

Comparación de métodos analíticos utilizados en el análisis de suelos

René Nivardo Barbosa-García¹, José Alberto De la Fé-Isaac^{1*}, Himilsis Bandera-Carbonell¹, Yeline Corrales-Vila¹, Rosa Elvira Isaac-Zaldívar²

1. Instituto de Investigaciones de la Caña de Azúcar (INICA)

Carretera a CUJAE, km 1½, Boyeros. La Habana, Cuba.

2. Centro Universitario Municipal de Palma Soriano,

Calle Martí, esq. Céspedes, Palma Soriano. Santiago de Cuba, Cuba.

* josedelafeisaac@gmail.com

RESUMEN

Este trabajo se realizó con el objetivo de comparar los métodos de determinación de pH, fósforo y potasio asimilables utilizados por el Instituto de Investigaciones de la Caña de Azúcar (INICA) con sus correspondientes en la Norma Cubana, mediante análisis de correlación y comparación de medias. Se analizaron un total de 413 muestras de suelo y se le determinó el pH a 368 muestras y los contenidos de fósforo y potasio asimilables al resto. La determinación de pH por el método de la norma NC 2001:2015 fue más rápida que por el método del INICA. La determinación de fósforo por el método del INICA consumió menos muestra y solución extractiva y desarrolló un color más estable en el tiempo. A pesar de esto, el análisis estadístico indicó que hay una fuerte correlación entre los métodos comparados ($r = 0.9996$, $r = 0.9960$ y $r = 0.9987$ para pH, fósforo y potasio, respectivamente); además, no existieron diferencias estadísticamente significativas entre las medias de dichos procedimientos.

Palabras clave: correlación, fósforo, norma cubana, pH, potasio.

ABSTRACT

This work was carried out with the objective of comparing the assimilable pH, Phosphorus and Potassium determination methods used by INICA with their corresponding ones in the Cuban Standard through correlation and mean comparison analysis. A total of 413 soil samples were analyzed, determining pH to 368 samples and assimilable Phosphorus and Potassium content to the rest. pH determination by the method of norm NC 2001:2015 was faster than method from INICA. Phosphorus determination by the method of INICA intake less sample and extracting solution, and developed a more stable color in time. Moreover, statistical analysis reveal that there is a strong correlation among the compared methods ($r = 0.9996$, $r = 0.9960$ and $r = 0.9987$ for pH, Phosphorus and Potassium respectively), besides there were not significant statistical differences between the mean values of compared procedures.

Key words: correlation, phosphorus, Cuban Standard, pH, potassium.

INTRODUCCIÓN

La fertilización es un componente fundamental del cultivo agrícola, pues mediante esta práctica se provee de nutrientes a las plantas cuando el suelo no es capaz de suministrarlos en la cantidad y tiempo apropiados, durante su ciclo de crecimiento y desarrollo (1).

Como resultado del progreso científico-técnico alcanzado por el Instituto de Investigaciones de la Caña de Azúcar (INICA), en las investigaciones sobre el uso y manejo de los fertilizantes minerales y, en función de los requerimientos económicos y ambientales del sector agroindustrial azucarero

se desarrolló e implementó el Servicio de Recomendaciones y Enmiendas (SERFE), en el año 1997 (1). Para determinar la cantidad de fertilizantes a recomendar es necesario conocer la concentración de nutrimentos existente en el suelo. En el caso del SERFE, las principales determinaciones realizadas son el pH del suelo y los contenidos de fósforo y potasio asimilables.

La determinación del valor de pH aporta información básica para conocer el potencial agrícola del suelo, estimar la disponibilidad de nutrientes esenciales y la toxicidad de otros elementos; además, permite predecir los cationes dominantes en los coloides del suelo (2). El fósforo promueve el desarrollo radical, aumenta la resistencia del vegetal a enfermedades y activa el desarrollo inicial del cultivo; a su vez, es uno de los nutrientes más limitados (3) y su insuficiencia está relacionada con el bajo contenido en el suelo (4). Por su parte, el potasio influye en el metabolismo del nitrógeno, la época de maduración, la formación de carbohidratos y el movimiento de compuestos orgánicos en las plantas (5).

