.02
III	Limo	0.02 - 0.002
IV	Arcilla	< 0.002

V.2.3.2. Densidad aparente

Para encontrar el valor de la Densidad de la muestra se utilizó el **método del cilindro** (volumen conocido), se extrajo a una profundidad de 10cm de la superficie del suelo, se coloca el cilindro dentro del tubo muestreador y se

introduce en las paredes del sitio de muestreo. Enrase con espátula ó navaja el suelo que sobresalga del cilindro muestreador. El volumen del suelo se calcula de las dimensiones interiores de éste. En algunos modelos, el filo cortante del cilindro tiene un diámetro ligeramente inferior al del resto del cilindro para así reducir la fricción que se produce al entrar el cilindro en el suelo. En este caso, se utilizará el diámetro del borde cortante del cilindro para calcular el volumen del suelo. Transfiera el suelo a un recipiente para determinación del peso seco. Exprese la densidad aparente en gramos de suelo seco por centímetro cúbico.

Aunque la determinación de la densidad aparente no requiere que las muestras se mantengan en los cilindros para su transporte del campo al laboratorio, será conveniente mantenerlas inalteradas y conservar su contenido en agua cuando se quiere determinar la humedad de las mismas. Los cilindros porta muestra se introducen en cajas de cartón encerado o en latas con tapaderas para evitar la pérdida de agua durante el transporte.

V.2.4. Procedimiento para el Análisis Químico para la Muestra de Suelo

V.2.4.1. Medición de pH

- **Calibración del Equipo**

Calibrar correctamente el aparato a 25 °C, siguiendo las instrucciones del fabricante:

- Encender el pH-metro
- Medir el tampón pH 7.00
- Luego, medir el tampón pH 4.01
- Si esta todo correcto el equipo manda el mensaje "Equipo Calibrado".
- Con el equipo calibrado, haga las mediciones de las muestras de interés.

- **Medición:** Pese 10 gramos de suelo secado al aire en un erlenmeyer de 100ml. Añada 50ml de agua y agite mecánicamente durante 15 minutos. Deje en reposo durante 30-60 minutos de manera que el suelo se sedimente suficientemente bien. Lea el valor de pH, anote el resultado.

V.2.4.2. Medición de la Conductividad Eléctrica

- **Calibración del Equipo.**

Calibrar correctamente el aparato, siguiendo las instrucciones del fabricante.

- a) Encender el Conductímetro.
- b) Medir el 1^{er} patrón recomendado de 1413 $\mu\text{S} / \text{cm}$.
- c) Luego el 2^{do} patrón recomendado de 1288 ms / cm .
- d) Si esta todo correcto el equipo manda el mensaje "Equipo Calibrado".
- e) Con el equipo calibrado, haga las mediciones de las muestras de interés.

- **Medición:** Pese 10g de suelo en un erlenmeyer de 100ml. Añada 50ml de agua y agite mecánicamente durante 15min. Lea el valor de la Conductividad Eléctrica, anote el resultado.

V.2.5. Procedimiento para la extracción de potasio en la muestra de suelo

Se pesó 1 g de suelo posteriormente se agregaron 20 ml de la solución extractora (Acetato de amonio 1 N, pH 7), luego se agitó por 30 minutos y se filtró.

V.2.6. Procedimiento para la medición de potasio por espectrometría de emisión atómica

Se tomó una alícuota de 5 ml del extracto filtrado, se fijaron las condiciones analíticas mostradas en el acápite V.2.6.1 y se procedió a realizar el análisis por medio de una curva de calibración normal y por medio del método de adición patrón.

V.2.6.1. Condiciones de trabajo del equipo de Espectrofotómetro de Absorción Atómica.

- **Editor del Método: AA – Cu – Alineamiento del quemador.**

Descripción del método:

Alinear Quemador con Cu 4ppm (0.2 Abs.)

Espectrómetro:

Elemento:	Cu
Longitud de Onda (nm)	324.8
Ancho de ranura (nm)	0.7 H
<u>Señal:</u>	
Tipo:	AA
Medida:	Tiempo medio

Ambiente:

Parámetros leídos	
Tiempo (segundo)	3.0
Tiempo de retraso (segundo)	10
Replicas:	
Mismas para todas las muestras:	3

Corriente de la lámpara:

Use valor enterado de la lámpara. Ventana de arreglo

Llama:

Oxidante:	Aire
Flujo del Oxidante (L/min)	17.0
Flujo de Acetileno (L/min)	2.0

- **Editor del Método: EA - K – Suelo -5-10.**

Definición del Elemento

Descripción del método: Determinación de K en suelos.

Espectrómetro:

Elemento:	K
Longitud de Onda (nm):	404.4
Ancho de ranura (nm):	0.2H

Señal:

Tipo:	Emisión
Medición:	tiempo medio

Ecuación de la calibración:

Ecuación:	Lineal, calculando intercepto
Lugar máximo de decimales:	3
Figuras máxima significativa:	4

Unidades:

Calibración:	mg/L
Muestra:	mg/L

Opciones iniciales en calibración:

Al abrir este método manualmente:

- ✓ Cargue el juego de curva de calibración seleccionado debajo.

Al usar este método en una sucesión de multimetodo:

- ✓ Verificar que usa el juego de curva de calibración guardado, seleccionado debajo.

Incluye en despliegue de los resultados y el impreso:

Headers:

- ✓ Header del método (Corto)
- ✓ Header de la muestra (Corto)

Artículos de los datos de la muestra:

- ✓ Datos de la replica
- ✓ Medias y Estadísticas

Salvar resultados:

- ✓ Señal perfil

Sumarios de Artículos:

- ✓ Lista de Análisis
- ✓ Informes de Prueba de Matriz
- ✓ Resumen de la calibración

V.2.7. Procedimiento para evaluar el desempeño del método

V.2.7.1. Precisión

Se tomó un estándar de potasio de concentración igual a 6 ppm, se fijaron las condiciones de trabajo antes mencionadas y se procedió a realizar las lecturas, realizando 15 réplicas, posteriormente se calculó el promedio y la desviación estándar.

V.2.7.2. Curva de Calibración Normal (C.C.N.)

Se tomaron 11 balones de 10 ml, a cada uno se le adicionaron 0.0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5 y 5.0 ml de una solución de 20 ppm de Potasio seguidamente se diluyeron con la solución extractora de acetato de amonio para obtener las concentraciones finales de 1-10 ppm de Potasio, se fijaron las condiciones de trabajo y se procedió a realizar las lecturas de emisión para cada una de las soluciones.

V.2.7.3. Curva de Calibración por Adición Patrón (C.A.P.)

Se tomaron 4 balones de 50 ml, a cada uno se le agrego un volumen de 5 ml de extracto de suelo, posteriormente se le adicionaron 0, 2, 3 y 3.5 ml de una solución de 100 ppm de Potasio seguidamente se diluyeron con la solución extractora de acetato de amonio para obtener las concentraciones finales de 0, 4, 6 y 7 ppm de Potasio.

V.2.7.4. Linealidad

Se tomaron 11 balones de capacidad 10 ml, y se les adicionaron 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5 y 5.0 mililitros de una solución madre de potasio de concentración 20 ppm, para obtener un rango de concentración de 1 a 10 ppm, posteriormente se aforaron cada uno con la solución extractora Acetato de amonio 1 N, pH 7, se fijaron las condiciones de trabajo y se realizaron las lecturas de emisión correspondientes a cada una de las soluciones.

V.2.7.5. Limite de Detección

Se tomaron 3 balones de 50 ml a cada uno se le adicionaron 5, 7.5 y 10 ml de una solución de 20 ppm de Potasio seguidamente se diluyeron con la solución extractora de acetato de amonio para obtener las concentraciones finales de 2, 3 y 4 ppm de Potasio.

V.2.7.6. Limite de Cuantificación

Se tomaron 3 balones de 50 ml a cada uno se le adicionaron 5, 7.5 y 10 ml de una solución de 20 ppm de Potasio seguidamente se diluyeron con la solución extractora de acetato de amonio para obtener las concentraciones finales de 2, 3 y 4 ppm de Potasio.

V.2.7.7. Efecto de Matriz (Porcentaje de Recuperación)

Para esto se realizó una curva de calibración con estándares puros de concentraciones de 1-10 ppm y una curva de calibración por adición patrón con estándares de concentraciones de 0, 4, 6 y 7 ppm y extracto filtrado de las muestras de suelos.

V.2.7.8. Procedimiento para estimar la incertidumbre

Para llevar a cabo el cálculo de la incertidumbre se dividió el proceso de medida en sus partes fundamentales, cada una de estas partes fundamentales se subdivide a la vez en contribuciones más pequeñas, Posteriormente, se calcula la incertidumbre de cada una de las partes y se combinan para obtener la incertidumbre global del proceso de medida.

Primeramente se derivó el modelo matemático del proceso de medida. Es decir, se estableció la relación entre el resultado analítico y los parámetros de los cuales depende el proceso de medida, posteriormente se identificaron todas las fuentes de incertidumbre independientemente de la importancia que pudiera tener cada

una de ellas en la incertidumbre final de los resultados, seguidamente se cuantificaron los coeficientes de sensibilidad y se cuantificaron todas las fuentes de incertidumbre para luego combinarlos siguiendo la ley de propagación del error. De esta forma, se obtuvo la incertidumbre total estándar.

Finalmente el cálculo de la incertidumbre expandida se obtuvo multiplicando la incertidumbre estándar por un factor de cobertura “ $k = 2$ ”.

VI. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

VI.1. Caracterización de las muestras de suelo

Con el objetivo de conocer las características o propiedades físicas de las muestras de suelo, las cuales son objeto de nuestro estudio, se realizaron los análisis respectivos de textura a las tres muestras procedentes de tres lugares diferentes (una procedente del Ojochal, otra de Puerto Morazán y la última procedente del Campo Agropecuario de la UNAN-León).

VI.1.1. Análisis Físicos para la Muestra de Suelo

VI.1.1.1. Textura

Con el propósito de conocer las fracciones porcentuales de las partículas minerales (las cuales tienen influencia en la capacidad de retención del agua y sobre la aireación del suelo) presentes en las tres muestras de suelo, se realizó la determinación de la textura de cada una de las muestras, realizándose los ensayos por triplicado para luego calcular su promedio. A continuación en las tablas 7, 8 y 9 se muestran las cantidades obtenidas de arcilla, limo+arcilla y sus respectivas fracciones porcentuales de arcilla, limo y arena para cada muestra; las que fueron calculadas a partir de las ecuaciones (1, 2, 3, 4, 5 y 6) del acápite IV.6.2.1.

Tabla No.7. Resultados del Análisis de Textura en la Muestra de Suelo de Ojochal.

Repeticiones	arcilla(g)	(arcilla+limo) (g)	% Arcilla	% Limo	% Arena
1	0.0598	0.125	23.9	26.2	49.9
2	0.0504	0.106	20.2	22.4	57.4
3	0.0596	0.132	23.8	29.1	47.1
Promedio	0.0566	0.121	22.6	25.9	51.4
Clase Textural es:			Franco Arcillo Arenoso		

Tabla No.8. Resultados del Análisis de Textura en la Muestra de Suelo de Puerto Morazán.

Repeticiones	arcilla(g)	(arcilla+limo) (g)	% Arcilla	% Limo	% Arena
1	0.126	0.205	50.6	31.4	17.9
2	0.132	0.216	52.9	33.6	13.4
3	0.130	0.221	52.0	36.2	11.7
Promedio	0.123	0.214	51.8	33.7	14.3
Clase Textural es:			Arcilloso		

Tabla No.9. Resultados del Análisis de Textura en la Muestra del Campo Agropecuario.

