

**ESTANDARIZACIÓN Y VALIDACIÓN DE ALGUNOS PARÁMETROS FÍSICO -  
QUÍMICOS EN SUELOS PARA USO AGRÍCOLA**

**LEONARDO JAIMES MARTINEZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE CIENCIAS  
ESCUELA DE QUÍMICA  
2005**

**ESTANDARIZACIÓN Y VALIDACIÓN DE ALGUNOS PARÁMETROS FÍSICO -  
QUÍMICOS EN SUELOS PARA USO AGRÍCOLA**

**LEONARDO JAIMES MARTINEZ**

**tesis de grado para optar a el título de  
Químico**

**Director  
Jaime Camargo H.  
Químico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE CIENCIAS  
ESCUELA DE QUÍMICA  
2005**

## **AGRADECIMIENTOS**

A mi director de proyecto, prof. **JAIME CAMARGO H.** por su apoyo y valiosa orientación.

A la secretaria de agricultura y desarrollo rural.

**Dr. HERNAN CASTELLANOS,**

**Tc. LIBARDO CORZO y**

**Ing. BENJAMIN MANCERA.**

Por su colaboración y calidad humana

A todas las personas que me apoyaron durante el transcurso de esta investigación.

**GRACIAS**

## DEDICATORIA

A Dios,  
Por darme la oportunidad de conquistar  
mis metas.

A mi madre, María del Carmen  
por su amor, comprensión,  
paciencia y apoyo incondicional.

A todos aquellos que creyeron en mí.

LEONARDO JAIMES MARTINEZ

## TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>1</b>
<b>1. MARCO TEÓRICO</b>	<b>3</b>
<b>1.1 GENERALIDADES DEL SUELO</b>	<b>3</b>
1.1.1 El suelo	3
1.1.2 Meteorización	4
<b>1.2 COMPOSICIÓN DEL SUELO</b>	<b>5</b>
1.2.1 Fase sólida	6
1.2.2 Fase líquida	7
1.2.3 Fase gaseosa	7
<b>1.3 PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS SUELOS</b>	<b>8</b>
<b>1.4 REACCIÓN DEL SUELO</b>	<b>10</b>
1.4.1 Factores que afectan el pH del suelo	11
<b>1.5 CLASIFICACIÓN DE LA ACIDEZ DEL SUELO</b>	<b>12</b>
<b>1.6 CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO (C.I.C)</b>	<b>14</b>
<b>1.7 MATERIA ORGÁNICA DEL SUELO</b>	<b>15</b>
<b>1.8 EL FÓSFORO DEL SUELO</b>	<b>16</b>
1.8.1 Formas químicas del fósforo en los suelos	16
1.8.2 Fuentes de fósforo en los suelos	17

<b>1.8.3 Movimiento del fósforo en el suelo</b>	<b>18</b>
<b>1.8.4 Factores que afectan la disponibilidad del fósforo</b>	<b>18</b>
<b>2. VALIDACIÓN</b>	<b>19</b>
<b>2.1 TIPOS DE VALIDACIÓN</b>	<b>19</b>
<b>2.2 ALCANCE DEL TRABAJO DE VALIDACIÓN</b>	<b>20</b>
<b>2.3 SECUENCIA DE VALIDACIÓN</b>	<b>21</b>
<b>3. PRINCIPALES CARACTERÍSTICAS DE CALIDAD DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS</b>	<b>23</b>
<b>3.1 MÉTODO DE YATES PARA EL CÁLCULO DE LOS TOTALES DE EFECTOS FACTORIALES</b>	<b>24</b>
<b>3.2 AJUSTE DE UN MODELO MATEMÁTICO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE LAS METODOLOGÍAS ANALÍTICAS</b>	<b>25</b>
<b>3.3 OBTENCIÓN DE LA ECUACIÓN DEL MODELO MATEMÁTICO</b>	<b>26</b>
<b>3.4 DETERMINACIÓN DE SENSIBILIDAD</b>	<b>27</b>
<b>3.5 PRUEBA DE DIXON</b>	<b>28</b>
<b>3.6 REGRESIÓN LINEAL SIMPLE (RLS)</b>	<b>29</b>
<b>3.7 PRECISIÓN</b>	<b>30</b>
<b>3.8 EXACTITUD</b>	<b>30</b>
<b>3.9 PRUEBA F</b>	<b>32</b>
<b>4. DESCRIPCIÓN DE PARÁMETROS Y METODOLOGÍA UTILIZADA EN EL LABORATORIO</b>	<b>33</b>
<b>4.1 TOMA Y PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS</b>	<b>33</b>
<b>4.2 pH DEL SUELO</b>	<b>34</b>

<b>4.3 ACIDEZ INTERCAMBIABLE (ALUMINIO)</b>	<b>36</b>
<b>4.4 CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO (C.I.C.)</b>	<b>37</b>
<b>4.5 MATERIA ORGÁNICA (M.O.)</b>	<b>40</b>
<b>4.6 FÓSFORO DISPONIBLE (P)</b>	<b>41</b>
<b>5. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL</b>	<b>43</b>
<b>5.1 PARTE EXPERIMENTAL</b>	<b>44</b>
<b>5.1.1 Técnicas y procedimientos</b>	<b>44</b>
<b>5.1.1.1 Determinación del pH del suelo</b>	<b>44</b>
<b>5.1.1.2 Determinación de Aluminio disponible (<math>Al^{+3}</math>)</b>	<b>45</b>
<b>5.1.1.3 Determinación de la Capacidad de Intercambio Cationico</b>	<b>48</b>
<b>5.1.1.4 Determinación de Materia Orgánica por el método de Walkley y Black (volumétrico)</b>	<b>50</b>
<b>5.1.1.5 Determinación de Materia Orgánica por el método de Walkley y Black (colorimétrico)</b>	<b>52</b>
<b>5.1.1.6 Determinación de Fósforo disponible</b>	<b>54</b>
<b>6. ESTANDARIZACIÓN Y VALIDACIÓN DE ALGUNOS PARÁMETROS FÍSICO – QUÍMICOS PARA EL ANÁLISIS DEL SUELO</b>	<b>56</b>
<b>6.1 CARACTERIZACIÓN DEL SUELO UTILIZADO</b>	<b>56</b>
<b>6.2 pH</b>	<b>57</b>
<b>6.2.1 Resultados obtenidos durante la evaluación del diseño experimental</b>	<b>57</b>
<b>6.2.2 Prueba de Dixon</b>	<b>58</b>
<b>6.2.3 Cálculo de efectos factoriales (Yates)</b>	<b>58</b>

<b>6.2.4 Ajuste del modelo matemático para la determinación de pH en el suelo</b>	<b>58</b>
<b>6.2.5 Interpretación de resultados del diseño experimental factorial</b>	<b>64</b>
<b>6.2.6 Precisión, exactitud y límite de confianza</b>	<b>64</b>
<b>6.3 ALUMINIO DISPONIBLE</b>	<b>65</b>
<b>6.3.1 Resultados obtenidos durante la evaluación del diseño experimental</b>	<b>66</b>
<b>6.3.2 Prueba de Dixon</b>	<b>66</b>
<b>6.3.3 Cálculo de efectos factoriales (Yates)</b>	<b>67</b>
<b>6.3.4 Ajuste del modelo matemático para la determinación de Aluminio en el suelo</b>	<b>67</b>
<b>6.3.5 Interpretación de resultados del diseño experimental factorial</b>	<b>72</b>
<b>6.3.6 Precisión, exactitud y límite de confianza</b>	<b>72</b>
<b>6.3.7 Análisis comparativo entre el método actual y el propuesto</b>	<b>73</b>
<b>6.3.7.1 Prueba F: a una cola</b>	<b>74</b>
<b>6.4 CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO</b>	<b>75</b>
<b>6.4.1 Resultados obtenidos durante la evaluación del diseño experimental</b>	<b>75</b>
<b>6.4.2 Prueba de Dixon</b>	<b>76</b>
<b>6.4.3 Cálculo de efectos factoriales (Yates)</b>	<b>77</b>
<b>6.4.4 Ajuste del modelo matemático para la determinación de Capacidad de Intercambio Cationico en el suelo</b>	<b>77</b>
<b>6.4.5 Interpretación de resultados del diseño experimental factorial</b>	<b>82</b>
<b>6.4.6 Precisión, exactitud y límite de confianza</b>	<b>82</b>