Contar con métodos más apropiados para estas determinaciones permitirá a los laboratorios del INICA lograr una mejor recomendación sobre los fertilizantes; de ahí que el objetivo de este estudio sea comparar los métodos para la determinación de pH, fósforo y potasio asimilables, utilizados por el SERFE con sus correspondientes en las normas cubanas vigentes, para identificar los más adecuados en suelos cultivados con caña de azúcar.

MATERIALES Y MÉTODOS

El trabajo se desarrolló en el Laboratorio Regional de Análisis Químicos de Suelo, Agua y Tejido Vegetal del Instituto de Investigaciones de la Caña de Azúcar (INICA), de Santiago de Cuba, en el mes de noviembre de 2020. Se analizaron un total de 413 muestras de suelo que se encontraban custodiadas en el almacén de muestras del laboratorio: 117 pertenecientes al SERFE y 296 a la Base Experimental con que se cuenta en las provincias de Holguín, Las Tunas, Granma, Santiago de Cuba y Guantánamo. Para la validación de la determinación de pH se analizaron 368 muestras de suelo, mientras que para las concentraciones de fósforo y potasio asimilables, 45. Todas las muestras de suelo fueron secadas al aire, molidas, tamizadas por tamiz de 1 mm y trasvasadas en recipientes con tapa hermética, antes de ser almacenadas en el laboratorio.

Determinación de pH

Método del INICA (pH_inica)

Se realizó de acuerdo con el Manual de Procedimientos Metodológicos de los Laboratorios de Análisis de Suelo, Agua y Tejido Vegetal del INICA (6). A 10 g de suelo se le añadieron 25 ml de cloruro de potasio 1 mol. L⁻¹, se agitó en un agitador rotatorio (IKA, Alemania) a 250 rpm por 1 min y se dejó reposar por 2 h, luego se realizó la lectura en un pH-metro digital (P Selecta, España).

Método normalizado (pH_NC)

Se realizó de acuerdo con la NC 2001:2015 (Calidad del suelo - Determinación de pH) de la Oficina Nacional de Normalización (7). A 5 ml de la muestra de laboratorio se le añadieron 25 ml de cloruro de potasio 1 mol. L⁻¹, se agitó en un agitador rotatorio (IKA, Alemania) a 250 rpm por 5 min y se dejó reposar por 2 h, luego se realizó la lectura en un pH-metro digital (P Selecta, España).

Determinación de fósforo y potasio

Método del INICA (P_inica, K_inica)

Las mediciones de fósforo y potasio asimilables fueron realizadas por el método de Oniani, según el Manual de Procedimientos Metodológicos de los Laboratorios de Análisis de Suelo, Agua y Tejido Vegetal del INICA (6).

Solución colorante

Esta solución está compuesta por varios reactivos:

- Ácido sulfúrico 1.25 mol. L⁻¹: Diluir 70 ml de ácido sulfúrico ($\rho = 1.84$ g/ml) en 400 ml de agua destilada, enrazar a 500 ml.
- Molibdato de amonio: Disolver 20 g de molibdato de amonio en agua destilada, enrazar a 500 ml. Guardar en frasco ámbar.
- Tartrato de antimonio y potasio: Disolver 0.2728 g de tartrato de antimonio y potasio en agua destilada, enrazar a 100 ml.
- Ácido ascórbico 0.05 mol. L⁻¹: Disolver 1.76 g de ácido ascórbico en agua destilada, enrazar a 100 ml. Esta solución se preparó en cantidad suficiente para ser utilizada de inmediato.