Repeticiones	arcilla(g)	(arcilla+limo) (g)	% Arcilla	% Limo	% Arena
1	0.0442	0.0985	17.6	21.7	60.6
2	0.0391	0.0941	15.6	22.0	62.3
3	0.0400	0.0928	16.0	21.1	62.8
Promedio	0.0411	0.0951	16.4	21.6	61.9
Clase Textural es:			Franco Arenoso		

La clasificación textural, se realizó de acuerdo a las fracciones porcentuales encontrado en cada muestra contrastadas con los porcentajes reportados por la literatura de USDA ^[1], también se utilizó el triangulo textural en el cual se ubicaron los porcentajes de arcilla, limo, y arena. A continuación mostramos en la tabla No.10, la comparación de los resultados obtenidos experimentalmente con los valores adquiridos en la literatura.

Tabla No.10. Clasificación de las clases texturales según la literatura y resultados.

Comparación	% Arena	% Limo	% Arcilla	Clase textural	Textura general
Basado en la clasificación del USDA (literatura).	45-80	0-28	20-35	Franco arcillo arenoso	Moderadamente fina
	0-45	0-40	40-100	Arcilloso	Fina
	50-70	0-50	0-20	Franco arenoso	Moderadamente gruesa
Resultado textura de las muestras	51.4	25.9	22.6	Franco arcillo arenoso (Ojochal)	Moderadamente fina
	14.3	33.7	51.8	Arcilloso (Pto. Morazán)	Fina
	61.9	21.6	16.4	Franco arenoso (Campo Agropecuario)	Moderadamente gruesa

A continuación se muestra en el triángulo textural la ubicación de las muestras según su fracción porcentual de arcilla, limo y arena.

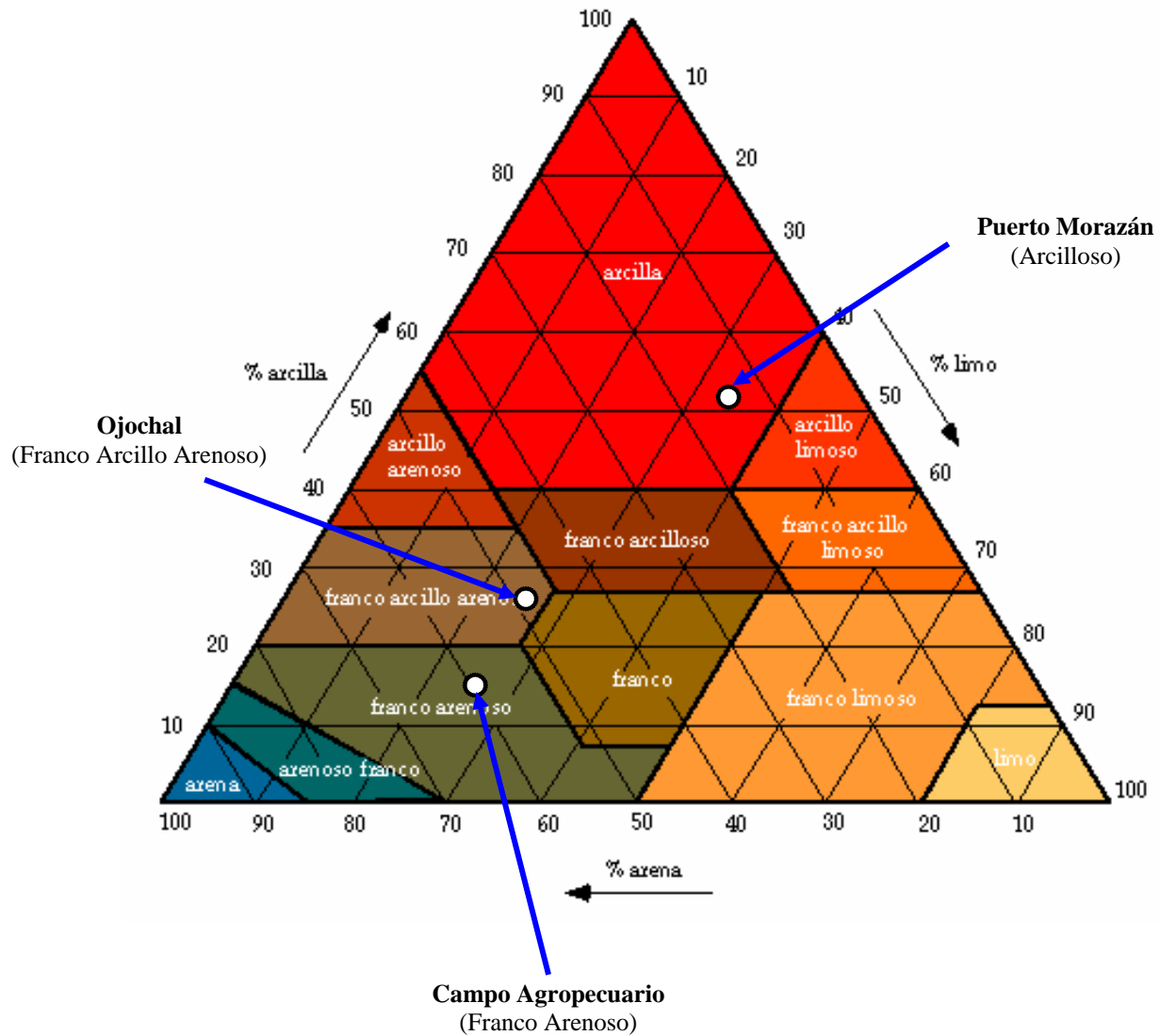


Figura No. 6. Ubicación de las tres muestras de suelo (Ojochal, Puerto Morazán y el Campo Agropecuario) en el triángulo textural.

VI.1.1.2. Densidad aparente

En las tablas 11, 12 y 13 se pueden observar los resultados de los análisis de densidad aparente, las que fueron calculadas a partir de las ecuaciones (7, 8 y 9) del acápite IV.6.2.2., realizados para cada una de las muestras de suelo procedente del Ojochal, Puerto Morazán y el Campo Agropecuario de la UNAN-León. A cada una de las muestras se les realizaron los análisis por triplicado, para posteriormente obtener su promedio y su desviación estándar.

Tabla No.11. Resultados del Análisis de Densidad Aparente en la Muestra de Suelo de Ojochal.

Repeticiones	Ps (g)	Pc (g)	Psm (g)	r (cm)	h (cm)	Vc (cm ³)	Da (g/cm ³)
1	210	81.5	128	2.50	5.00	98.1	1.30
2	179	83.4	95.6	2.50	5.00	98.1	0.970
3	186	83.5	102	2.50	5.00	98.1	1.04
Media: \bar{X}							1.10
Desviación Estándar: S							0.176

Tabla No.12. Resultados del Análisis de Densidad Aparente en la Muestra de Suelo de Puerto Morazán.

Repeticiones	Ps (g)	Pc (g)	Psm (g)	r (cm)	h (cm)	Vc (cm ³)	Da (g/cm ³)
1	179	83.4	95.6	2.50	5.00	98.1	0.970
2	183	81.5	101	2.50	5.00	98.1	1.03
3	188	81.5	106	2.50	5.00	98.1	1.08
Media: \bar{X}							1.03
Desviación Estándar: S							0.0551

Tabla No.13. Resultados del Análisis de Densidad Aparente en la Muestra de Suelo del Campo Agropecuario.

Repeticiones	Ps (g)	Pc (g)	Psm (g)	r (cm)	h (cm)	Vc (cm ³)	Da (g/cm ³)
1	188	84.4	103	2.50	5.00	98.1	1.05
2	184	81.5	102	2.50	5.00	98.1	1.04
3	175	81.5	93.5	2.50	5.00	98.1	0.95
Media: \bar{X}							1.01
Desviación Estándar: S							0.0551

Según la literatura consultada (USDA)^[1], los resultados obtenidos son aceptables, ya que fluctúan entre 1.0 – 1.7 g / cm³ en las típicas densidades aparentes del suelo, para la muestra del ojochal de clase franco-arcillo-arenoso, se obtuvo una densidad aparente de **1.10** g / cm³ este valor está por debajo del valor límite de densidad aparente ideal el cual es **< 1.40** g / cm³. para el caso de la muestra de Puerto Morazán (clase arcilloso) la densidad aparente encontrada es de **1.03** g / cm³, el cual está por debajo del valor límite reportado **< 1.10** g / cm³, y para la muestra del campo agropecuario (clase franco-arenoso) la densidad aparente obtenida experimentalmente es de **1.01** g / cm³ al igual que las dos anteriores se encontró que el valor encontrado es aceptable ya que está por debajo del valor ideal límite reportado **< 1.40** g / cm³.

Como se demostró anteriormente la densidad aparente en los suelos estudiados, están por debajo de los valores límites reportados según la clase textural de las muestras de suelos, estos resultados obtenidos de densidad aparente nos indican que no hay compactación del suelo, ni restricciones en el crecimiento de las raíces para las plantas.

En la tabla No.14 se muestran los valores ideales para las densidades aparentes según la clase textural del suelo.

Tabla 14. Relación general entre densidad aparente del suelo y crecimiento radicular, en base a la textura del suelo (USDA)^[1].

Textura del suelo	Densidades aparentes ideales (g/cm ³)	Densidades aparentes que pueden afectar el crecimiento radicales (g/cm ³)	Densidades aparentes que restringen el crecimiento radicular (g/cm ³)
Arena, areno-franco	< 1.60	1.69	>1.80
Franco-arenosa, Franco	< 1.40	1.63	>1.80
Franco-arcilla-arenoso, franco, franco- arcillosa	< 1.40	1.60	> 1.75
Limosa, franco-limosa	< 1.30	1.60	> 1.75
Franco-limosa, franco-arcillo- limosa	< 1.40	1.55	> 1.65
Arcillo-arenosa, arcillo-limosa, algunas franco-arcillosas (35-45% de arcilla)	< 1.10	1.39	> 1.58
Arcillosa (>45% de arcilla)	< 1.10	1.39	> 1.47

VI.1.2. Análisis Químico para la Muestra de Suelo

Con el propósito de medir ciertas características de los suelos y poder evaluar el manejo y sostenibilidad de los mismos a menudo se realizan análisis fisicoquímicos de muestras representativas del terreno de interés en particular. Unos de los índices fisicoquímicos de gran importancia para evaluar la calidad de los suelos son el pH y la conductividad eléctrica.

VI.1.2.1. Medición del pH

El pH del suelo se refiere a las reacciones de acidez o alcalinidad de un suelo, este afecta la disponibilidad de los nutrientes y la solubilidad de minerales del suelo, por esta razón es importante su determinación en los suelos.

A continuación se muestran los resultados de las mediciones de pH para cada una de las muestras estudiadas.

Tabla No.15. Resultados de la Medición de pH en la Muestra de Suelo de Ojochal.

N°de lecturas	Mediciones de pH		
	A	B	C
1	6.10	6.32	6.63
2	6.10	6.33	6.64
3	6.11	6.33	6.65
Media: \bar{X}	6.10	6.32	6.64
Media Global: \bar{X}			6.35
Desviación Estándar: S			0.272

Tabla No.16. Resultados de la Medición de pH en la Muestra de Suelo de Puerto Morazán.