<b>6.4.7 Análisis comparativo entre el método actual y el propuesto</b>	<b>83</b>
6.4.7.1 Prueba F: a una cola	84
<b>6.5 MATERIA ORGÁNICA (método volumétrico)</b>	<b>85</b>
6.5.1 Resultados obtenidos durante la evaluación del diseño experimental	85
6.5.2 Prueba de Dixon	86
6.5.3 Cálculo de efectos factoriales (Yates)	87
6.5.4 Ajuste del modelo matemático para la determinación de Materia Orgánica en el suelo	87
6.5.5 Interpretación de resultados del diseño experimental factorial	92
6.5.6 Precisión, exactitud y límite de confianza	93
<b>6.6 MATERIA ORGÁNICA (método colorimétrico)</b>	<b>95</b>
6.6.1 Calibración del equipo	96
6.6.2 Sensibilidad del instrumento de medición	97
6.6.3 Resultados obtenidos durante la evaluación del diseño experimental	97
6.6.4 Prueba de Dixon	97
6.6.5 Cálculo de efectos factoriales (Yates)	97
6.6.6 Ajuste del modelo matemático para la determinación de Materia Orgánica en el suelo	98
6.6.7 Interpretación de resultados del diseño experimental factorial	103
6.6.8 Precisión, exactitud y límite de confianza	103
<b>6.7 FÓSFORO DISPONIBLE</b>	<b>104</b>

<b>6.7.1 Calibración del equipo</b>	<b>105</b>
<b>6.7.2 Sensibilidad del instrumento de medición</b>	<b>105</b>
<b>6.7.3 Resultados obtenidos durante la evaluación del diseño experimental</b>	<b>106</b>
<b>6.7.4 Prueba de Dixon</b>	<b>107</b>
<b>6.7.5 Cálculo de efectos factoriales (Yates)</b>	<b>107</b>
<b>6.7.6 Ajuste del modelo matemático para la determinación de Fósforo disponible en el suelo</b>	<b>107</b>
<b>6.7.7 Interpretación de resultados del diseño experimental factorial</b>	<b>113</b>
<b>6.7.8 Precisión, exactitud y límite de confianza</b>	<b>114</b>
<b>6.7.9 Análisis comparativo entre el método actual y el propuesto</b>	<b>116</b>
<b>6.7.9.1 Prueba F: a una cola</b>	<b>116</b>
<b>7. CONCLUSIONES</b>	<b>118</b>
<b>BIBLIOGRAFIA</b>	<b>120</b>
<b>ANEXOS</b>	<b>122</b>

## LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Tamaño de partículas según la International Society of Soil Science.	7
Tabla 2. Valores de densidades aparentes de algunas clases de suelos.	9
Tabla 3. Interpretación de la acidez del suelo según el ICA.	13
Tabla 4. Formas químicas del Fósforo inorgánico del suelo.	17
Tabla 5. Combinación de tratamientos en el orden sistemático.	24
Tabla 6. Variables seleccionadas para el diseño experimental. pH.	57
Tabla 7. Orden estándar de las combinaciones del diseño experimental $2^3$ .	58
Tabla 8. Resultados obtenidos en los ensayos de pH en una muestra de suelo al aplicar el diseño factorial $2^3$ .	59
Tabla 9. Prueba de Dixon para respuestas obtenidas en la determinación de pH.	60
Tabla 10. Análisis de Yates para los resultados de pH.	61
Tabla 11. Resultados de los ensayos de repetición en el centro experimental del diseño.	61
Tabla 12. Significancia de efectos y coeficientes del modelo matemático.	63
Tabla 13. Datos de precisión y exactitud de cada una de las condiciones experimentales para la determinación del pH.	65
Tabla 14. Variables seleccionadas para el diseño experimental. Aluminio disponible.	65
Tabla 15. Orden estándar de las combinaciones del diseño experimental $2^3$ .	66

Tabla 16. Resultados obtenidos en los ensayos de Aluminio disponible en una muestra de suelo al aplicar el diseño factorial $2^3$ .	67
Tabla 17. Prueba de Dixon para respuestas obtenidas en la determinación de Aluminio disponible.	68
Tabla 18. Análisis de Yates para los resultados de Aluminio disponible.	69
Tabla 19. Resultados de los ensayos de repetición en el centro experimental del diseño.	69
Tabla 20. Significancia de efectos y coeficientes del modelo matemático.	71
Tabla 21. Datos de precisión y exactitud de cada una de las condiciones experimentales para la determinación de Aluminio disponible.	73
Tabla 22. Prueba de Dixon para las respuestas obtenidas en los dos métodos experimentales con dos muestras problema.	74
Tabla 23. Prueba F a una cola para la muestra 1.	75
Tabla 24. Prueba F a una cola para la muestra 2.	75
Tabla 25. Variables seleccionadas para el diseño experimental. Capacidad de Intercambio Catiónico.	76
Tabla 26. Orden estándar de las combinaciones del diseño experimental $2^3$ .	76
Tabla 27. Resultados obtenidos en los ensayos de Capacidad de Intercambio Catiónico en una muestra de suelo al aplicar el diseño factorial $2^3$ .	77
Tabla 28. Prueba de Dixon para respuestas en la determinación de Capacidad de Intercambio Catiónico.	78
Tabla 29. Análisis de Yates para los resultados de C.I.C.	79
Tabla 30. Resultados de los ensayos de repetición en el centro experimental del diseño.	79
Tabla 31. Significancia de efectos y coeficientes del modelo matemático.	81

Tabla 32. Datos de precisión y exactitud de cada una de las condiciones experimentales para la determinación de Capacidad de Intercambio Catiónico.	83
Tabla 33. Prueba de Dixon para las respuestas obtenidas en los dos métodos experimentales con dos muestras problema.	84
Tabla 34. Prueba F a una cola para la muestra 1.	85
Tabla 35. Prueba F a una cola para la muestra 2.	85
Tabla 36. Variables seleccionadas para el diseño experimental. Materia Orgánica.	86
Tabla 37. Orden estándar de las combinaciones del diseño experimental $2^3$ .	86
Tabla 38. Resultados obtenidos en los ensayos de Materia Orgánica en una muestra de suelo al aplicar el diseño factorial $2^3$ .	87
Tabla 39. Prueba de Dixon para respuestas en la determinación de Materia Orgánica.	88
Tabla 40. Análisis de Yates para los resultados de M.O.	89
Tabla 41. Resultados de los ensayos de repetición en el centro experimental del diseño.	89
Tabla 42. Significancia de efectos y coeficientes del modelo matemático.	91
Tabla 43. Datos de precisión y exactitud de las condiciones experimentales para la determinación de Materia Orgánica (método volumétrico).	94
Tabla 44. Variables seleccionadas para el diseño experimental. Materia Orgánica.	95
Tabla 45. Adición estándar	96
Tabla 46. Orden estándar de las combinaciones del diseño experimental $2^3$	96
Tabla 47. Sensibilidad del instrumento de medición.	97
Tabla 48. Resultados obtenidos en los ensayos de Materia Orgánica en una muestra de suelo al aplicar el diseño factorial $2^3$ .	98

Tabla 49. Prueba de Dixon para respuestas en la determinación de Materia Orgánica.	99
Tabla 50. Análisis de Yates para los resultados de M.O.	100
Tabla 51. Resultados de los ensayos de repetición en el centro experimental del diseño.	100
Tabla 52. Significancia de efectos y coeficientes del modelo matemático.	102
Tabla 53. Datos de precisión y exactitud de las condiciones experimentales para la determinación de Materia Orgánica (método Volumétrico).	104
Tabla 54. Variables seleccionadas para el diseño experimental. Fósforo disponible.	105
Tabla 55. Adición estándar	105
Tabla 56. Orden estándar de las combinaciones del diseño experimental $2^3$ .	106
Tabla 57. Sensibilidad del instrumento de medición.	106
Tabla 58. Resultados obtenidos en los ensayos de Fósforo disponible en una muestra de suelo al aplicar el diseño factorial $2^3$ .	107
Tabla 59. Prueba de Dixon para respuestas en la determinación de Fósforo disponible.	109
Tabla 60. Análisis de Yates para los resultados de Fósforo disponible.	110
Tabla 61. Resultados de los ensayos de repetición en el centro experimental del diseño.	110
Tabla 62. Significancia de efectos y coeficientes del modelo matemático.	112
Tabla 63. Datos de precisión y exactitud de cada una de las condiciones experimentales para la determinación de Fósforo disponible.	115
Tabla 64. Prueba de Dixon para las respuestas obtenidas en los dos métodos experimentales con dos muestras problema.	116
Tabla 65. Prueba F a una cola para la muestra 1.	117

Tabla 66. Prueba F a una cola para la muestra 2.

## LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Simetría del diseño factorial $2^3$ .	92
Figura 2. Tabla de doble entrada para la interacción volumen de $K_2Cr_2O_7$ (B) – volumen $H_2SO_4$ (C).	93
Figura 3. Simetría del diseño factorial $2^3$ .	113
Figura 4. Tabla de doble entrada para la interacción volumen de solución extractora (B) – tiempo de agitación (C).	114

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pág.</b>
Anexo 1. Tabla de valores t para varios niveles de probabilidad.	123
Anexo 2. Tabla de valores de r críticos a un nivel de probabilidad del 95%.	124
Anexo 3. Valores críticos de F.	125
Anexo 4. Caracterización muestra usada para la estandarización de pH y métodos volumétricos. Aluminio disponible, Capacidad de Intercambio Catiónico y Materia Orgánica.	128
Anexo 5. Caracterización muestra usada para la adición estándar. Materia Orgánica y Fósforo disponible.	129
Anexo 6. Precisión y exactitud de las condiciones experimentales para la determinación de pH.	130
Anexo 7. Precisión y exactitud de las condiciones experimentales para la determinación de Aluminio.	139
Anexo 8. Caracterización muestras usadas para la comparación entre el método actual y el propuesto. Aluminio y Fósforo disponible.	148
Anexo 9. Precisión y exactitud de las condiciones experimentales para la determinación de Capacidad de Intercambio Catiónico.	151
Anexo 10. Caracterización muestras usadas para la comparación entre el método actual y el propuesto. Capacidad de Intercambio Catiónico.	160
Anexo 11. Precisión y exactitud de las condiciones experimentales para la determinación de Materia Orgánica (método volumétrico).	163
Anexo 12. Curvas de Calibración. Materia Orgánica (método colorimétrico).	172
Anexo 13. Regresión lineal simple y límite de detección para Materia Orgánica (método colorimétrico).	179

Anexo 14. Precisión y exactitud de las condiciones experimentales para la determinación de Materia Orgánica (método colorimétrico).	181
Anexo 15. Curvas de Calibración. Fósforo disponible.	190
Anexo 16. Regresión lineal simple y límite de detección para la determinación Fósforo disponible.	198
Anexo 17. Precisión y exactitud de las condiciones experimentales para la determinación de Fósforo disponible.	200

**TÍTULO: ESTANDARIZACIÓN Y VALIDACIÓN DE ALGUNOS PARÁMETROS FÍSICO – QUÍMICOS EN SUELOS PARA USO AGRÍCOLA\***

**AUTORES: JAIMES, Martínez Leonardo\*\***

**PALABRAS CLAVES:** Estandarización; pH; Intercambio Catiónico; Aluminio; Materia Orgánica; Fósforo; suelos.

**DESCRIPCIÓN:**

El Laboratorio Químico de Suelos de la Secretaria de Agricultura y Desarrollo Rural de Santander ha planteado continuar con la estandarización de algunos métodos analíticos con el propósito de ofrecer mejores resultados.

Los métodos empleados para las técnicas analíticas a estandarizar fueron: para el pH, potenciométrico; Aluminio disponible, Capacidad de Intercambio Catiónico y Materia orgánica, volumétrico; Materia orgánica y fósforo disponible, espectrofotométrico.

Se realizó un diseño experimental factorial  $2^3$  que permitió estudiar las interacciones entre las variables del proceso de extracción de los métodos mencionados, aportando la mejor condición experimental de cada uno de ellos, cuyos parámetros estandarizados para Aluminio fueron: 15 mL de solución extractora, 5 g de muestra y 45 minutos de agitación; para la Capacidad de Intercambio Catiónico 5 g de suelo, 15 mL solución extractora y 30 min. de agitación; para el Fósforo disponible 2.85 g de muestra, 20 mL de solución extractora y 20 segundos de agitación.

Todas las condiciones experimentales se llevaron a cabo con dos muestras patrón. Una para la estandarización de pH, capacidad de intercambio catiónico y materia orgánica, y la otra para la determinación de aluminio, materia orgánica y fósforo disponible.

Para los métodos espectrofotométricos se le realizó adición estándar con el fin de obtener un valor conocido de la respuesta requerida, para este fin se adicionaron cantidades determinadas de un patrón a cada una de las muestras analizadas.

---

\* Tesis

\*\* Facultad de Ciencias, Escuela de Química, Jaime H. Camargo H.

**TITLE: STANDARDIZATION AND VALIDATION OF SOME PARAMETERS PHYSIC – CHEMICALS IN SOILS FOR AGRICULTURAL USE\***

**AUTHOR: JAIMES, Martínez Leonardo\*\***

**KEY WORDS:** Standardization; pH; Cationic Interchange; Aluminium; Organic Matter; Phosphorus; soils.

**DESCRIPTION:**

Chemicals soils laboratory of the Secretary of Agricultural and development Rural of Santander have planned to continue with the standardization of some analytical methods with the purpose to offer best results.

Employed methods for analytical techniques to standardize were: for pH, potentiometric; aluminium available, capacity of cationic interchange and organic matter, volumetric; organic matter and phosphorus availability, spectrophotometric.

Was Developer a factorial 2<sup>3</sup> experimental desing that allowed to study interaction between the variables in the process of extraction of mentioned methods, contributing to the best experimental condition of each one of them, whose parameters standardize for aluminium were: 15mL of extracting solution, 5g of simple and 45min. of agitation; for the capacity of cationic interchange 5g of soil, 15mL extracting solution and 30min. of agitation; for the phosphorus available 2.85g of simple, 20mL of extracting solution and 20 seconds of agitation.

All experimental conditions were placed with two sample patterns. One for determining pH, cationic capacity interchange and organic matter, and the later for determining aluminium, organic matter and phosphorus available.

For the spectrophotometrics methods was realized standar adition with the purpose of obtaining a wellknown value for the required answer, for this purpose were aditioned determined quantities with a pattern of each one of the analyzed samples.

---

\* Thesis

\*\* Science Faculty, Chemistry School, Jaime H. Camargo H.

## INTRODUCCIÓN

El interés del hombre sobre el suelo se ha centrado sobre su potencialidad para producir plantas, las cuales lo abastecen de alimentos, fibras y productos forestales. Se considera que son dieciséis los elementos o nutrientes esenciales para el crecimiento de las plantas. El carbono, hidrógeno y oxígeno lo obtienen del aire y el agua, los otros trece los obtiene del suelo. El nitrógeno, fósforo, potasio, calcio, magnesio y azufre los necesitan en mayor cantidad y son llamados macronutrientes, los demás, el manganeso, hierro, boro, zinc, cobre, molibdeno y cloro los necesitan en menor cantidad y son llamados micronutrientes<sup>(1)</sup>.

La practica regular de los análisis de laboratorio es indispensable en la vigilancia de las operaciones para el correcto uso del recurso suelo. Por tanto, es necesario que en los esquemas de aseguramiento de la calidad se haga uso de herramientas estadísticas apropiadas como la validación de parámetros físico - químicos para el análisis del suelo<sup>(2)</sup>.

La estandarización o validación de un método analítico es un proceso científico diseñado para determinar las características operacionales, ventajas y limitaciones de este, demostrar su confiabilidad y su pertinencia. El método debe ser validado para un uso específico. En la actualidad para cumplir con los resultados dados en la norma, ISO 17025 "REQUISITOS GENERALES PARA EVALUAR LA COMPETENCIA DE LABORATORIOS DE CALIBRACIÓN Y ENSAYOS", se dice que los métodos deben estar validados<sup>(3)</sup>.

En la actualidad el Laboratorio Químico de Suelos de la Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural, cuenta con la estandarización del método de la Azometina-H

(métodos colorimétricos) por extracción con agua y extracción con fosfato monobásico de calcio<sup>(4)</sup>. Método que presentaba poca reproducibilidad en su procedimiento y generaba inconvenientes para realizar análisis de rutina.