Mezcla de reactivos

- Mezclar 50 ml de H₂SO₄ 1.25 mol. L⁻¹, 15 ml de solución de molibdato de amonio, 30 ml de ácido ascórbico 0.05 mol. L⁻¹ y 5 ml de solución de tartrato de antimonio y potasio. Preparar una mezcla de reactivos fresca el mismo día que se use.

Procedimiento

A 2.00 g de suelo se le añadieron 50 ml de la solución extractiva (H₂SO₄ 0.05 mol. L⁻¹) e, inmediatamente, se agitaron por tres min en un agitador rotatorio (IKA, Alemania) a 250 rpm, luego se filtró la muestra. El contenido de fósforo se determinó en una alícuota de 10 ml, a la cual se le adicionaron 25 ml de agua destilada y 8 ml de la mezcla de reactivos, se enrazó a 50 ml y se homogeneizó. Las lecturas de absorbancia se realizaron a 880 nm luego de 10 min y se utilizó como patrón KH₂PO₄. La coloración no variará durante las 12 h siguientes. El potasio se determinó directamente del filtrado con el fotómetro de llama (Sherwood, UK), se utilizó como patrón KCl.

Método normalizado (P_NC, K_NC)

Las mediciones de fósforo y potasio asimilables fueron realizadas por el método de Oniani de acuerdo con la NC 52:1999 (Calidad del suelo - Determinación de las formas móviles de fósforo y potasio) de la Oficina Nacional de Normalización (8).

Solución colorante

Reactivo A: Esta solución está compuesta por varios reactivos:

- Diluir 70 ml de ácido sulfúrico ($\rho = 1.84$ g/ml) en 400 ml de agua destilada, enrazar a 500 ml.
- Disolver 6.00 g de molibdato de amonio en 200 ml de agua destilada.
- Disolver 0.145 g de tartrato de antimonio y potasio en agua destilada, enrazar a 100 ml.

Luego de enfriar estas soluciones se preparó el Reactivo A, al mezclar las tres soluciones anteriores, se llevó a 1 000 ml con agua destilada y se agitó.

Reactivo B: Esta solución se preparó en cantidad suficiente para ser utilizada de inmediato.

- Disolver 0.887 g de ácido ascórbico en 168 ml de Reactivo A y llevar a 1 L con agua destilada.

Procedimiento

A 4.00 g de suelo se le añadieron 100 ml de la solución extractiva (H₂SO₄ 0.05 mol. L⁻¹) e, inmediatamente, se agitaron por tres min en un agitador rotatorio (IKA, Alemania) a 250 rpm, luego se filtró la muestra. El contenido de fósforo se determinó en una alícuota de 5 ml, a la cual se le adicionaron 45 ml de la solución colorante (reactivo B). Las lecturas de absorbancia se realizaron a 620 nm, luego de 10 min y se utilizó como patrón KH₂PO₄. La coloración no variará durante las dos y media horas siguientes. El potasio se determinó directamente del filtrado con el fotómetro de llama (Sherwood, UK), se utilizó como patrón KCl.

A los resultados de cada par de determinaciones se le realizaron Análisis de regresión lineal simple y pruebas t de Student para comparación de medias, con ayuda del programa estadístico STATISTICA v.8, para estudiar la relación entre los métodos.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se obtuvieron los estadígrafos básicos, a partir del análisis exploratorio de las mediciones obtenidas. Los resultados determinados por los métodos referidos en las normas cubanas y por los métodos del INICA presentaron valores similares. La tabla 1 presenta el resumen estadístico de los datos obtenidos.

Tabla 1. Estadísticos básicos para los métodos analíticos evaluados

Método	N	Media	SD	Min.	Ma.x	CV	SE
pH_inica	368	6.25	1.01	4.11	7.68	16.22	0.05
pH_NC	368	6.27	1.01	4.12	7.67	16.13	0.05
K_inica	45	22.30	17.89	6.05	108.03	80.22	2.67
K_NC	45	21.87	17.54	6.01	106.09	80.20	2.62
P_inica	45	9.14	12.03	0.57	63.41	131.58	1.79
P_NC	45	9.07	11.74	0.62	65.50	129.45	1.75

SD = desviación estándar, CV = coeficiente de variación, SE = error estándar.