N°de lecturas	Mediciones de pH		
	A	B	C
1	6.80	7.17	7.19
2	6.84	7.19	7.21
3	6.88	7.23	7.25
Media: \bar{X}	6.84	7.20	7.22
Media Global: \bar{X}			7.08
Desviación Estándar: S			0.213

Tabla No.17. Resultados de la Medición de pH en la Muestra de Suelo del Campo Agropecuario

N° de lecturas	Mediciones de pH		
	A	B	C
1	5.55	5.92	6.00
2	5.56	5.95	6.04
3	5.57	5.95	6.07
Media: \bar{X}	5.56	5.94	6.04
Media Global: \bar{X}			5.84
Desviación Estándar: S			0.253

Como se puede observar en las tablas 15, 16 y 17, los resultados obtenidos del pH de cada muestra de suelo, entran en los valores óptimos para el crecimiento de la mayoría de los cultivos que son de 5.5 – 7.5 y en el rango del pH de mayor

disponibilidad , para el caso de la mayor parte de los nutrientes incluyendo al Potasio, comprendido entre 6.0 – 7.0 según la USDA. ^[1]

En la muestra del Ojochal se obtuvo un valor de pH igual a 6.35, que es ligeramente ácido, en la muestra de Puerto Morazán se obtuvo un valor de pH igual a 7.08 que es neutro y en la muestra del campo agropecuario se obtuvo un valor de pH igual a 5.84 que es medianamente ácido. Estos resultados de pH obtenidos son indicadores que estos suelos objetos de nuestro estudio son adecuados para varios tipos de cultivos. (Ver en anexo figura y tablas).

VI.1.2.2. Medición de la Conductividad Eléctrica

La conductividad eléctrica es un indicador directo de la cantidad de sales presentes en el suelo. Los resultados de conductividad eléctrica de las muestras de Ojochal y Campo Agropecuario fueron emitidos en $\mu\text{S}/\text{cm}$ y en la muestra del Puerto Morazán fue en mS/cm . Estas unidades se convirtieron a dS/m que es la unidad en que se reporta la CE, de acuerdo con el Sistema Internacional de Unidades (SI) . A continuación se presentan estos resultados en las tablas 18, 19 y 20.

Tabla No.18. Medición de la Conductividad Eléctrica en la Muestra de Suelo de Ojochal.

Número de Lecturas	dS/m (Decisiemens por metro)		
	A	B	C
1	0.0409	0.0451	0.0424
2	0.0411	0.0454	0.0427
3	0.0413	0.0455	0.0428
Media \bar{X}	0.0411	0.0453	0.0426
Media Global: \bar{X}			0.0430
Desviación Estándar: S			2.12×10^{-3}

Tabla No.19. Medición de la Conductividad Eléctrica en la Muestra de Suelo de Puerto Morazán.

Número de Lecturas	dS/m (Decisiemens por metro)		
	A	B	C
1	5.84	5.80	5.91
2	5.84	5.80	5.92
3	5.84	5.81	5.92
Media \bar{X}	5.84	5.80	5.92
Media Global: \bar{X}			5.85
Desviación Estándar: S			6.11×10^{-2}

Tabla No.20. Medición de la Conductividad Eléctrica en la Muestra de Suelo del Campo Agropecuario.

Número de Lecturas	dS/m (Decisiemens por metro)		
	A	B	C
1	0.0443	0.0446	0.0440
2	0.0444	0.0446	0.0442
3	0.0444	0.0447	0.0444
Media \bar{X}	0.0444	0.0446	0.0442
Media Global: \bar{X}			0.0444
Desviación Estándar: S			2.08×10^{-4}

Como se puede observar los resultados obtenidos de la conductividad eléctrica en las muestras del Ojochal y del Campo agropecuario están comprendidos en el rango de 0 – 0.98 dS /m según la literatura consultada (USDA)^[1], estos se clasifican como suelos normales (no salinos), óptimos para el crecimiento de los cultivos en general, lo cual presentan un efecto casi despreciable en los cultivos. La muestra de Puerto Morazán se encuentra en el rango de 3.16 – 6.07 dS/m clasificándose como moderadamente salino, para los cuales sólo cultivos tolerantes rinden satisfactoriamente. Los valores obtenidos indican que existen una mayor cantidad de cationes y aniones en este suelo. (ver en anexo tabla)

VI.2. Condiciones de Trabajo del equipo de Espectrofotometro de Absorción Atomica por Emision para Potasio

Se selecciono las condiciones para determinar Potasio del equipo espectrofotométrico, entre los parámetros existentes, entre ellos tenemos longitudes de ondas, Ancho de la ranura, tiempo de lecturas, presión de tanque de gas. Se realizó el alineamiento del quemador del equipo con un estándar de Cu de concentración 4 ppm.

VI.3. Evaluación del desempeño del método espectrofotométrico de emisión atómica

VI.3.1. Evaluación de la Precisión

Para evaluar la precisión del método se utilizo un estándar de potasio de concentración 6 ppm, para lo cual se realizaron 15 réplicas de lecturas de emisión obteniendo los siguientes resultados.

Tabla No.21. Datos de la emisión del estándar de potasio 6 ppm.

No. de Réplicas	Emisión
1	173
2	173
3	167
4	167
5	165
6	163
7	165
8	161
9	163
10	162
11	161
12	160
13	161
14	159
15	157

La precisión fue evaluada como porcentaje de desviación estándar relativa (% RSD) la cual se calculó a partir de los datos que se muestran en la tabla anterior (Tabla No. 21). Los resultados obtenidos se pueden observar en la siguiente tabla.

Tabla No. 22. Resultados del % RSD

Parámetros	Valores
\bar{X}	163.8
S	4.66
% RSD	2.85

Como se puede observar el valor de % RSD obtenido es de 2.85 % por lo que podemos afirmar que existe buena precisión ya que para un método espectrofotómetro de absorción atómica el valor de % RSD debe ser menor del 5 %, entre más bajo sea el valor del % RSD mejor será la precisión.

VI.3.2. Estudio de la linealidad

VI.3.2.1. Linealidad de la curva de calibración normal (CCN)

Para evaluar la linealidad, se prepararon una serie de estándares en un rango de 1 ppm a 10 ppm. Se realizaron las lecturas espectrofotométricas correspondientes obteniéndose los siguientes valores de emisión.

Tabla No. 23. Resultados de los estándares de potasio

Concentración del estándar de potasio (ppm)	Emisión
1	43
2	84
3	111
4	139
5	168
6	189
7	213
8	243
9	267
10	290

A los resultados anteriores se les realizó un análisis de regresión lineal simple obteniéndose los siguientes resultados.

Tabla No. 24. Resultados del análisis de regresión lineal simple

Parámetros de regresión	CCN
Pendiente (b_1)	26.71
Intercepto (b_0)	27.80
Coefficiente R^2	0.9958
Var. Residual $(S_{x/y})^2$	30.57
$S(b_0)$	3.777
$S(b_1)$	0.6087

El valor del coeficiente de determinación obtenido es de 0.996 (99.6 %) lo cual indica una correlación relativamente alta entre la variable independiente (Concentración de los estándares) y la variable dependiente (Respuesta instrumental). Una linealidad ideal está indicada por un valor de coeficiente de determinación igual a la unidad (100%), como el valor de r^2 obtenido experimentalmente es cercano a la unidad se puede afirmar que existe una buena linealidad.

El gráfico obtenido para la curva de calibración normal se puede observar en el siguiente gráfico.

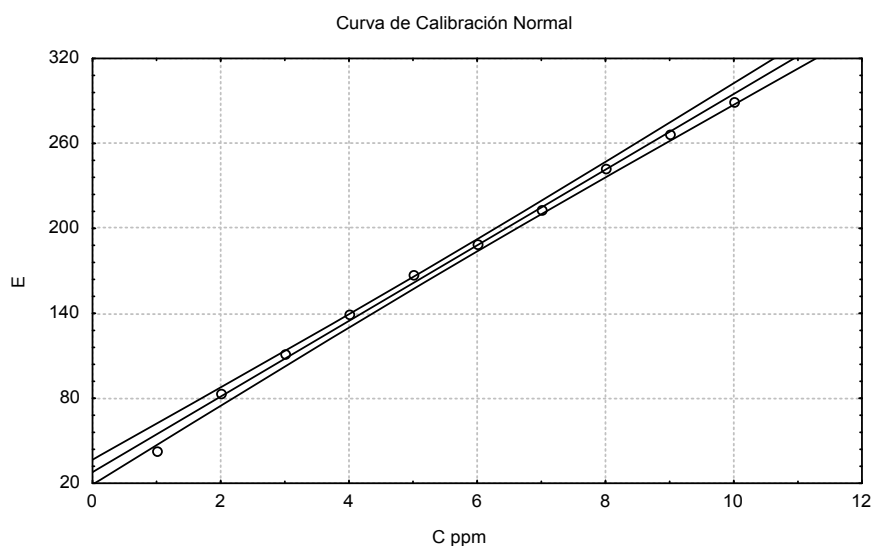


Grafico No. 1. Linealidad de la curva de calibración normal

VI.3.2.2. Linealidad de la curva de adición patrón (CAP)

Para evaluar la linealidad de la curva de adición patrón se realizaron 3 curvas, una para cada muestra de suelo procedentes de los tres lugares de muestreos diferentes, en la tabla número 25 se pueden apreciar los valores de emisión como función de las concentraciones de los estándares.

Tabla No.25. Datos de las Curvas de Adición Patrón con su respuesta en emisión.

Conc.(ppm)	(Ojochal)	(Puerto Morazán)	(Campo Agrop.)
0	68	171	83
4	159	259	166
6	187	304	211
7	212	340	237

A las tres curvas de adición patrón correspondiente a cada una de las tres muestras de diferentes procedencias se les aplicó un análisis de regresión lineal simple obteniéndose los siguientes resultados.

Tabla No.26. Resultados del análisis de regresión lineal simple de las Curvas de Adición Patrón de las muestras de suelos

Parámetro	(Ojochal)	(Puerto Morazán)	(Campo Agrop.)
b_0	70.54	168.64	81.6
b_1	20.23	23.49	21.8
Sb_0	6.20	6.54	2.93
Sb_1	1.23	1.30	0.58
r^2	0.9926	0.9939	0.9986

Como se puede observar los valores de los coeficiente de determinación obtenidos son de 0.993 (99.3 %), 0.994 (99.4 %) y 0.999 (99.9 %), los cuales indican una correlación relativamente alta entre la variable independiente (Concentración de los estándares) y la variable dependiente (Respuesta instrumental) en cada una de las tres curvas. Una linealidad ideal está indicada por un valor de coeficiente de determinación igual a la unidad (100%), como los valores de r^2 obtenidos experimentalmente están cercanos a la unidad se puede afirmar que existe una buena linealidad en las tres curvas.

Los gráficos obtenidos para cada una de las tres curvas se pueden observar a continuación.