El presente estudio tiene por objetivo la estandarización de pH, capacidad de intercambio catiónico, aluminio intercambiable, materia orgánica y fósforo disponible. Esta estandarización se llevara a cabo mediante métodos estadísticos comparativos para determinar la mejor metodología experimental que presente condiciones de trabajo que garanticen resultados reproducibles y confiables durante el análisis.

## 1. MARCO TEÓRICO

### 1.1 GENERALIDADES DEL SUELO<sup>(5,6,8)</sup>

**1.1.1 El suelo.** Para definir el suelo debemos hacer una clara distinción entre el suelo como un conjunto de materiales del cual conocemos sus propiedades químicas, físicas y biológicas, y el suelo como un cuerpo natural con reactividad química y vida, interactuando con el mundo vegetal.

Considerando el suelo como material, es el conjunto de elementos de naturaleza orgánica y mineral, con propiedades físicas, químicas y biológicas, a partir de las cuales y mediante procesos de meteorización se desarrolla el suelo agrícola (cuerpo natural). El suelo agrícola es el resultado de la meteorización de las rocas cuando actúan sobre ella agentes químicos, físicos y biológicos para finalmente ser sustento y soporte de las plantas.

Es importante considerar dos etapas en la formación del suelo a partir de la roca, las cuales pueden ser sucesivas en el tiempo o darse simultáneamente. Estas son: la erosión de la roca, cuyo resultado es el material de origen del suelo; y el desarrollo del perfil de este. Al considerar la formación del suelo en sus términos más generales se puede afirmar que su resultado depende de los siguientes factores: material original, factores climáticos, topografía, tiempo y factor Biótico (conformado por la acción del hombre unida con la de la vegetación y la de los microorganismos).

Estos factores formadores del suelo no tienen todos la misma importancia, ejemplo de ello es el material original al cual se debe mirar como participante pasivo, ya

que es el resultado de los procesos de meteorización de la roca madre (la meteorización es el proceso por el cual la roca se rompe para formar el material original del suelo).

Caso contrario sucede con los factores relacionados con el clima, los cuales deben mirarse como constituyentes de los agentes activos formadores del suelo. La topografía, por ejemplo tiene un papel secundario, pues solo modifica la acción de los agentes que dependen directamente del clima.

La vegetación participa activamente en la formación del suelo, pero condicionada por el clima, la topografía y el tiempo. Este último cumple una misión diferente frente a los demás factores, ya que aunque no puede ejercer ningún efecto, si interviene determinando el valor o extensión de la acción de los demás factores.

En consecuencia, el carácter del suelo esta determinado por la acción de ciertos procesos que dependen del clima y son modificados, por la topografía, los cuales actúan mediante la acción de factores bióticos sobre un material original resultado de unos procesos de meteorización a través del tiempo que afecta, aunque no directamente, el resultado final.

**1.1.2 Meteorización.** Proceso por el cual la roca se rompe para formar el material original del suelo. Los productos de este deterioro forman los fragmentos no consolidados que cubren las rocas de la corteza terrestre; ellos, por acción de los agentes de transporte: gravedad, aguas corrientes, hielo en movimiento, viento y la acción del hombre, se transportan desde su lugar de origen y son distribuidos sobre la superficie.

Se distinguen tres clases de meteorización: meteorización física, química y biológica.

- La meteorización física es la producida por efecto de los cambios bruscos y repentinos de temperatura, que ocasionan la expansión y contracción de las capas superficiales de la corteza, originando tensiones o fuerzas que como resultado final provocan su desintegración. Otros agentes de meteorización física son: las aguas de los ríos, el hielo de los glaciales, la acción de las olas y el impacto de los granos de arena transportados por el viento.
- La meteorización química consiste en un fenómeno de desintegración de la roca mediante el cual se efectúan reacciones químicas con la consiguiente formación de nuevos productos. Sus procesos se realizan en medio acuoso, y dependen de la acción de descomposición del agua, reforzada por el anhídrido carbónico disuelto, y a veces por los ácidos orgánicos formados a partir de la mineralización de la materia orgánica.
- La meteorización biológica es aquella producida por la acción de la vegetación, la cual acelera los procesos de fraccionamiento de la roca por la producción de anhídrido carbónico durante la respiración, y la producción de ácidos orgánicos como humus, y ácidos húmicos y fúlvicos.

Hay dos casos en los que es posible de hablar de meteorización biológica: por la acción de las raíces de las plantas las que ensanchan las grietas y producen fracturas en las rocas, y la respiración como acción biológica y la actividad mecánica de los organismos del suelo.

## **1.2 COMPOSICIÓN DEL SUELO<sup>(6)</sup>**

El examen más superficial del suelo nos revela una inmensa variedad de componentes y formas de asociarse entre si. Sin embargo, existen ciertos grupos

constituyentes que están presentes en todos los suelo y que se les dan una generalidad a su estudio.

**1.2.1 Fase sólida.** La fase sólida esta constituida por la materia orgánica y la materia mineral.

- Parte orgánica. Su presencia confiere al suelo un carácter distintivo como asiento de la vida de las plantas, es el hábitat de una microflora y una fauna complejas. Algunos autores usan el término de humus que es una materia amorfa y oscura originada de fragmentos de plantas y animales que a perdido toda señal de estructura original. Otros autores la conciben como la materia negra, o una fracción definida y de estructura fácil de reconocer, que puede formar una porción considerable de la parte orgánica total.

- Parte mineral. El suelo esta constituido por partículas que le imprimen unas características físicas muy especiales. Su tamaño es muy variado, desde fragmentos de rocas y gravas hasta las partículas submicroscópicas de arcilla coloidal.

Las proporciones relativas en la composición del suelo son de suma importancia, ya que de su porcentaje en la constitución del mismo depende su caracterización, sus propiedades físicas, y algo muy importante su comportamiento frente al cultivo.

Estas partículas se clasifican por su tamaño. La International Society of Soil Science ha acordado que deben distinguirse las siguientes fracciones de acuerdo a su diámetro como se muestran en la tabla 1.

**Tabla 1. Tamaño de partículas según la International Society of Soil Science<sup>(6)</sup>**

<b>Fracciones</b>	<b>Límite de diámetro (mm)</b>
Arena gruesa	2.0 – 0.2
Arena fina	0.2 – 0.02
Limo	0.02 – 0.002
Arcilla	< 0.002

**1.2.2 Fase líquida.** La fase líquida de los suelos esta compuesta por el agua (solución del suelo). Este por su carácter granular y coloidal tiene la propiedad de retener agua originada de las lluvias y el riego, propiedad de suma importancia en los procesos de formación, al igual que para la vida de las plantas.

Esta agua está retenida de dos modos: En los poros o intersticios que existen entre las partículas y por adhesión a las partículas de arcilla y de la materia orgánica. Estas partículas coloidales de arcillas y materia orgánica son de forma irregular, constituyendo por ello espacios desiguales que se juntan en grumos y terrones, separados entre sí por cavidades.

Igualmente, el suelo está repleto de canales formados por las raíces de las plantas y por la fauna del suelo (lombrices de tierra e insectos variados) los cuales formar un sistema interconectado que ocupa la totalidad del suelo (espacio poroso), de geometría muy variada que origina cambios muy rápidos en su volumen, comunicados entre sí únicamente a través de gargantas mucho más estrechas.

**1.2.3 Fase gaseosa.** Es importante conocer que existen marcadas diferencias entre el aire del suelo y el de la atmósfera libre. Estas diferencias son: El contenido

de anhídrido carbónico del aire del suelo es mucho mayor que el de la atmósfera, el aire del suelo está saturado con vapor de agua y contiene menos oxígeno y nitrógeno que la atmósfera. Estas diferencias están determinadas por la riqueza de ese suelo en materia orgánica. Se ha encontrado los contenidos más altos de anhídrido carbónico hasta en un 1,5% en suelos tratados más frecuentemente con materia orgánica. Esta riqueza en CO<sub>2</sub> es un índice que nos evalúa la intensidad de la actividad microbológica, y por lo tanto, la fertilidad, ya que la descomposición del material orgánico es un proceso aeróbico.

### **1.3 PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS SUELOS<sup>(5,6,7)</sup>**

Los suelos presentan ciertas características en sus propiedades físicas debido a la estrecha asociación de partículas minerales de muy variado diámetro con arcilla y material orgánico coloidal.