El análisis estadístico indicó que hay una fuerte correlación entre los métodos referidos en las normas cubanas y los métodos del INICA. La figura 1 muestra la relación entre las determinaciones de pH, según la NC 2001:2015 y el método del INICA y se observa un $r = 0.9996$ para un nivel de confianza del 99 %. Las figuras 2 y 3 muestran las relaciones entre las determinaciones de fósforo y potasio, según la NC 52:1999 y el método del INICA, y se observan altos coeficientes de correlación ($r = 0.9960$ y $r = 0.9987$ para fósforo y potasio respectivamente), para un nivel de confianza del 99 %.

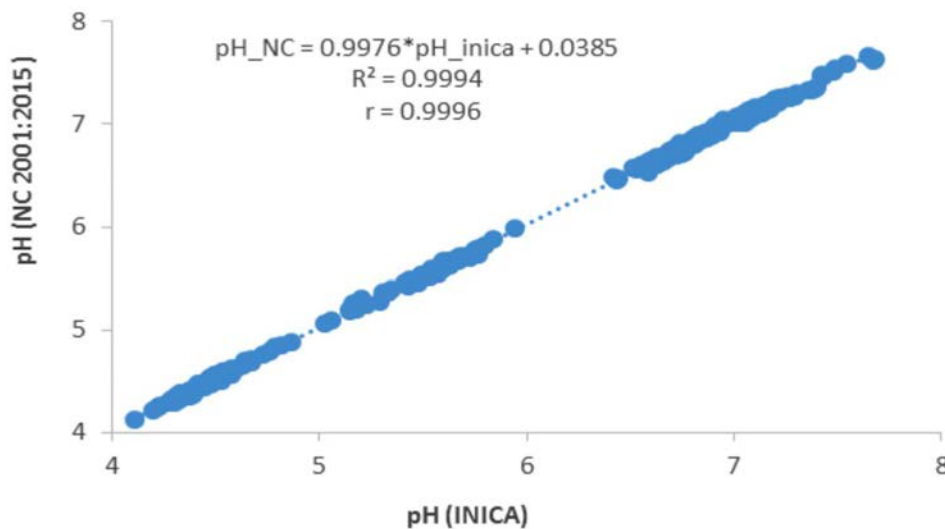


Figura 1. Relación entre las determinaciones de pH (método INICA y NC 2001:2015).

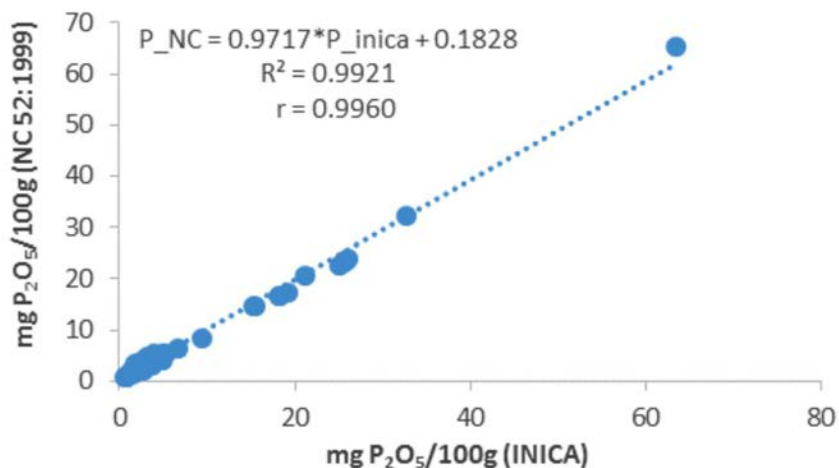


Figura 2. Relación entre los contenidos de P obtenidos (método INICA y NC 52:1999).