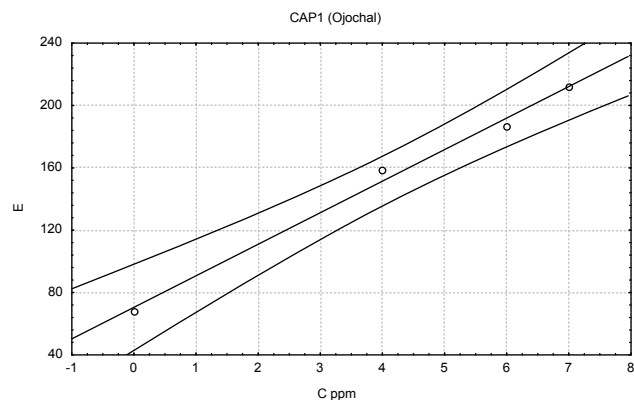


Grafico No.2. Linealidad de la curva de adición patrón (Muestra del Ojochal)

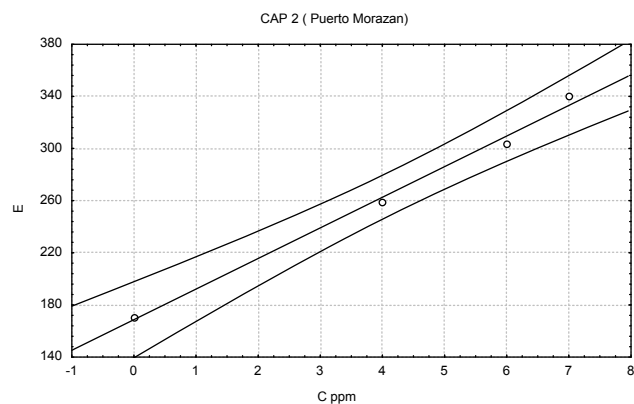


Grafico No.3. Linealidad de la curva de adición patrón (Muestra de Puerto Morazán)

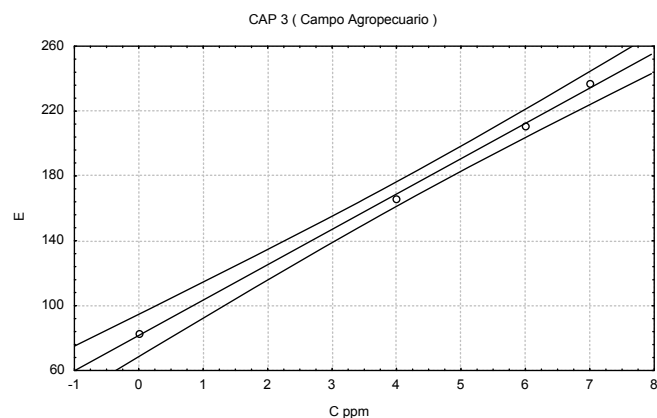


Grafico No. 4. Linealidad de la curva de adición patrón (Muestra del Campo Agropecuario)

VI.3.3. Límite de Detección y Límite de cuantificación

El límite de detección y el límite de cuantificación se determinaron a partir de una curva de calibración normal para lo cual se preparó una serie de estándares de potasio de concentraciones 2,3 y 4 ppm diluidas cercanas a la señal del blanco. El intervalo de concentraciones con sus respectivas respuestas en emisión se presenta en la tabla No.27.

Tabla No.27. Resultados de la curva de calibración normal para calcular límite de detección y limite de cuantificación.

Estándares de Potasio en ppm	Emisión
2	78
3	122
4	158

A estos datos se le realizó un análisis de regresión obteniéndose los siguientes valores:

Tabla No.28. Resultados del análisis de regresión de LC y LD

Parámetros	Valores
b_0	-0.67
b_1	40
Sb_0	7.18
r^2	0.9967

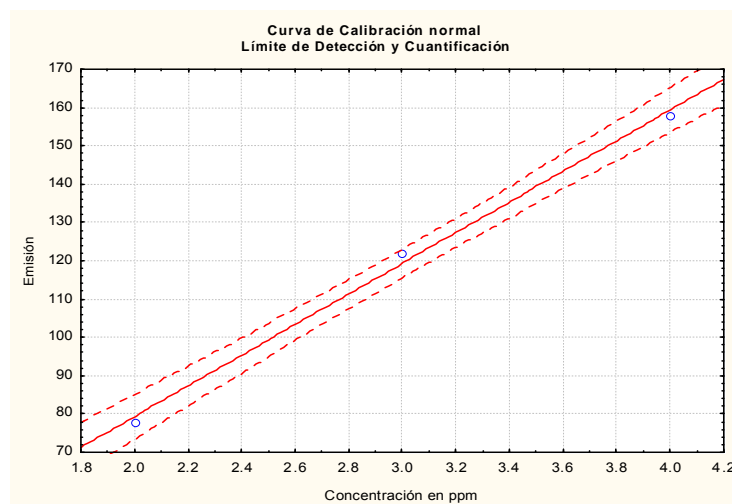


Gráfico No.5. Curva Normal de LC y LD

El valor del coeficiente de determinación (r^2) obtenido en la curva de LD fue de 0.9967, un valor cercano a la unidad, se afirma que existe buena linealidad, así como una poca dispersión de los puntos en la gráfica.

De acuerdo a las recomendaciones de la ISO e IUPAC ^[24] la señal de detección se define como:

$$SD = 3.29 * Sb_o \quad (16)$$

Utilizando la pendiente y el intercepto del modelo de regresión se obtiene:

Límite de detección.

$$LD = \frac{3.29 * Sb_o}{b_1} \quad (17)$$

Límite de cuantificación.

$$LC = \frac{10 * Sb_o}{b_1} \quad (18)$$

Sustituyendo los valores de Sb_o , y b_1 en las ecuaciones anteriores se obtuvieron los siguientes valores:

Tabla No.29. Resultados obtenidos para el LD y LC.

Parámetros	mg K / L
LD	0.590
LC	1.79

Estos valores de LD y LC están expresados en mg de K / L los cuales fueron convertidos en mg K_2O / 100 g, que es la unidad en que se expresan los resultados para los análisis de potasio en las muestras de suelos.

Tabla No.30. Resultados de Límite de Detección y Límite de Cuantificación expresados en mg de K_2O / 100g de suelo.

Parámetros	mg K_2O / 100g
LD	0.071
LC	0.22

Como se puede observar se obtuvieron valores para el LD y LC muy bajos, estos nos permite determinar y cuantificar cantidades muy pequeñas de potasio en el suelo.

VI.3.4. Efecto de matriz (Porcentaje de recuperación)

Con el fin de estudiar el efecto de matriz, se comparó la Curva de Adición Patrón realizada con cada muestra de suelo con respecto a la curva de calibración normal. A continuación se pueden observar los grafico obtenidos al superponer las curvas de adición patrón (CAP) de cada una de las tres diferentes muestras de suelos con la curva de calibración normal(CCN).

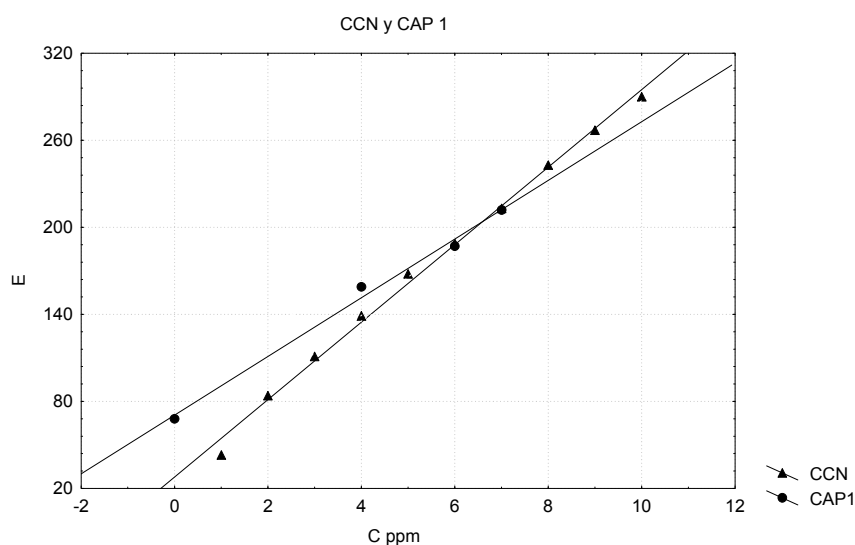


Gráfico No.6. CCN y CAP (Ojochal)

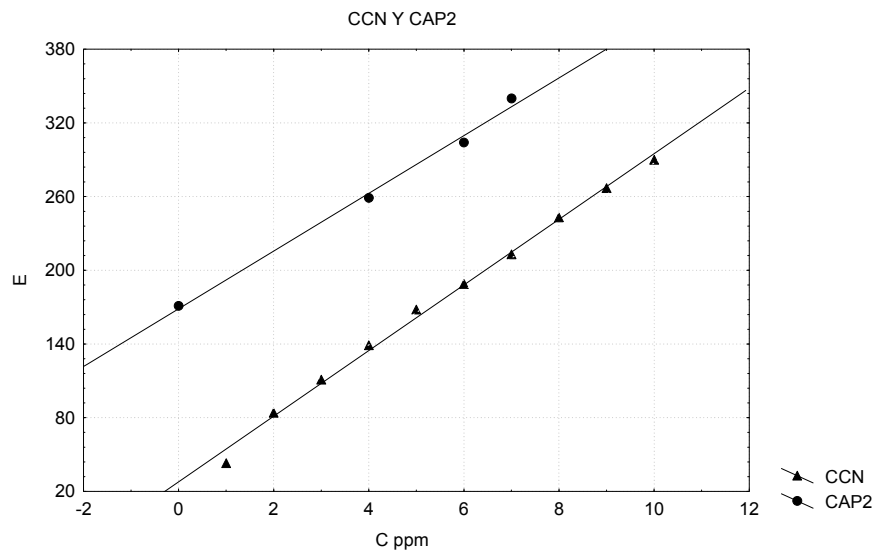


Gráfico No. 7. CCN y CAP (Puerto Morazán)

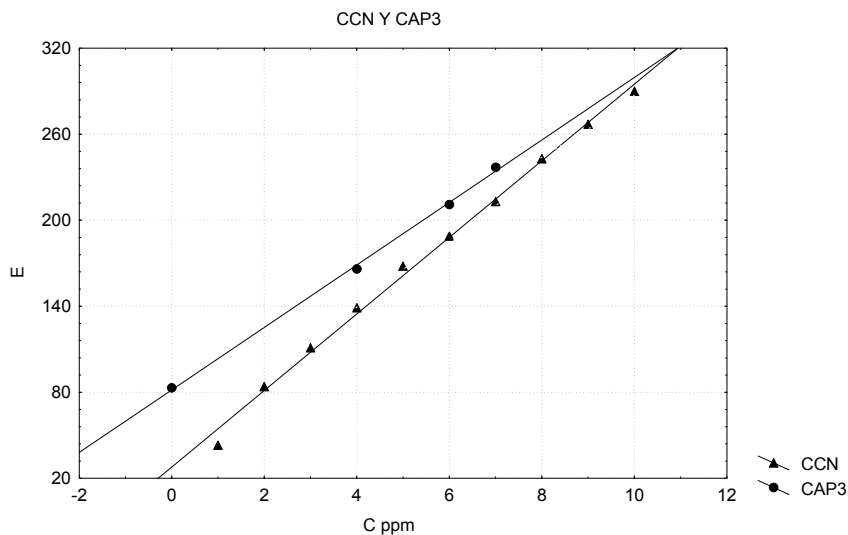


Gráfico No. 8. CCN y CAP (Campo Agropecuario)

Como se observa en el gráfico No. 6 y 8 las dos curvas se interceptan entre sí, aunque en el gráfico No. 7 no se observa que las curvas se intercepten en el rango de concentraciones estudiado sin embargo existe aparentemente una ligera diferencia entre las pendientes de ambas curvas, tal como se demuestra más adelante en la tabla No. 31, por lo que podemos afirmar que existe un efecto

depresor de la señal en las tres diferentes muestras de suelo (Ojochal, Puerto Morazán y Campo Agropecuario de la UNAN-León), es decir que los componentes de la matriz de las tres muestras de suelo ejercen una influencia negativa en la determinación de potasio en la misma provocando que la respuesta obtenida no sea la correcta por lo que para minimizar este efecto habrá que realizar los análisis de potasio por medio del método de adición patrón o adición estándar.

Tabla No.31. Resultados de regresión de comparación de las pendientes

	CAP1	CAP2	CAP3	CCN
b₁	20,2	23,5	21,8	26,7

Con el objetivo de confirmar el efecto de matriz encontrado a través del método gráfico también se calculó el porcentaje de recuperación el cual se calculó a partir de las pendientes de las curvas de adición patrón (CAP) y la obtenida con estándares puros (CCN). Los modelos de adición patrón son:

$$Y_{(Ojochal)} = 70.5 + 20.2X$$

$$Y_{(Pto.Morazán)} = 168.6 + 23.5X$$

$$Y_{(Camp.Agrop.)} = 81.6 + 21.8X$$

Y el modelo para la curva de calibración con estándares puros o calibración normal (CCN) es: $Y_{(CCN)} = 27.8 + 26.7X$ obtenidos de los resultados que se muestran en la tabla No. 32.