- Densidad real. Es una función aditiva de las densidades de los constituyentes del suelo. Depende principalmente de la cantidad de materia orgánica e inorgánica presente en ese suelo.

Dado que la mayor parte de la materia mineral de los suelos ordinarios está constituida por cuarzo, feldespato y arcilla, entre otros; la densidad del suelo mineral, libre de materia orgánica es del orden de 2.65g/cm<sup>3</sup>, disminuyendo con la presencia de materia orgánica, cuya densidad es del orden de 1.2 a 1.7g/cm<sup>3</sup>; sin embargo, aumenta con la presencia de óxidos de hierro como la magnetita y la hematita, y en un menor grado, por la presencia de minerales ferromagnésicos y mica.

- Densidad aparente. Es el peso de la masa del suelo, más los espacios porosos ocupados por agua y aire, con respecto a un volumen determinado. En la tabla 2 se presentan valores de densidades aparentes de algunas clases de suelos.

**Tabla 2. Valores de densidades aparentes de algunas clases de suelos<sup>(6)</sup>**

<b>Clase</b>	<b>Densidad</b>
Arenoso	1.55 – 1.8
Franco arenoso	1.4 – 1.6
Franco	1.35 – 1.5
Orgánico	<1.0
Arcilloso	1.2 – 1.3

- Estructura del suelo. La estructura se considera como una consecuencia de la agregación de las partículas del suelo para formar agregados compuestos.

Existen clases de estructuras: Estructura laminar, columnar, prismática, blocosa y granular. Un suelo sin estructura se presenta cuando las partículas que lo constituyen no forman terrones, fenómeno que ocurre en los suelos arcillosos, y en los suelos arenosos, en donde las partículas de arena no se agrupan en una estructura definida.

- Consistencia. Se consideran dos términos: La plasticidad y la cohesión. La plasticidad es la propiedad que presenta el suelo cuando existe en él cierta proporción de agua. Es la facultad que tiene para cambiar de forma bajo la influencia de una fuerza aplicada, y de mantenerla al cesar de actuar ésta misma.

La cohesión es una propiedad estrechamente relacionada con la plasticidad. Es la dureza que presentan los terrones de un suelo al desecarse, por la fuerza de atracción entre las partículas coloidales.

- **Color.** El color del suelo está relacionado con la constitución de su complejo coloidal. Debe tenerse en cuenta que a medida que un suelo se seca, su color va tornándose más claro, atribuyéndose este cambio de color a: El revestimiento de las partículas gruesas por parte coloidal, y al desarrollo de espacios con aire en los terrones por la deshidratación del material coloidal. Los colores de los suelos húmedos son generalmente más vivos y su intensidad depende fundamentalmente de dos constituyentes a saber: La materia orgánica coloidal y la arcilla coloidal.
- **Permeabilidad.** Es el movimiento del agua dentro del suelo. Esta propiedad está directamente relacionada con la estructura, con la textura, con el contenido de arcilla y con la porosidad; o mejor, el contenido orgánico y mineral del suelo, a más de su drenaje natural son aspectos determinantes de la facilidad con que el agua penetra.
- **Drenaje.** Es la rapidez con que los suelos se secan después de la lluvia.

#### **1.4 REACCIÓN DEL SUELO<sup>(6)</sup>**

La reacción del suelo está determinada por el pH. El término pH define la acidez o basicidad relativa del suelo. La mayoría de los suelos productivos tienen valores de pH que varían de 4.0 a 9.0.

La medida de pH reporta la actividad de los iones hidrógeno, su significado práctico consiste en que por cada unidad de cambio en el pH del suelo se verifica un aumento de 10 veces en el cambio de acidez o basicidad. En suelos los

elementos que generan acidez son en orden de importancia Aluminio (Al), Hidrógeno (H), Manganeseo (Mn) fundamentalmente; el mayor aportante de aluminio es la fracción mineral del suelo y el mayor aportante de hidrógeno es la materia orgánica.

Otro aspecto que limita el crecimiento de las plantas es la presencia de ácidos y de concentraciones excesivas de hidrogeniones en el agua del suelo. Es cierto que algunos suelos tienen una productividad por debajo de la satisfactoria, debido a condiciones que pueden mejorarse con aplicaciones de carbonato de calcio, pero no se puede sostener con tanta generalidad que la acidez por sí misma sea el factor limitante.

Es verdad, que un grado extremo de acidez, es dañino para el crecimiento de las plantas. También lo es, que una reacción ligeramente ácida (5.0 – 5.5) puede inhibir la actividad de la bacteria nitrificante necesaria para la producción y fijación del nitrógeno.

El problema se hace complejo por el hecho de que la acidez no puede entrar en el problema de la fertilidad del suelo como una determinante independiente; ya que esta relacionada con la falta de calcio utilizable, y también, en ciertos casos, con la presencia de compuestos tóxicos de aluminio. La limitación puede deberse realmente a la falta de calcio utilizable; a la presencia de aluminio intercambiable o el predominio de condiciones físicas contraproducentes.

**1.4.1 Factores que afectan el pH del suelo.** El grado de acidez o basicidad del suelo esta influenciado por:

- Tipo de material parental (roca madre). Los suelos desarrollados a partir de materiales calcáreos generalmente tienen valores de pH más altos que suelos formados a partir de rocas ácidas (cenizas volcánicas).
- Precipitación. El agua penetra el suelo (agua de percolación) lixivia los nutrientes básicos, como el calcio y el magnesio, siendo reemplazados por elementos acidificantes como  $H^+$ , el  $Mn^{+2}$  y el  $Al^{+3}$  lo que hace que los suelos formados bajo precipitaciones altas sean más ácidos que los formados bajo condiciones de baja precipitación (zonas áridas).
- Absorción de base. Cuando las cosechas absorben las bases y no se reponen los suelos se acidifican.
- Clase de fertilización. Los fertilizantes nitrogenados aceleran la acidificación a medida que su uso se incrementa, llegando a ser considerable.

Hay que recordar que no todos los fertilizantes nitrogenados tienen reacción ácida, por otra parte, las cantidades que se aplican no afectan el pH del suelo, como si lo hacen la lixiviación o la elevada cantidad de materia orgánica.

- Bacterias fijadoras de nitrógeno. Es la fijación de nitrógeno por bacterias nitrificantes. Uno de los primeros productos formados es el ión amonio, el cual cuando es convertido a nitrato por el proceso de nitrificación produce  $H^+$  ión acidificante.

## 1.5 CLASIFICACIÓN DE LA ACIDEZ DEL SUELO<sup>(6,7)</sup>

- Acidez actual o activa. Se mide en la relación suelo – agua y comprende los iones  $H^+$  en la solución. Esta acidez se interpreta de acuerdo con la tabla 3 elaborada por el ICA.

**Tabla 3. Interpretación de la acidez del suelo según el ICA<sup>(6)</sup>**

<b>Reacción del suelo</b>	<b>Rango de pH</b>	<b>Interpretación</b>
Muy alcalino	Mayor de 8.0	Exceso de sodio. Se inhibe el crecimiento de la mayoría de las plantas
Alcalino	7.4 – 8.0	Exceso de carbonatos libres y/o sales solubles. Baja disponibilidad de fósforo, Boro, Zinc y Hierro
Neutro	6.6 – 7.3	Adecuada disponibilidad de nutrientes
Ligeramente ácido	6.1 – 6.5	Adecuada disponibilidad de nutrientes
Moderadamente ácido	5.6 – 6.0	Moderada solubilidad de fósforo y mediana disponibilidad del calcio y magnesio
Fuertemente ácido	5.1 – 5.5	Presencia de aluminio intercambiable en cantidades moderadas a altas, deficiencia de fósforo, baja disponibilidad de bases (Ca, Mg, Na, K)
Muy fuertemente ácido	4.6 – 5.0	
Exageradamente ácido	Menor de 4.5	

- Acidez intercambiable. Es la acidez debida a la presencia de iones aluminio y hidrógeno e intercambiables con una sal neutra.

Es importante tener en cuenta que el aluminio intercambiable al pasar a la solución o fase líquida del suelo reacciona con el agua formando hidróxidos de aluminio y este es tóxico para las plantas en pH inferiores a 5.5.