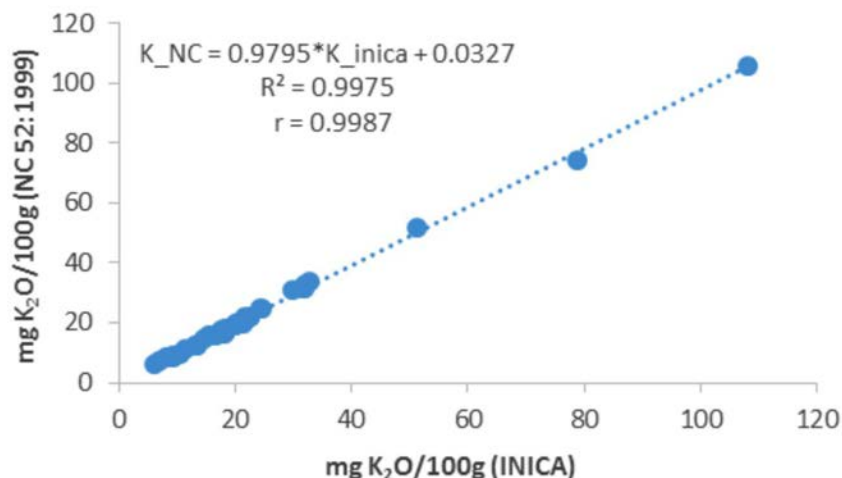


Figura 3. Relación entre los contenidos de K obtenidos (método INICA y NC 52:1999).

Se realizó una prueba de comparación de medias para determinar las diferencias entre ellas en cada par de métodos. La tabla 2 muestra estos resultados.

Tabla 2. Comparación de medias entre los métodos de determinación de pH, P y K del INICA y los correspondientes en la Norma Cubana (NC 2001:2015 = pH y NC 52:1999 = P y K) (Prueba t para muestras independientes)

pH	Valor	P	Valor	K	Valor
n	368	n	45	n	45
Media (pH_INICA)	6.24	Media (P_INICA)	9.14	Media (K_INICA)	22.29
Media (pH_NC)	6.27	Media (P_NC)	9.06	Media (K_NC)	21.87
t-valor	-0.318	t-valor	0.030	t-valor	0.113
gl	734	gl	88	gl	88
p	≥ 0.05	p	≥ 0.05	p	≥ 0.05
SD (pH_INICA)	1.01	SD (P_INICA)	12.03	SD (K_INICA)	17.88
SD (pH_NC)	1.01	SD (P_NC)	11.73	SD (K_NC)	17.54
F-ratio	1.000	F-ratio	1.05	F-ratio	1.040
p	≥ 0.05	p	≥ 0.05	p	≥ 0.05

n = número de muestras, gl = grados de libertad, SD = desviación estándar.

Para cada par de métodos comparados se observó que el p – valor, tanto de la prueba t para la comparación de medias y la prueba – F para la comparación de la varianza de los dos métodos, fue superior a 0.05, lo cual indica que no existen diferencias estadísticamente significativas entre las

medias ni las desviaciones estándar de ambos procedimientos, para un nivel de confianza del 95 %. Estos resultados demuestran que se puede determinar el pH y los contenidos de fósforo y potasio asimilables, indistintamente, con el uso del método del INICA utilizado en el laboratorio o por el método referido en las normas cubanas (NC 2001:2015 = pH y NC 52:1999 = P y K).