Para el cálculo del porcentaje de recuperación se utilizó la siguiente ecuación:

$$\% R = \frac{b_{1(CAP)}}{b_{1(CCN)}} * 100 \quad (19)$$

donde:

b_1 (CAP): Es la pendiente del modelo de regresión de la curva de calibración por adición patrón.

b_1 (CCN): Es la pendiente del modelo de regresión de la curva de calibración normal con estándares puros (calibración normal).

El resultado del porcentaje de recuperación (%R), se muestra en la siguiente tabla.

Tabla No.32. Porcentaje de recuperación e intervalos de confianza

Curvas	% R
CAP(Ojochal)	77.73
CAP (Pto. Morazán)	87.97
CAP (Camp. Agrop.)	81.62
CCN	

Como se puede observar se obtiene un porcentaje menor de 100 % por lo que podemos afirmar que existe un efecto de matriz y que además es un efecto depresor de la señal analítica, tal a como se habia demostrado con anterioridad.

VI.4. Estimación de la Incertidumbre

VI.4.1. Evaluación de la Incertidumbre en el cálculo de la concentración a partir de la curva de calibración normal

Con el propósito de estimar la incertidumbre asociada a la determinación de potasio en las muestras de suelo a partir del modelo de regresión lineal primeramente se procedió a encontrar el modelo matemático utilizado en el cálculo de la concentración de potasio en la muestra de suelo, a como se describe a continuación:

Para efectuar el cálculo de la concentración de Potasio utilizando el modelo de regresión lineal obtenido a partir de la curva de calibración normal se partió de la ecuación (19)

Modelo de Regresión Lineal

$$Y = b_o + b_1 * X \quad (19)$$

El modelo de regresión de la curva de calibración normal obtenido al graficar la respuesta instrumental (Emisión), en función de la concentración de estándares de potasio, estará dado por:

$$E_m = b_o + b_1 * C \quad (19)$$

Despejando C_x , tenemos:

$$C = \frac{E_m - b_o}{b_1} \quad (20)$$

Tomando en cuenta el efecto de dilución y los factores de conversión necesarios se obtiene el modelo matemático el cual se utilizará para encontrar la concentración de potasio (expresado como mg de K_2O / 100 g de suelo) en la muestra de suelo.

Modelo Matemático:

$$C = \frac{(E_m - b_o) * V_d * V_e * 0.1204}{b_1 * V_a * W_o} \quad (21)$$

Donde:

E_m : Emisión de la muestra

b_o : Intercepto

b_1 : Pendiente

V_d : Volumen de dilución de la muestra

V_e : Volumen de extracción

V_a : Volumen de alícuota

W_o : Peso de la muestra

0.1204: Factor de conversión de mg K/L a mg K_2O /100g suelo

Una vez encontrado el modelo matemático se aplicó a éste la ley de propagación de la incertidumbre, obteniéndose la siguiente ecuación la cual se utilizó para calcular la incertidumbre combinada.

Incetidumbre Combinada

$$U_C = \sqrt{\left(C_{E_m} U_{E_m}\right)^2 + \left(C_{b_0} U_{b_0}\right)^2 + \left(C_{b_1} U_{b_1}\right)^2 + 2\left(C_{b_0} C_{b_1} U_{b_0} U_{b_1} r_{b_0,b_1}\right) + \left(C_{V_d} U_{V_d}\right)^2 + \left(C_{V_a} U_{V_a}\right)^2 + \left(C_{V_e} U_{V_e}\right)^2 + \left(C_{W_o} U_{W_o}\right)^2} \quad (22)$$

Donde:

U_C : Es la incertidumbre combinada asociada a la detreminación de Potasio (K).

C_{Em} : Es el coeficiente de sensibilidad de la emisión de la muestra

U_{Em} : Es la incertidumbre de la emisión de la muestra

C_{b0} : Es el coeficiente de sensibilidad del intercepto

U_{b0} : Es la incertidumbre del intercepto

C_{b1} : Es el coeficiente de sensibilidad de la pendiente

U_{b1} : Es la incertidumbre de la pendiente

$r_{b0,b1}$: Es la covarianza de b_0 y b_1

C_{Vd} : Es el coeficiente de sensibilidad del volumen de dilución

U_{Vd} : Es la incertidumbre del volumen de dilución

C_{Va} : Es el coeficiente de sensibilidad de la alícuota

U_{Va} : Es la incertidumbre de la alícuota

C_{Ve} : Es el coeficiente de sensibilidad del volumen de extracción

U_{Ve} : Es la incertidumbre del volumen de extracción

C_{W_0} : Es el coeficiente de sensibilidad del peso de la muestra.

U_{W_0} : Es la incertidumbre del peso de la muestra

A continuación se calcularon los coeficientes de sensibilidad para cada uno de los componentes de la incertidumbre, los cuales se obtienen derivando parcialmente el modelo matemático (Ecuación 21) con respecto a cada uno de los componentes. Éstos se muestran a continuación:

Coeficientes de Sensibilidad

$$C_{E_m} = \left(\frac{\partial C}{\partial E_m} \right) = \frac{V_d * V_e * 0.1204}{b_1 * V_a * W_o} \quad (23)$$

$$C_{b_o} = \left(\frac{\partial C}{\partial b_o} \right) = - \frac{V_d * V_e * 0.1204}{b_1 * V_a * W_o} \quad (24)$$

$$C_{V_d} = \left(\frac{\partial C}{\partial V_d} \right) = \frac{(E_m - b_o) * V_e * 0.1204}{b_1 * V_a * W_o} \quad (25)$$

$$C_{V_e} = \left(\frac{\partial C}{\partial V_e} \right) = \frac{(E_m - b_o) * V_d * 0.1204}{b_1 * V_a * W_o} \quad (26)$$

$$C_{b_1} = \left(\frac{\partial C}{\partial b_1} \right) = \frac{(E_m - b_o) * V_d * V_e * 0.1204}{b_1^2 * V_a * W_o} \quad (27)$$

$$C_{V_a} = \left(\frac{\partial C}{\partial V_a} \right) = \frac{(E_m - b_o) * V_d * V_e * 0.1204}{b_1 * V_a^2 * W_o} \quad (28)$$

$$C_{W_o} = \left(\frac{\partial C}{\partial W_o} \right) = \frac{(E_m - b_o) * V_d * V_e * 0.1204}{b_1 * V_a * W_o^2} \quad (29)$$

Posteriormente se calcularon las incertidumbres para cada uno de las contribuciones de incertidumbre total asociada a la medición.

$$U_{Em} = \sqrt{\frac{S^2_{Em}}{n_{Em}}} \quad (30)$$

$$U_{bo} = S_{bo} \quad (31)$$

$$U_{vd} = \sqrt{\left(\frac{a}{\sqrt{6}}\right)^2 + \frac{Sa^2}{n_a} + \left(\frac{V_d * C_{ex} * \Delta t_c}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (32)$$

$$U_{ve} = \sqrt{\left(\frac{b}{\sqrt{6}}\right)^2} \quad (33)$$

$$U_{va} = \sqrt{\left(\frac{c}{\sqrt{6}}\right)^2 + \frac{Sc^2}{n}} \quad (34)$$

$$U_{b1} = Sb_1 \quad (35)$$

$$U_{wo} = \sqrt{\left(\frac{d}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{e}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2\frac{S_d^2}{K}} \quad (36)$$

Donde:

S_{Em} : Desviación estándar de la lectura de la emisión de la muestra.

n_m : Numero de replicas de la lectura de E_m .

S_{bo} : Desviación estándar del intercepto de la CCN.

S_a : Desviación estándar de repetibilidad de la calibración del balón.

a : Tolerancia del fabricante del balón de 50 ml aforado.

n_a : Número de réplicas de la calibración del balón de 50 ml.

V_d : Es el volumen de la capacidad del balón de 50 ml aforado.

C_{ex} : Coeficiente de expansión del agua.

Δt_c : Variación de la temperatura durante el proceso de calibración.

b : Tolerancia del fabricante del dispensador de 100 ml.

c : Tolerancia del fabricante de la micropipeta.

S_c : Desviación Estándar de la calibración de micropipeta.

S_{b1} : Desviación estándar de la pendiente de la curva de calibración normal

d : Resolución de la balanza.

S_d : Incertidumbre de calibración de la balanza

n : Numero de replicas de la calibración del volumétrico.

e : Incertidumbre del fabricante para la balanza.

Finalmente se calculó la incertidumbre combinada total asociada a la medición (ecuación 22), la cual se multiplicó por un factor de cobertura de $K = 2$ correspondiente al 95 % de nivel de confianza para obtener la incertidumbre expandida.

Incertidumbre Expandida

$$U_e = K * U_C \quad (38)$$

En la siguiente tabla se muestran los valores de cada parámetro para cada muestra que deben ser sustituidos en las ecuación anteriores para estimar la incertidumbre combinada y la incertidumbre expandida.

Tabla No.33. Valores de los parámetros para el cálculo de la incertidumbre combinada en las muestra

Parámetros	Muestras		
	Ojochal	Pto. Morazán	Campo Agrop.
E_m	169.6	188.8	180
b_o	27.8	27.8	27.8
b_1	26.71	26.71	26.71
V_d	50	50	50
V_a	5.0	5.0	5.0
V_e	100	100	100
W_o	5.0006	5.0004	5.0002
n_m	5	5	5
a	0.05	0.05	0.05
b	0.1	0.1	0.1
c	0.02	0.02	0.02
d	1×10^{-5}	1×10^{-5}	1×10^{-5}
e	1×10^{-5}	1×10^{-5}	1×10^{-5}
r	-0.08864	-0.08864	-0.08864
C_{ex}	2.1E-04	2.1E-04	2.1E-04
t_c	3	3	3
n	10	10	10
S_{Em}	1.14	1.92	3.32
S_{bo}	3.78	3.78	3.78
S_{b1}	0.6088	0.6088	0.6088
S_d	2.1E-04	2.1E-04	2.1E-04
S_a	0.044	0.044	0.044
S_c	0.029	0.029	0.029
K	2	2	2
Cte. Conversión mg K ₂ O/100 g Suelo	0.1204	0.1204	0.1204
C_{mK_2O}	127.822325	145.1355250	137.2081390

C_{Em}	0.901426834	0.901462888	0.901489450
C_{bo}	-0.901426834	-0.901462888	-0.901498945
C_{Vd}	2.55644650	2.90271050	2.74416279
C_{Ve}	1.27822325	1.45135525	1.37208139
C_{b1}	-4.78556065	-5.43375234	-5.13695767
C_{Va}	-25.5644650	-29.0271050	-27.4416279
C_{Wo}	-25.5613976	-29.0247830	-27.4405302
U_{Em}	0.509823498	0.858650103	1.48296028
U_{ve}	0.0166666666 $\sqrt{6}$	0.0166666666 $\sqrt{6}$	0.0166666666 $\sqrt{6}$
U_{Va}	0.0122787078	0.0122787078	0.0122787078
U_{b1}	0.6088	0.6088	0.6088
U_{Wo}	0.000210099183	0.000210099183	0.000210099183
U_{bo}	3.78	3.78	3.78
U_{Vd}	0.0306759949	0.0306759949	0.0306759949
U_C	4.31940370	4.61452740	4.62757666
U_e	8.63880741	9.22905480	9.25515333

Sustituyendo los valores de cada término en las ecuaciones anteriores obtenemos el valor de la incertidumbre combinada total (U_{c_x}). Luego sustituyendo este valor de la incertidumbre combinada en la ecuación para estimar la incertidumbre expandida (38) obtenemos la incertidumbre expandida, por ejemplo para la muestra del Ojochal:

$$U_e = \kappa * U_c$$

$$U_e = 2(4.31940370)$$

$$U_e = 8.63880741$$

De igual manera introducimos los parámetros correspondientes para cada muestra de suelo mostrados en la tabla No. 33, en las ecuaciones anteriormente indicadas y obtenemos los siguientes resultados.