## **1.6 CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO (C.I.C)<sup>(6,7)</sup>**

Los cationes retenidos en los coloides del suelo pueden ser reemplazados por otros cationes; es decir, son intercambiables, y el número total de ellos que puede retener un suelo se le llama capacidad de intercambio catiónico.

Algunas partículas del suelo tienen la posibilidad de adsorber iones en su superficie que pueden intercambiar con la solución del suelo. Existe un equilibrio entre la concentración de iones en la solución y los retenidos por la fase sólida, si bien, este equilibrio es muy complejo y depende de la naturaleza del ión, del tipo de adsorbente y de la reacción de la solución, principalmente.

Esta característica está ligada a los coloides del suelo representados por la arcilla, las moléculas húmicas y los oxihidróxidos de hierro y aluminio, si bien pueden poseerla en menor grado las partículas de limo y arena muy fina. Al conjunto de constituyentes implicados en este proceso se le conoce como "complejo adsorbente" o "complejo de cambio".

Los suelos difieren en sus capacidades para retener cationes y esta habilidad depende de las cantidades y clases de arcillas y de materia orgánica presentes en él. Por ejemplo, un suelo con alto contenido de arcilla puede retener más cationes intercambiables que un suelo bajo en ella.

## 1.7 MATERIA ORGÁNICA DEL SUELO<sup>(6,7)</sup>

La materia orgánica del suelo es un factor determinante para regular muchos procesos relacionados con la productividad agrícola. Gros (1980) la define como un grupo de sustancias orgánicas variables, de color pardo o negruzco, que resultan de la descomposición de restos de organismos vegetales y animales.

Para poder comprender el concepto "Materia Orgánica" como fundamento de la fertilidad de los suelos de cultivo, diferenciémosla y clasifiquémosla, ya que su término es tan amplio que abarca todos aquellos compuestos que tienen como base el carbono, exceptuando claro está, los compuestos inorgánicos.

- Materia orgánica no degradable. Son todos aquellos productos que contiene carbono y que no son transformables en otros productos que mejoren la fertilidad del suelo, carecen por lo tanto de interés agrícola: plásticos, petróleo, fibras químicas, antracitas, aceites, etc.
- Materia orgánica degradable. Son todos aquellos desechos que a través del tiempo y por acción de los microorganismos aerobios fundamentalmente del suelo, se degradan y pueden transformarse en sustancias húmicas que mejoran la fertilidad de los suelos: pajas, restos de cosechas, residuos vegetales, algas marinas, compost, lignitos, etc.
- Materia orgánica degradada o descompuesta. Es todo aquel producto animal o vegetal descompuesto, que como tal, aporta directamente, y ya sin ningún tipo de transformaciones, una serie de sustancias nutritivas al suelo que son la base de su fertilidad: estiércol, turbas, humus, lignitos y leonarditas.
- Estrato húmico total. Es la resultante de las últimas fases de la transformación de la materia orgánica.

Está formado por los ácidos húmicos, ácidos fúlvicos y ácidos hmatomelánicos. Su característica química se basa en su solubilidad en medio básico. Al pasar la solución a medio ácido se floculan los ácidos húmicos, en tanto que los ácidos fúlvicos permanecen en solución.

## **1.8 EL FÓSFORO DEL SUELO<sup>(6,7)</sup>**

El fósforo en el suelo se clasifica como orgánico e inorgánico, dependiendo de la naturaleza de los compuestos en los cuales aparece. La fracción orgánica se encuentra en el humus y otros materiales orgánicos que pueden o no estar asociados con él.

La fracción inorgánica se presenta en numerosas combinaciones con hierro, aluminio, calcio, fluor y otros elementos. Los fosfatos también reaccionan con las arcillas para formar complejos arcillofosfatados, los cuales son generalmente insolubles.

**1.8.1 Formas químicas del fósforo en los suelos.** Los compuestos del fósforo se pueden agrupar en las siguientes clases:

- Fósforo inorgánico en suelos neutros, probablemente fosfatos del calcio.
- Fósforo inorgánico en suelos ácidos, presumiblemente en combinación con óxidos de hierro y aluminio.
- Compuestos orgánicos. Las formas del fósforo soluble,  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  y  $\text{HPO}_4^{2-}$ , que se encuentran en la solución del suelo, también hacen parte de la fracción inorgánica del fósforo del suelo.

El fósforo inorgánico existe en el suelo de muchas formas. Allí se forman en parte, por la reacción de los fertilizantes con ciertos componentes del suelo, y en este caso se llaman productos de reacción de los fosfatos. Algunas formas químicas del fósforo inorgánico del suelo se presentan en la tabla 4.

**1.8.2 Fuentes de fósforo en los suelos.** El fósforo elemental no se encuentra en estado puro en la naturaleza por su gran reactividad química. A éste le gusta enlazarse químicamente con elementos como el calcio, el hierro y el aluminio para formar compuestos insolubles que las raíces no pueden tomar.

**Tabla 4. Formas químicas del fósforo inorgánico del suelo<sup>(6)</sup>**

<b>Fórmula química</b>	<b>Nombre</b>
$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Fosfato dicálcico dihidratado
$\text{CaHPO}_4$	Fosfato dicálcico anhidro
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	Hidroxiapatita
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}$	Fluorapatita
$\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Fosfatos de hierro (estragita)
$\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Fosfatos de aluminio (variscita)

El fósforo proviene en su mayoría de la meteorización de la apatita, mineral compuesto de calcio y fósforo, además de flúor y cloro, que al descomponerse libera el fósforo formando diversos compuestos, incluyendo los ortofosfatos que las raíces de las plantas pueden absorber. Otra fuente de fósforo es la materia orgánica.

**1.8.3 Movimiento del fósforo en el suelo.** Su movimiento en el suelo es muy limitado, por lo general permanece en el lugar donde es colocado, sin que ocurran grandes pérdidas del elemento por lixiviación. Se mueve con mayor facilidad en los suelos arenosos que en los arcillosos.

**1.8.4 Factores que afectan la disponibilidad del fósforo.** La disponibilidad del fósforo depende de varias condiciones del suelo:

- Tipo y cantidad de arcilla. Las arcillas caoliníticas en zonas cálidas y lluviosas, y la alófana (arcilla de cenizas volcánicas), retienen más fósforo que otros suelos. A más cantidad de arcilla más fijación de fósforo.
- Aireación. En un suelo sin oxígeno no habrá ni crecimiento de las plantas ni absorción de nutrientes, como tampoco mineralización de la materia orgánica fuente de fósforo.
- La compactación. Reduce la aireación y el espacio poroso de la zona radicular, disminuye el volumen del suelo que las raíces pueden penetrar y limita de esta manera su acceso al fósforo del suelo, reduciendo su absorción.
- Una humedad óptima. Aumenta la disponibilidad de fósforo para las plantas, pero el exceso de agua desaloja el oxígeno, limitando el desarrollo radicular; como consecuencia, reduce la absorción del fósforo.
- El pH. La disponibilidad de los compuestos de fósforo en el suelo esta determinada básicamente por el pH.

## 2. VALIDACIÓN<sup>(3,8,9)</sup>

Aunque generalmente se tiene disponibilidad de métodos analíticos de muchas fuentes internacionalmente reconocidas, pueden presentarse ocasiones en que no se puedan utilizar estos o no existan para un análisis determinado. Por lo tanto se puede requerir el desarrollo de métodos analíticos. La validación es la integración del proceso de evaluación o de determinación de las características operacionales, ventajas y limitaciones de un método analítico con el fin de asegurar su confiabilidad y su pertinencia.

La validación es un proceso netamente experimental, es decir, se efectúa mediante estudios de laboratorio. Involucra el desarrollo de un protocolo que incluye la estimación de las medidas de precisión y exactitud aplicables a cualquier método analítico.

### 2.1 TIPOS DE VALIDACIÓN

- Validación prospectiva. Es el establecimiento de evidencia documentada para demostrar que una metodología nueva cumplirá con su propósito, basados en informaciones obtenidas antes de la implementación de la misma.
- Validación concurrente. Es el establecimiento de evidencia documentada para demostrar que un método cumple con su propósito, basados en información durante la implementación del mismo.

Se debe realizar un monitoreo en análisis, de las variables que demuestren que la metodología analítica esta bajo control.