En la determinación de pH podemos notar que en el método del INICA necesita un menor tiempo en la agitación de las muestras, pero el método de la NC 2001:2015 es más ágil al tomar un volumen de la muestra, ya que es más rápido que las mediciones de masa. En el caso de las determinaciones de potasio asimilable no hay diferencias en la realización del ensayo. La determinación de fósforo asimilable por el método del INICA muestra algunas características que le favorecen, al compararlo con el método de la NC 52:1999. Aunque en ambos métodos el consumo de reactivos para desarrollar el color es similar (tabla 3) se consumen la mitad de la masa de la muestra y la mitad de la solución de H_2SO_4 0.05 mol. L^{-1} ; además, el color desarrollado para efectuar la lectura de absorbancia es más estable en el tiempo.

Tabla 3. Cantidad de reactivos por muestra, utilizados para desarrollar color en la determinación de fósforo asimilable, por los métodos descritos en el Manual del INICA y en la NC 52:1999

Reactivos	P_INICA	P_NC
Ácido sulfúrico	0.56 mL	0.53 mL
Molibdato de amonio	0.048 g	0.045 g
Tartrato de antimonio y potasio	0.001 g	0.001 g
Ácido ascórbico	0.042 g	0.040 g

Este estudio abre el camino a la validación de todos los métodos químicos utilizados por la red de laboratorios del INICA, no solo los utilizados por el SERFE, que es imprescindible antes de aspirar a la acreditación de dicha red.

CONCLUSIONES

1. Se realizó la comparación de los métodos para la determinación de pH, fósforo y potasio asimilables utilizados por el SERFE, con los correspondientes métodos de las normas cubanas.
2. No existen diferencias significativas entre los resultados obtenidos por cada par de métodos comparados. Existe una alta correlación lineal entre ellos.
3. La determinación de pH por el método de la NC 2001:2015 es más rápida que por el método del INICA, se recomienda su utilización por parte del Instituto.
4. La determinación de fósforo por el método del INICA consume menos muestra, menos solución extractiva y desarrolla un color más estable en el tiempo.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. INICA. *Manual de Procedimientos del Servicio de Fertilizantes y Enmiendas (SERFE)*. 2^{da} Ed. 41 pp. 2014.
2. Kloster, N. S.; Azcarate M. P.; Babinec F. J.; Bono A. *Comparación de técnicas de medición del pH del suelo: pH en pasta de saturación y en relación suelo: agua 1:2,5*. En: XXI Congreso Argentino de la Ciencia del Suelo. Potrero de los Funes, Argentina. 13 - 16/5/2008. 2008. Disponible en: https://inta.gob.ar/sites/default/files/inta_comparacion_de_tecnicas_de_medicion_del_ph_del_suelo_-_kloster_et_al_2008.pdf

3. Oltra, M.A. *Diagnóstico nutricional de la alcachofa mediante análisis foliar*. [Tesis para optar al grado de Doctor en Ciencias experimentales y biosanitarias, Sección Suelos y nutrición vegetal]. Universidad de Alicante, Facultad de Ciencias, Alicante, España. 231 pp. 2016.
4. Echeverri, J. *Dinámica del fósforo en suelo – planta en regiones tropicales*. [Tesis en opción al título de Magister en Ciencias]. Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Colombia. 113 pp. 2018.
5. Pascual – Córdova G.; Obrador J.J.; Carrillo E.; García E.; Sánchez S.; Guerrero A.; Ortiz C.F. Indicadores de calidad del suelo en el agroecosistema caña de azúcar (*Saccharum spp.*). *Rev. Fac. Agron. (LUZ)* 35: 1 – 25. 2018.
6. INICA. *Manual de procedimientos para los laboratorios de suelo y agua*. La Habana. 176 pp. 1990.
7. Oficina Nacional de Normalización. *NC 2001: 2015 - Calidad del suelo - determinación de pH*. La Habana. Cuba. 2^{da} Ed. 7 pp. 2015.
8. Oficina Nacional de Normalización. *NC 52: 1999. Calidad del suelo - Determinación de las formas móviles de Fósforo y Potasio*. La Habana. Cuba. 1^{ra} Ed. 14 pp. 1999.