Tabla No. 34. Resultados de los análisis de potasio en muestras de suelos con sus incertidumbres expandidas obtenidos a partir de la curva de calibración normal.

Tipo de Muestra	Procedencia	Resultados	Incertidumbre Expandida (K=2)	Unidades
Suelo	Ojochal	127.8	8.6	mg K ₂ O/100 g
Suelo	Puerto Morazán	145.1	9.2	mg K ₂ O/100 g
Suelo	Campo Agropecuario de la UNAN-León	137.2	9.3	mg K ₂ O/100 g

VI.4.2. Estimación de la Incertidumbre en el cálculo de la concentración a partir de la curva de adición patrón en las muestras de suelos

Con el objetivo de estimar la incertidumbre asociada a la determinación de potasio en muestras de suelo se utilizan una curva de adición patrón, en primer lugar se procedió a encontrar el modelo matemático y posteriormente se siguió como se indica a continuación:

El modelo matemático se encontró utilizando el intercepto y la pendiente de la curva de adición patrón y tomando en cuenta los efectos de dilución y los factores de conversión necesarios para expresar el resultado en mg de K₂O / 100 g de suelo.

Modelo matemático

$$C = \frac{b_0 * V_d * V_e * 0.1204}{b_1 * V_a * W_o} \quad (39)$$

Donde:

C: es la concentración de la muestra

b₀: es el intercepto de la curva de adición patrón

b_1 : es la pendiente de la curva de adición patrón

V_d : Volumen de dilución

V_a : Es alícuota tomada

V_e : Volumen de extracción

W_0 : Es el peso de la muestra

0.1204: Factor de conversión de mg K/L a mg K_2O /100g suelo

Aplicando la ley de propagación de la incertidumbre al modelo matemático se obtiene la siguiente ecuación, la cual es utilizada para calcular la incertidumbre total combinada.

Incertidumbre Combinada

$$U_c = \frac{\sqrt{(C_{b_o} U_{b_o})^2 + (C_{b_1} U_{b_1})^2 + 2(C_{b_o} C_{b_1} U_{b_o} U_{b_1} r_{b_o, b_1}) + \sqrt{(C_{V_d} U_{V_d})^2 + (C_{V_a} U_{V_a})^2 + (C_{V_e} U_{V_e})^2 + (C_{W_o} U_{W_o})^2}}}{(40)}$$

Donde:

U_c : Es la incertidumbre combinada asociada a la determinación de Potasio.

C_{b_o} : Es el coeficiente de sensibilidad del intercepto

U_{b_o} : Es la incertidumbre del intercepto

C_{b_1} : Es el coeficiente de sensibilidad de la pendiente

U_{b_1} : Es la incertidumbre de la pendiente

r_{b_o, b_1} : Es la covarianza de b_0 y b_1

C_{V_d} : Es el coeficiente de sensibilidad del volumen de dilución

U_{V_d} : Es la incertidumbre del volumen de dilución

C_{V_a} : Es el coeficiente de sensibilidad de la alícuota

U_{V_a} : Es la incertidumbre de la alícuota

C_{V_e} : Es el coeficiente de sensibilidad del volumen de extracción

U_{V_e} : Es la incertidumbre del volumen de extracción

C_{W_o} : Es el coeficiente de sensibilidad del peso de la muestra.

U_{W_o} : Es la incertidumbre del peso de la muestra

A continuación se calcularon los coeficientes de sensibilidad derivando parcialmente el modelo matemático (Ecuación 39) con respecto a cada término, éstos se muestran a continuación.

$$Cb_o = \frac{\partial C}{\partial b_o} = \frac{V_d * V_e * 0.1204}{b_1 * V_a * W_o} \quad (41)$$

$$CV_d = \frac{\partial C}{\partial V_d} = \frac{b_o * V_e * 0.1204}{b_1 * V_a * W_o} \quad (42)$$

$$CV_e = \frac{\partial C}{\partial V_e} = \frac{b_o * V_d * 0.1204}{b_1 * V_a * W_o} \quad (43)$$

$$Cb_1 = \frac{\partial C}{\partial b_1} = \frac{b_o * V_d * V_e * 0.1204}{b_1^2 * V_a * W_o} \quad (44)$$

$$CV_a = \frac{\partial C}{\partial V_a} = \frac{b_o * V_d * V_e * 0.1204}{b_1 * V_a^2 * W_o} \quad (45)$$

$$CW_o = \frac{\partial C}{\partial W_o} = \frac{b_o * V_d * V_e * 0.1204}{b_1 * V_a * W_o^2} \quad (46)$$

Posteriormente se calcularon las contribuciones de cada uno de los componentes de la incertidumbre sin importar su importancia en la incertidumbre final.

$$U_{b_o} = S_{b_o} \quad (47)$$

$$U_{V_d} = \sqrt{\left(\frac{a}{\sqrt{6}}\right)^2 + \frac{S_a^2}{n_a} + \left(\frac{V_d * C_{ex} * \Delta t_c}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (48)$$

$$U_{V_e} = \sqrt{\left(\frac{b}{\sqrt{6}}\right)^2 + \frac{S_c^2}{n}} \quad (49)$$

$$U_{V_a} = \sqrt{\left(\frac{b}{\sqrt{6}}\right)^2 + \frac{S_c^2}{n}} \quad (50)$$

$$U_{b_1} = S_{b_1} \quad (51)$$

$$U_{w_o} = \sqrt{\left(\frac{d}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{e}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2\frac{S_d^2}{K}} \quad (52)$$

Donde:

S_{Em} : Desviación estándar de la lectura de la emisión de la muestra.

n_m : Numero de replicas de la lectura de E_m .

S_{b_o} : Desviación estándar del intercepto de la CCN.

S_a : Desviación estándar de repetibilidad de la calibración del balón.

a : Tolerancia del fabricante del balón de 50 ml aforado.

n_a : Número de réplicas de la calibración del balón de 50 ml.

V_d : Es el volumen de la capacidad del balón de 50 ml aforado.

C_{ex} : Coeficiente de expansión del agua.

Δt_c : Variación de la temperatura durante el proceso de calibración.

b : Tolerancia del fabricante del dispensador de 100 ml.

c : Tolerancia del fabricante de la micropipeta.

S_c : Desviación Estándar de la calibración de micropipeta.

S_{b_1} : Desviación estándar de la pendiente de la curva de calibración normal

d : Resolución de la balanza.

S_d : Incertidumbre de calibración de la balanza

n : Numero de replicas de la calibración del volumétrico.

e : Incertidumbre del fabricante para la balanza.

Finalmente la incertidumbre expandida es estimada al multiplicar la incertidumbre total combinada por un factor de cobertura K , el cual toma un valor de 2 para el 95 % de nivel de confianza.

$$U_e = K * U_c \quad (53)$$

En la siguiente tabla se muestran los valores de cada parámetro para cada muestra que deben ser sustituidos en las ecuaciones anteriores para estimar la incertidumbre combinada y la incertidumbre expandida.

Tabla No.35. Parámetros utilizados en la determinación de la incertidumbre asociada a la determinación de potasio por medio de la curva de adición patrón.

Parámetros	Muestras		
	Ojochal	Pto. Morazán	Campo Agrop.
b_o	67.53	108.97	81.6
b_1	20.29	21.24	21.8
V_d	50	50	50
V_a	5	5	5
V_e	20	20	20
W_o	1.0005	1.0005	1.0005
n_m	5	5	5
a	0.05	0.05	0.05
b	0.1	0.1	0.1
c	0.02	0.02	0.02
d	0.00001	0.00001	0.00001
e	0.00001	0.00001	0.00001
r	-0.151298	-0.151298	-0.151298
C_{ex}	2.1E-04	2.1E-04	2.1E-04
t_c	3	3	3
n	10	10	10
S_{b_o}	1.3873	2.324	2.93384
S_{b_1}	0.2761	0.4624	0.5384
S_d	2.1E-04	2.1E-04	2.1E-04
S_a	0.044	0.044	0.044
S_c	0.029	0.029	0.029
K	2	2	2
Cte. Conversión mg K ₂ O/100 g Suelo	0.1204	0.1204	0.1204
C_m K ₂ O	80.1039795	123.478637	90.0892672
C_{b_o}	1.18619842	1.13314340	1.10403513
C_{V_d}	1.60207959	2.46957274	1.80178534
C_{V_e}	4.00519897	6.17393186	4.50446336
C_{b_1}	-3.94795364	-5.81349552	-4.13253519
C_{V_a}	-16.0207959	-24.6957274	-18.0178534

C_{Wo}	-80.0639475	-123.416928	-90.0442451
U_{ve}	0.0418421637	0.0418421637	0.0418421637
U_{va}	0.0418421637	0.0418421637	0.0418421637
U_{b1}	0.2761	0.4624	0.5838
U_{Wo}	210099183×10^{-4}	210099183×10^{-4}	210099183×10^{-4}
U_{bo}	1.3873	2.3240	2.9338
U_{Vd}	306759949×10^{-2}	306759949×10^{-2}	306759949×10^{-2}
U_c	2.21791347	4.17661748	4.39146205
U_e	4.43582694	8.35323497	8.78292411

Los valores que se muestran a continuación en la tabla No. 36 fueron obtenidos utilizando las ecuaciones desde la 39 hasta la 43 y los datos mostrados en la tabla No. 35.

Tabla No. 36. Resultados de los análisis de potasio en muestras de suelos con sus incertidumbres expandidas obtenidos a partir de la curva de Adición Patrón.

Tipo de Muestra	Procedencia	Resultados	Incertidumbre Expandida (K=2)	Unidades
Suelo	Ojochal	80.10	4.4	mg K ₂ O/100 g
Suelo	Puerto Morazán	123.5	8.4	mg K ₂ O/100 g
Suelo	Campo Agropecuario de la UNAN-León	90.08	8.7	mg K ₂ O/100 g

VI.5. Análisis de los resultados obtenidos en las muestras de suelos por medio de la curva de calibración normal (CCN) y por medio de la curva de adición patrón (CAP).

A continuación se muestran los resultados obtenidos por medio de la curva de calibración normal y por medio de la curva de adición patrón.

Tabla No. 37. Resultados de los análisis de potasio en las muestras de suelo

Procedencia de las muestras de Suelos	Resultados		Unidades
	Curva de Calibración Normal	Curva de Adición Patrón	
Ojochal	127.8 ± 8.6	80.1 ± 4.4	mg K ₂ O/100 g
Puerto Morazán	145.1 ± 9.2	123.4 ± 8.4	mg K ₂ O/100 g
Campo Agropecuario	137.2 ± 9.3	90.1 ± 8.7	mg K ₂ O/100 g

Como se puede observar los resultados obtenidos por medio de la curva de adición patrón son menores en comparación con los resultados obtenidos por medio de la curva de calibración normal, ésto es debido a que existe un efecto depresor de la respuesta analítica debido a los componentes presentes en las diferentes muestras de suelo, dicho efecto se demostró con anterioridad en el acápite VI.3.4, lo cual se viene a confirmar con los resultados obtenidos.

Por otro lado la precisión de los resultados obtenida de las dos maneras (usando la CCN y usando la CAP) son buenas ya que se obtienen errores menores del 10% de la concentración.