- Validación retrospectiva. Consiste en el establecimiento de evidencia documentada para métodos utilizados a diario, no validados anteriormente y de los cuales se dispone de suficiente documentación para demostrar la bondad del método.
- Validación interna o revalidación. Es el proceso de verificar, dentro del laboratorio, que un método previamente validado en otro ámbito conduce a resultados fiables, o es la repetición total o parcial de una validación, se lleva a cabo cuando hay cambio o reemplazo en una pieza crítica en un sistema o equipo que pueda afectar la bondad del método ya validado, cambio en instalaciones, cambio en alguna metodología analítica llevada a cabo en el laboratorio y si se va a iniciar el uso en forma rutinaria de un método analítico ya validado por otros entes.
- Transferencia de validación. Es la confrontación de resultados de pruebas de adecuación y análisis en paralelo, por lo menos, dos muestras homogéneas obtenidas por el equipo de validación y el grupo que aplicara la técnica.

## **2.2 ALCANCE DEL TRABAJO DE VALIDACIÓN<sup>(9)</sup>**

El proceso de validación se puede realizar a varios niveles: Equipos, método analítico y muestra se verifican por separado para finalizar con una verificación del sistema analítico integral, todos y cada uno mediante pruebas de suficiencia.

- Verificación metrológica de equipos. Utiliza patrones internacionales y conduce a establecer los protocolos y rutinas necesarios.
- Verificación de sensibilidad, repetibilidad y experiencia del personal involucrado. Utiliza patrones internacionales y conduce al aseguramiento

estadístico, entrenamiento del personal y documentación para ejecución y para control estadístico.

- Verificación de aplicación. Utiliza muestras conocidas para establecer el sesgo, precisión y exactitud esperados.
- Verificación de la muestra, modelamiento del sistema de muestreo, prueba estadística de representatividad y homogeneidad. Conduce a protocolos de muestreo.
- Validación del sistema. Modelamiento del sistema completo, inclusión programada de muestras, patrones y duplicados, conduce a aseguramiento estadístico y cierra el proceso con la integración de la documentación en un único texto, de sistema analítico validado.

### **2.3 SECUENCIA DE VALIDACIÓN**

La validación consta de los siguientes pasos:

- Seleccionar el método para cada parámetro.
- Crear una carpeta para toda la documentación general del proceso.
- Poseer y conocer el protocolo del método disponiendo de una copia de éste.
- Conocer el fundamento químico y físico del método y de la técnica a la cual pertenece éste.
- Conocer el funcionamiento del equipo de medición. En lo posible se debe tener el manual de operación cerca de cada uno de los equipos.

- Hacer un inventario de los reactivos necesarios para la validación.
- Hacer un inventario de vidriería y otros materiales necesarios para la validación, señalando requerimientos para su limpieza.
- Diseñar un formato para la recolección de datos.
- Verificar y optimizar las condiciones y parámetros instrumentales, incluyendo curva de calibración.
- Definir el intervalo de aplicación del método, teniendo en cuenta: Información de la literatura, interés específico y los ensayos preliminares en el laboratorio.
- Diseñar el plan y un procedimiento detallado para la preparación y análisis de reactivos, estándares, muestras adicionadas de acuerdo con el tiempo de vida útil de cada uno y la estabilidad del analito.

### **3. PRINCIPALES CARACTERÍSTICAS DE CALIDAD DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS<sup>(11,12,13)</sup>**

El diseño experimental se realizó por el método factorial, ya que la cantidad de experimentos necesarios para hacer la estandarización de los métodos, utilizando variaciones a un solo factor sería considerablemente alta. Los experimentos factoriales permiten evaluar adecuadamente un proceso determinado con un mínimo número de experiencias, además de brindar información sobre las interacciones entre factores, pues es imposible considerar el efecto de cualquier nivel sin tener en cuenta también los niveles de otro factor.

La combinación óptima de los dos se encuentra sólo a través de un experimento factorial, siendo notable el hecho que lejos de haber pérdidas de exactitud al optar el esquema factorial, cada combinación puede hacerse con una precisión tan grande como si todo el experimento se hubiera dedicado sólo a una comparación.

Para realizar el diseño factorial es necesario tomar los factores que posiblemente afecten la determinación y a los cuales se les asignará cierto tipo de niveles a variar. Se escogió el diseño experimental factorial para tres variables a dos niveles; de esta forma el número de experimentos para el diseño factorial esta dado por  $2^n=2^3=8$ .

Los experimentos constan de las diferentes combinaciones de los niveles de estas variables, siendo de primordial importancia realizarlos aleatoriamente.

### 3.1 MÉTODO DE YATES PARA EL CÁLCULO DE LOS TOTALES DE EFECTOS FACTORIALES<sup>(11,12)</sup>

Yates proporciona un método automático para calcular los totales de efectos factoriales, sin escribir las expresiones algebraicas que a ellos corresponden. Si todos o la mayoría de los efectos se quieren estudiar, el método Yates es el más eficaz.

Los pasos para aplicar el método de Yates son los siguientes:

- Escribir la combinación de tratamientos en el orden sistemático que se muestra en la tabla 5. Las letras A, B y C se introducen por turno. La introducción de cualquiera de las letras es seguida por sus combinaciones.

**Tabla 5. Combinación de tratamientos en el orden sistemático**

Combinación	Variable A	Variable B	Variable C
1	-	-	-
2	+	-	-
3	-	+	-
4	+	+	-
5	-	-	+
6	+	-	+
7	-	+	+
8	+	+	+

- Para obtener el primer Yates  $Y_1$ , se suman los resultados por pares, el primero con el segundo colocando el resultado en la primera fila, y así sucesivamente; posteriormente para la segunda mitad de la columna se resta de cada par, al segundo miembro el primero, al cuarto miembro el tercero, hasta completar la

columna. De la misma forma se obtienen  $Y_2$  y  $Y_3$ . El número de Yates que debe ser construido debe ser igual al número de variables.

- Los números de la columna  $Y_3$  son los valores obtenidos por combinación de las medias con la columna de signo apropiada. Para obtener los efectos solo resta dividir por el divisor adecuado, los cuales son  $2^3=8$  para el primero y,  $2^{3-1}=4$  para los restantes.

La primera celda de la columna efectos proporciona la media general de todas las observaciones; los demás efectos se identifican por los signos más de la matriz del diseño. Así, en la segunda fila de la tabla 5 aparece un signo más únicamente en la columna A, luego el efecto de esta fila es el efecto de A. En la sexta fila aparece el signo más en las columnas A y C, por lo que el efecto es debido a la interacción AxC.

### **3.2 AJUSTE DE UN MODELO MATEMÁTICO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE LAS METODOLOGÍAS ANALÍTICAS<sup>(11,12)</sup>**

Para ajustar los resultados a una ecuación, primero se debe identificar y descartar los efectos que no tienen mayor incidencia en los resultados de los ensayos. Para esto es necesario comparar los valores de cada uno de los efectos con la diferencia media (DM). La diferencia media (DM) se obtiene de los resultados de los ensayos repetitivos en el punto central del diseño. La determinación se muestra a continuación:

- Se halla el valor medio de los ensayos

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{N}$$

donde:

$\bar{X}$  = Valor medio de los ensayos

$X_i$  = Valor de cada repetición

$N$  = Número de repeticiones

- Se halla el error experimental

$$S_{\text{exp}}^2 = \frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{\text{G.L.}}$$

donde:

$S_{\text{exp}}$  = Error experimental

**G.L.** = Grados de libertad (N-1)

- Se halla la desviación estándar media DMS:

$$\text{DMS}^2 = \frac{2S_{\text{exp}}^2}{N}$$

- Se encuentra la diferencia media DM:

$$\text{DM} = t \times \text{DMS}$$

Donde:

$t = t\text{-student}$

En el anexo 1 se pueden observar los valores de *t-student* para un nivel de confianza de 95% y 99%.

### 3.3 OBTENCIÓN DE LA ECUACIÓN DEL MODELO MATEMÁTICO<sup>(11,12)</sup>

Los efectos que representarán incidencia en el proceso son aquellos para los que se cumpla que el valor absoluto del efecto es mayor o igual que la diferencia

media. Los coeficientes del modelo matemático corresponden a las combinaciones de niveles que resultaron significativas. Tabulando los efectos significativos se observa que el primer valor de la columna representa el valor medio de la respuesta obtenida de los ensayos y será un valor constante en la ecuación. Los valores restantes, se obtienen de dividir en 2 los efectos, estos valores representan los coeficientes de las variables o de las interacciones de las variables en la ecuación.