Los resultados del contenido de potasio encontrados en las muestras de suelos dependen de las condiciones de manejo de los suelos, tales como abonos que contienen potasio (Químicos y Orgánicos) o del tipo de cultivo de años anteriores, ya que según el tipo de cultivo unos tienen mayor requerimiento de potasio que otros.

Según los resultados obtenidos de potasio se puede sembrar cualquier tipo de cultivo en estos suelos, sin que sea necesario usar abonos que contengan potasio, sin embargo es necesario seleccionar el tipo de cultivo según los valores de pH y Conductividad eléctrica encontrados en estos suelos.

VII. CONCLUSIONES

Se lograron caracterizar las muestras de suelos procedentes del Ojochal, Puerto Morazán y del Campo Agropecuario encontrándose las siguientes clases texturales: Franco Arcillo Arenoso, Arcilloso y Franco Arenoso.

Las densidades aparentes encontradas para el Ojochal, Puerto Morazán y el Campo Agropecuario se ubicaron por debajo de los límites normales establecidos en la USDA los cuales nos indican que no hay compactación del suelo, ni restricciones en el crecimiento de las raíces para las plantas.

Los resultados de pH obtenidos en las muestra de suelo se encuentran dentro de los valores óptimos para el crecimiento de la mayoría de los cultivos y en el rango del pH de mayor disponibilidad para la mayoría de los nutrientes según la **USDA** ^[1]

Los resultados obtenidos de la conductividad eléctrica de las muestras del Ojochal y del Campo agropecuario, lo clasifican como suelos normales (no salinos), óptimos para el crecimiento de los cultivos en general. La muestra de Puerto Morazán se clasifica como moderadamente salino, para los cuales sólo cultivos tolerantes rinden satisfactoriamente. Los valores obtenido indica que existen una mayor cantidad de cationes y aniones en este suelo.

El método presentó buena precisión, la cual fue calculada como % RSD obteniéndose un valor de 2.85 % menor del 5 %.

También presentó una linealidad aceptable, está se verificó por medio de los valores de coeficiente de determinación r^2 los cuales fueron cercanos a la unidad, para la Curva de Calibración Normal y para las Curvas de Adicion Patron de las tres muestras respectivamente,

Los valores obtenidos de Límite de Detección y Límite de Cuantificación en base a los resultados son aceptables, estos nos permitió determinar y cuantificar cantidades muy pequeñas de potasio en el suelo.

Con respecto al efecto de matriz en las tres muestras de suelo (El Ojochal, Puerto Morazán y el Campo Agropecuario), se encontró que existe un efecto depresor de la señal, demostrándose a partir de las pendientes, gráficos y % R.

Finalmente podemos concluir diciendo que en la aplicación del método para la determinación de potasio en las muestras de suelo, se efectuó por medio de la curva de calibración normal y por medio de la curva de adición patrón, así como también se estimó la incertidumbre expandida asociada a estas determinaciones.

VIII. RECOMENDACIONES

- Realizar un estudio riguroso de la repetibilidad del método
- Evaluar la robustez del método.
- Realizar un estudio de la repetibilidad de las curvas de calibración normal.
- Estimar la incertidumbre expandida utilizando los grados de libertad efectivos.
- Elaborar un diagrama de pareto para evaluar la importancia de cada uno de los componentes de la incertidumbre.

IX. BIBLIOGRAFÍA

1. Departamento de Agricultura de los Estados Unidos de Norteamérica (USDA). Guía para la Evaluación de la Calidad y Salud del Suelo. Agosto 1999.
2. BIPM, IEC, IFCC, IUPAC, OIML, (1995) Guide to the expression of Uncertainty in Measurement (GUM), ISO, Ginebra.
3. Potasio en Suelo. <http://www.tgm.com.ar/revistas/revistas/30/fundamentos.htm>
4. Estudios Realizados en Nicaragua Referente al Potasio. Trinchera [en línea] 2005 Mayo 3 [fecha de acceso: 29 de febrero de 2008]. Managua, Nicaragua. Disponible en:
http://www.trinchera.com.ni/archivo/2005/mayo/mayo_03/nacionales.html
5. Estudios Realizados en Nicaragua Referente al Potasio. La Prensa [en línea] 2001 Agosto 10 [fecha de acceso: 08 de febrero de 2008]. Managua, Nicaragua. Disponible en:
<http://www.laprensa.com.ni/archivo/2001/agosto/10/economia/economia-20010810-05.html>
6. Estudios Realizados en Nicaragua Referente al Potasio. Nexo Revista Científica [en línea] 2006 Enero [fecha de acceso: 10 de Febrero de 2008]. Disponible en :
<http://www.uni.edu.ni/Nexo/pdf/19013641.pdf>
7. Familia de la Tabla Periódica. Metales Alcalinos. [fecha de acceso: 01 de Agosto de 2008] Disponible en:
<http://www.uam.es/docencia/elementos/spV21/sinmarcos/elementos/familias.html#ai>
8. Tabla Periódica. Metales Alcalinos. Propiedades Químicas del Potasio. Monografía.com. [fecha de acceso: 01 de Agosto de 2008]. Disponible en :
<http://www.monografias.com/trabajos12/taper/taper.shtml>

9. Hans W Fassbender. Elemer Bornemisza. Química de Suelos con énfasis en suelos de América Latina. Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura (IICA). San José, Costa Rica. 1987.
10. José Luis Fuentes Yagüe. Manual Práctico sobre utilización de suelo y fertilizantes. Coedición Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación. Edición Mundi-Prensa. Reimpresión, 1999.
11. Importancia del Potasio en el Suelo. Northert Latin America.[fecha de acceso: 06 de Septiembre de 2006]. Disponible en:
[http://www.ppi-ppic.org/ppiweb/mexnca.nsf/\\$webindex/9EC7575DCDE53D4786256AB100208547?opendocument&navigator=home+page](http://www.ppi-ppic.org/ppiweb/mexnca.nsf/$webindex/9EC7575DCDE53D4786256AB100208547?opendocument&navigator=home+page)
12. Apuntes de Espectrofotometría. Florencio de la Torre. [fecha de acceso: 10 de Octubre de 2006]. Disponible en:
http://www.udg.es/degata/fonaments_quimics/espectro_apt.es.pdf
13. D.A. Skoog. Fundamentos de química analítica. 4ª ed. Ed. Reverté. 1996.
14. Gary D. Christian. Química Analítica. 2ª ed. Ed. Limusa. México. 1981.
15. Análisis Químico de Suelos. M.L. Jackson. Ed. Revolucionaria Instituto del libro Habana Cuba 1970.
16. Análisis de Suelos. infoAgro.com. [fecha de acceso: 09 de Octubre de 2005].Disponible en :
http://www.infoagro.com/abonos/analisis_suelos.htm
17. López Ritas Julio. Químico-Farmacéutico, Dir. Laboratorio Agrinca, Ex Jefe Laboratorio de Suelos del Servicio Shell para el Agricultor Químico Agrícola por la Universidad de Murcia, Dir. Adjunto Laboratorio Agrinca. España. 1989.
18. García Ocampo Álvaro. Agr. pH. D. "PROGRAMA DE SUELOS". Instituto Colombiano Agropecuario. Apartado 233 Palmira. Colombia. 1989.
19. Edward J. Plaster. La Ciencia del Suelo y su Manejo. Editorial Paraninfo. 2000.
20. El Análisis de Suelos, plantas y aguas para riegos. Instituto Colombiano Agropecuario (ICA), Subgerencia de Investigación y Transferencia, División

- Disciplinas Agrícolas Programa Nacional de Suelos. Manual de Asistencia Técnicas N° 47 Bogotá, Colombia 1989.
21. Política de Selección y Validación de métodos de ensayo. 06A – GEL -016. Oficina de Acreditación. Guatemala, C.A. OGA. Guatemala. 29 de Enero de 2007.
 22. Chacón S. Jorge. “Curso Teórico-Práctico en Aspectos Técnicos del Control de Calidad Interno del Laboratorio de Análisis Químico”. Managua, Nicaragua. 1999.
 23. Danilo A. Fuentes. Validación del Método de Acido Ascórbico en formula para Lactantes por Polarografía Diferencial de Impulsos. Nicaragua. 2005.
 24. ISO – IUPAC, Limits of Detection: Nomenclature Harmonization Meeting, P.-Th. Wilrich (ISO), M. Parkany, Chairman (IUPAC), L.A. Currie, rapporteur (IUPAC), Washington, DC (July 1993); E. Hartmanm, Fresenius' Z. Anal. Chem 335 (1989) 954.

X. Glosario

Alfalfa: Es un miembro de la familia de las leguminosas, nombre común Lucerne, nombre científico *Medicago sativa*, dado a una planta forrajera llamada también mielga.

Aluviales: También conocido como fluvial, ubicados a lo largo de la hoya hidrográfica, su agente formador es el río, posee una textura heterogénea, una forma mas o menos esférica y su disposición tiende a la imbricación.

Anabaena cilíndrica: Algas marinas verde-azul.

Anfíboles: Son inosilicatos de cadenas dobles.

Antagonismo: Interferencia o inhibición del crecimiento de un organismo por otro mediante la creación de condiciones desfavorables. Incluye el antagonismo iónico que es la inhibición de los efectos de iones individuales por iones presentes.

Arcilla: (Filosilicato) suelo o roca sedimentaria, plástica y tenaz cuando se humedece. Se endurece permanentemente cuando se cuece o calcina.

Azaleas: son arbustos de flor.

Bacteria: (del griego, *bakteria*, 'bastón'), nombre que reciben los organismos unicelulares y microscópicos, que carecen de núcleo diferenciado y se reproducen por división celular sencilla.

Biogeoquímica (*biogeochemistry*) Estudio de transformaciones químicas de interés geoquímico, realizadas por procesos microbianos.

Calibración: establecer la función matemática para que las magnitudes que lee el instrumento se expresen en las unidades de la magnitud objetivo y cumplir con la Incertidumbre apropiada para cumplir con la del método.

Célula fotoeléctrica: También llamada **célula**, **fotocélula** o **celda fotovoltaica**, es un dispositivo electrónico que permite transformar la energía luminosa (fotones)

en energía eléctrica (electrones) mediante el efecto fotoeléctrico. Se compone, en esencia, de un ánodo y un cátodo recubierto de un material fotosensible.

Ciclos biogeoquímicos: Procesos naturales que reciclan nutrientes en varias formas químicas desde el ambiente abiótico (sin vida) a los organismos vivos y de regreso al ambiente acuático.

Ciclosilicatos: donde 3, 4 o 6 tetraedros se unen para formar un anillo (v.g.: turmalina).

Citoplasma: región celular situada entre la membrana plasmática y el núcleo, con los órganos celulares que contiene.

Cloroplasto: orgánulo de las células vegetales en el que tiene lugar la fotosíntesis.

Coenzima: Compuesto orgánico que desempeña un papel esencial en una reacción catalizada por una enzima o un sistema de enzimas, sin que sea consumido durante el proceso.

Coloide: Partículas muy pequeñas (algunas micras) (de sustancias diversas que permanecen suspendidas en el agua en función de la tensión superficial de ésta, de su viscosidad, y de la carga eléctrica de las partículas).

Coluviales: Material que se forma al pie de un cerro, su textura es heterogénea, sus formas son angulosas y subangulosas y su disposición es anárquica

Complejo Arcillo- Húmico: se puede definir como el conjunto de elementos orgánicos transformados del suelo (humus) y minerales que forman el suelo. Es como una gran esponja que retiene el agua y los elementos nutritivos, para ir liberándolos a medida que la planta los va necesitando.

Criptógamo: Grupo taxonómico constituido por las plantas desprovistas de flores.

Criterio de aceptación: Valor o intervalo de una especificación o propiedad que define como apta.

Déficit: Lo que falta para alcanzar el nivel adecuado.

Deficitario: Que tiene déficit.

Deflación: Eliminación de material suelto por el viento.

Detritívoros: Que comen detritos, es decir, restos dejados por los organismos vivos. Los detritívoros que, como los hongos y las bacterias, descomponen la materia orgánica se suelen llamar también degradadores.

Detritos: Desechos, residuos, restos de materia orgánica que resultan de la producción o de la descomposición de los organismos.

Edafología: Ciencia que estudia las características de los suelos, su formación y su evolución (edafogénesis), sus propiedades físicas, morfológicas, químicas y mineralógicas y su distribución.

Edáfico: Ciencia que trata de la naturaleza y condición del suelo, en su relación con las plantas.

Efecto fotoeléctrico: consiste en la emisión de electrones por un material cuando se le ilumina con radiación electromagnética (luz visible o ultravioleta, en general). Los electrones liberados por un lado de la célula, el fotocátodo, se mueve hacia el otro polo, el ánodo bajo la influencia de un campo eléctrico.

Ensayo: operación técnica que consiste en la determinación de una o más características de un determinado producto, material, equipo, organismo, fenómeno, proceso o servicio de acuerdo con un procedimiento o método especificado.

Enzima: (*enzyme*) Catalizador, generalmente compuesto de proteína, que induce reacciones o grupos de reacciones específicas.

Eólicos: Material producido por la acción del viento, su forma es homogénea y su disposición es masiva.

Espectrometría de Absorción Atómica: Método analítico que determina cuantitativamente los elementos aprovechando la absorción por resonancia de una línea espectral del mismo elemento a determinar.

Espectrometría: Medida de las longitudes de onda de las líneas o bandas de un espectro para su posible asignación.

Espectrómetro: Espectroscopio dispuesto para poder medir directamente la longitud de onda, bien por medio de una escala superpuesta o por una rotación del prisma.

Espectroscopia: Ciencia dedicada al estudio de las radiaciones electromagnéticas y su relación con la naturaleza de los átomos y las moléculas.

Feldespatos: (Tectosilicato) grupo extenso de minerales compuesto por aluminosilicatos de potasio, sodio, calcio o, a veces, bario. Ortoclasa (KAlSi_3O_8), Plagioclasa $(\text{Ca, Na})\text{AlSi}_3\text{O}_8$.

Filosilicatos: los tetraedros conforman una malla plana de arreglo hexagonal (v.g.: micas y arcillas).

Fluctuar: vacilar o dudar en la resolución de algo.

Fotosíntesis: Es la producción de carbohidratos por la combinación de CO_2 y H_2O , en los cloroplastos, catalizada por la luz, con la liberación de O_2 .

Glúcidos: a menudo llamados carbohidratos o azúcares, se hallan ampliamente distribuidos tanto en los tejidos animales como en los vegetales.

Glucógeno: Almidón animal. Polisacárido soluble formado por numerosas moléculas soluble formado por numerosas moléculas de glucosa.

Glucólisis: Una serie de reacciones que preceden la respiración aeróbica o anaeróbica, en la que la glucosa es oxidada a ácido pirúvico.

Glucosa: Molécula carbohidrogenada que en cadenas ordenadas forma celulosa y en asociación amorfa almidón. Ésta ($C_6H_{12}O_6$) es una hexosa (monosacárido de seis átomos de carbono) y además es un aldehído (contiene un grupo $-CHO$) .

Heterogéneo: adj. Compuesto de partes de diversa naturaleza.

Homogéneo: adj. Pertenece a un mismo género. Dícese del compuesto cuyos elementos son de igual naturaleza.

Hornblenda: Es la edenita, un anfíbol claro aluminico que se puede confundir bastante fácilmente con la tremolita. $(Ca,Na,K)_{2-3} (Mg,Fe,Al)_5 (Si,Al)_8 O_{22}(OH)_2$.

Humus: (del latín humus= tierra, suelo) se refiere a la parte orgánica del suelo y de sedimentos subácueos, y también correspondería a la categoría de materia orgánica disuelta en el agua y muy estable.

Illita: $(KAl_2O_3 \cdot 4SiO_3 \cdot H_2O)$ Término amplio, que describe uno de los grupos más corrientes de minerales de la arcilla, formadas por la alteración de micas, feldspatos, etc. En condiciones alcalinas.

Impermeable: Que tiene la propiedad de restringir el pasaje de sustancias.

Incertidumbre de medida: parámetro asociado al resultado de una medida que caracteriza el intervalo en que podría encontrarse el valor con probabilidad definida.

Inosilicatos: formados por cadenas de longitud indefinida de tetraedros (v.g.: piroxenos y anfíboles).

Langbeinita: compuesta principalmente de sulfato de potasio (K_2SO_4) y sulfato de magnesio (Mg_2SO_4), contiene aproximadamente 23% de K_2O . Por su abundancia en el contenido de Potasio, preciso para los fertilizantes. $[SO_4 K_2 \cdot 2SO_4 Mg]$.

Limite de detección: menor contenido que se puede medir con una certeza determinada.

Lípido: cada uno de los compuestos orgánicos que resultan de la esterificación de alcoholes, como la glicerina y el colesterol, con ácidos grasos.

Lixiviación: Es el proceso de lavado del suelo por la filtración del agua.

Marisma: área de tierras bajas, mal drenadas y sujetas a un proceso de colmatación que se encuentra cerca de la costa, generalmente en torno a la desembocadura de un río.

Metabolismo: La suma de todas las reacciones químicas que ocurren en una célula, incluyen tanto las de síntesis, como las de degradación.

Meteorización: es el proceso de desintegración física y química de los materiales sólidos en o cerca de la superficie de la tierra.

Método: procedimiento normalizado de trabajo concerniente al ensayo que aplica incertidumbre de la medida: parámetro asociado al resultado de una medición o ensayo, que caracteriza la dispersión de los valores que podrán ser atribuidos al resultado.

Micas: (Filosilicato) son silicatos complejos de aluminio cuyo color varía con arreglo a su composición.

Moscovita: $(K,Na)Al_2(Si_3Al)O_{10}(OH)_2$ también llamada mica blanca o mica común, que contiene potasio y aluminio, es transparente en capas delgadas y traslúcidas en bloques más gruesos; su color puede ser amarillo, pardo, verde o rojo claros.

Necrosis: Es la muerte patológica de un conjunto de células o de cualquier tejido del organismo, provocada por un agente nocivo que ha provocado una lesión tan grave que no se puede reparar o curar como por ejemplo el aporte insuficiente de sangre al tejido o isquemia, un traumatismo, la exposición a la radiación ionizante, por la acción de sustancias químicas o tóxicos, por una infección, o por el desarrollo de una enfermedad autoinmune o de otro tipo. Una vez que se ha producido y desarrollado la necrosis, es irreversible.

Nesosilicatos: con grupos tetraédricos aislados unidos a otros similares con un catión distinto del silicio (v.g.: olivino).

Nutrientes: Sustancias requeridas por los organismos para el crecimiento normal y la actividad.

Optimización: operación destinada ajustar los parámetros de operación para que logre las especificaciones requeridas o máximas.

Organismo: ser vivo (célula o conjunto de células) que está capacitado para realizar individualmente intercambios de materia y energía con el medio ambiente, y para formar réplicas de sí mismo.

Potasa: El término "potasa" designaba originalmente al carbonato de potasio obtenido lixiviando cenizas de madera, pero ahora se aplica a diversos compuestos de potasio.

Presión Osmótica: La presión necesaria para detener totalmente el movimiento.

Prótido: proteína.

Roca madre: Roca sólida e intacta que forma el horizonte R, también D, de un suelo.

Silvita: Min. Silvina: contiene principalmente de KCl, con una concentración aproximada de 63% de K_2O . Contiene potasio, halita, solar de uyuni.

Sorosilicatos: dos tetraedros unidos por un vértice formando un grupo $[Si_2O_6]^{2-}$ relacionados entre sí con cationes distintos al silicio (v.g.: epidoto).

Suelo: Sostén de la vida vegetal y animal, es el cuerpo natural que se forma a partir de los componentes de la corteza terrestre (las sustancias minerales). Es el sustrato natural donde viven las plantas terrestres.

Tartratos: La palabra tartratos es un nombre genérico que se refiere a diversas sales y ésteres del ácido tartárico.

Tectosilicatos: donde los tetraedros conforman una malla compleja con presencia de aluminio en lugar de silicio en algunos de los tetraedros dando lugar a la presencia de cationes diversos (Na^+ , Ca^{2+} , K^+) incluidos en el edificio cristalino (v.g.: feldespatos y cuarzo).

Trazabilidad del resultado: propiedad del resultado de una medición o de un patrón tal que pueda relacionarse con referencias determinadas, generalmente a patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena interrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas.

Turba: material orgánico compacto, de color pardo oscuro y muy rico en carbono, que se forma como resultado de la putrefacción y carbonización.

Turgencia: Estado celular en que la membrana celular se pone tensa, rígida, por aumento de volumen de la vacuola y del protoplasma durante la absorción de agua.

Vacuola: orgánulo celular en forma de vesícula que almacena sustancias para diversas funciones celulares.

Vertisoles (del latín **verto**: verter): suelos pesados y arcillosos de clima subhúmedo a árido pero siempre con un período húmedo que satura el suelo. Las temperaturas varían de cálidas a templadas y son capaces de provocar evaporación. La vegetación natural es de pastos y hierbas anuales con formaciones xerófilas, adaptadas al período de sequía. Son suelos difíciles de trabajar ya que cuando se humedecen se expanden y en períodos secos se endurecen y agrietan. Esto provoca restricciones al uso agrícola debido a la contracción y la expansión. Constituye buenas áreas pastoriles ya que tienen mediano a alto contenido de nutrientes.

Xilema: En las plantas vasculares es el tejido conductor de agua y sales minerales. En varias plantas el xilema está compuesto por vasos, traqueidas, fibras y parenquima.

ANEXO

CLASIFICACIÓN DE LOS SUELOS SEGÚN EL VALOR DEL pH (U.S.D.A)	
< 4,5	Extremadamente ácido
4,5 - 5,5	Fuertemente ácido
5,6 - 6,0	Medianamente ácido
6,1 - 6,5	Ligeramente ácido
6,6 - 7,3	Neutro
7,4 - 7,8	Medianamente básico
7,9 - 8,4	Básico
8,5 - 9,0	Ligeramente alcalino
9,1 - 10	Alcalino
> 10	Fuertemente alcalino

pH del suelo, rangos de las clases de pH (Adaptado del National Soil Survey Manual. 1993)

RANGOS ADECUADOS DE pH PARA CULTIVOS SELECCIONADOS USDA (Whittaker et al., 1959).							
	4.5	5.0	5.5	6.0	6.5	7.0	7.5
Algodón				■	■		
Azalea	■	■	■				
Cebada				■	■	■	
Cebolla					■	■	
Lechuga					■	■	
Maíz				■	■	■	
Papa		■	■				
Pepino				■	■	■	
Tomate				■	■	■	
Trigo				■	■	■	
Zanahoria				■	■	■	



CLASE DE SALINIDAD	CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA (dS/m a 25 °C) USDA
NO SALINO	0 – 0.98 dS /m
MUY LIGERAMENTE SALINO	0.98 – 1.71 dS /m
LIGERAMENTE SALINO	1.71 – 3.16 dS /m
MODERADAMENTE SALINO	3.16 – 6.07 dS /m
FUERTEMENTE SALINO	> 6.07 dS /m

Adaptado de: Soil Survey Staff (1993); y Smith y Doran (1996).