Los resultados de este análisis se ilustran por medio de una ecuación, que representa un modelo matemático que se ajusta a los resultados. El último término representa el error experimental obtenido a partir de los ensayos repetitivos en el centro experimental.

### **3.4 DETERMINACIÓN DE SENSIBILIDAD<sup>(2)</sup>**

La sensibilidad de un método de análisis es una característica independiente de la concentración y muchas veces ha sido considerada como sinónimo de "cantidad mínima detectable". La sensibilidad es la medida del cambio en la respuesta cuando hay un pequeño cambio en la concentración. Este valor será constante entre los límites de concentración dentro de los cuales el método presenta regresión lineal. La sensibilidad del método esta dada por la pendiente de la curva de calibración.

Se empleó el espectrofotómetro Perkin – Elmer 35 para establecer el límite de detección y la sensibilidad para cada uno de los métodos estandarizados. Se prepararon patrones de diferentes concentraciones para cada uno de los métodos, a los cuales se realizó la lectura de las concentraciones por el mismo operario y en las mismas condiciones de trabajo (parámetros instrumentales y longitudes de onda).

### 3.5 PRUEBA DE DIXON<sup>(14)</sup>

La prueba de Dixon para descartar valores anómalos, dentro de una serie de datos es fácil de aplicar debido a la simplicidad de los cálculos que este requiere. Este método asume que el promedio de la población y la desviación estándar son desconocidos y de otro lado que el grupo de datos considerados es la única fuente de información, una suposición adicional considera que los datos están distribuidos normalmente. Los valores obtenidos experimentalmente, son ordenados de menor a mayor, una vez hecho esto, se empieza a sospechar, ya sea de los valores más bajos o de los más altos; al aplicar ésta prueba se conoce si el dato es anómalo y debe descartarse o si por el contrario debe retenerse.

La prueba de Dixon está basada en la probabilidad de que los datos anómalos se presenten por casualidad, debido a la variación de los valores experimentales analizados. La metodología seguida para aplicar ésta prueba a una serie de datos se presenta a continuación.

- Los datos deben ser organizados en orden creciente.

$$X_1 < X_2 < X_3 \dots < X_N$$

- Se debe seleccionar un nivel de confianza (en este caso del 95%)
- Calcular la relación de Dixon, dependiendo del número de datos, los criterios son los siguientes:

Número de datos	Relación a ser calculada
N= 3 – 7	r <sub>10</sub>
N= 8 – 10	r <sub>11</sub>
N= 11 – 13	r <sub>21</sub>
N= 14 – 25	r <sub>22</sub>

Las relaciones ( $r$ ) se define de la siguiente manera:

$r$	Si $X_N$ es sospechoso	Si $X_1$ es sospechoso
$r_{10}$	$(X_N - X_{N-1}) / (X_N - X_1)$	$(X_2 - X_1) / (X_N - X_1)$
$r_{11}$	$(X_N - X_{N-1}) / (X_N - X_2)$	$(X_2 - X_1) / (X_{N-1} - X_1)$
$r_{21}$	$(X_N - X_{N-2}) / (X_N - X_2)$	$(X_3 - X_1) / (X_{N-1} - X_1)$
$r_{22}$	$(X_N - X_{N-2}) / (X_N - X_3)$	$(X_3 - X_1) / (X_{N-2} - X_1)$

- El valor calculado anteriormente debe ser comparado con el valor crítico del nivel de confianza seleccionado (anexo 2)
- Si el valor calculado es mayor que el correspondiente valor crítico de la tabla, este debe ser rechazado, si es menor deberá ser retenido.

### 3.6 REGRESIÓN LINEAL SIMPLE (RLS)<sup>(13)</sup>

Es un método muy común de ajuste a la mejor línea recta a través de dos grupos de datos binarios, aunque esto no es estrictamente cierto puesto que como se da en el caso de las curvas de calibración en donde la variable dependiente (valores de  $y$ ) contienen error al azar en la medida, mientras que la variable independiente (valores de  $x$ ) esta libre de error al azar porque es predeterminada.

Este método de ajuste contiene una suposición implícita y consiste en que el error absoluto de la medida en los valores de  $y$  es homocedástica, es decir, que la varianza es constante durante todo el rango de valores de  $x$ ; desafortunadamente esto no es cierto pues se puede observar que los valores de desviación estándar correspondientes a las medidas de intensidad aumentan con la concentración, lo cual implica que la varianza de los valores de  $y$  es heterocedástica.

Con base en lo anterior se realizó el ajuste lineal por mínimos cuadrados de la curva de calibración con valores de  $y$  (absorbancia) Vs valores de  $x$  (concentración) y posteriormente la curva con valores de  $y$  (desviación estándar de los valores de absorbancia obtenidos para cada valor de concentración) Vs valores de  $x$  (concentración). Con éste método se obtienen los valores de pendiente ( $m$ ), intercepto ( $b$ ) y el coeficiente de correlación ( $r$ ); con base en ellos se calcula el límite de detección y sensibilidad de cada uno de los métodos.

### **3.7 PRECISIÓN<sup>(2)</sup>**

Es el grado de concordancia entre el resultado de pruebas individuales, cuando el procedimiento es aplicado repetidamente a muestreos múltiples de una muestra homogénea. La precisión de un método analítico es generalmente expresada por la desviación estándar o desviación estándar relativa (coeficiente de variación). La precisión puede ser una medida del grado de reproducibilidad o de repetibilidad de un método analítico bajo condiciones normales de operación.

La precisión de un método analítico se determina ensayando un número suficiente de soluciones de una muestra homogénea, con las que sea posible calcular una desviación estándar, estadísticamente válida o desviación estándar relativa. Los ensayos en este contexto son análisis independientes de muestras a las que se ha aplicado el procedimiento analítico completo desde la preparación de la muestras hasta el resultado final.

### **3.8 EXACTITUD<sup>(2)</sup>**

Es la cercanía del valor obtenido y el valor establecido como verdadero para la muestra. Un método de análisis no puede ser exacto si no es específico. La falta de

concordancia entre estos valores es debida a los errores aleatorios y a los errores sistemáticos del método, por lo cual es indispensable cuantificar la magnitud de cada uno de esos errores.

La exactitud puede ser evaluada analizando una muestra de concentración conocida y comparando el valor medio con el valor verdadero. La prueba *t-student* puede emplearse para conceptualizar sobre la exactitud de un método por la comparación de las dos medias (valor recomendado y valor obtenido), esta prueba asume que los valores obtenidos se comportan como una población normal.

El procedimiento en la prueba *t-student*, a seguir con el tratamiento de datos se describe a continuación.

- Se calcula la cantidad  $t_{\text{exp}}$  por medio de la siguiente ecuación,

$$t = \frac{((\bar{X} - u) \times \sqrt{N - 1})}{S}$$

donde:

$t$  = Valor medio de la serie finita

$u$  = Valor medio que se espera cuando se ha llevado la serie a un número infinito de mediciones

$S$  = Desviación estándar calculada

$N$  = Número de mediciones de la serie finita

- Se busca el  $t_{\text{crítico}}$  en tablas (anexo 1), que corresponda al mismo nivel de confianza y grados de libertad.

- Posteriormente si  $t_{\text{crítico}} > t_{\text{exp}}$ , la hipótesis nula se justifica "método exacto" y la diferencia entre  $\bar{X}$  y  $u$  se deberá a errores indeterminados; si por el contrario  $t_{\text{crítico}} < t_{\text{exp}}$ , la diferencia entre  $\bar{X}$  y  $u$  es significativa dentro de un nivel de

probabilidad elegido se justifica "método no exacto" y puede suponerse que el método tiene alguna fuente de error determinado.

El porcentaje de exactitud del método se puede hallar mediante las siguientes ecuaciones:

$$\% \text{ Inexactitud} = \frac{C_{\text{experimental}} - C_{\text{teórico}}}{C_{\text{teórico}}} \times 100$$

$$\% \text{ Exactitud} = 100 - \% \text{ Inexactitud}$$

Donde,

C = concentración

### 3.9 PRUEBA F<sup>(2)</sup>

La cantidad **F** es el cociente de los cuadrados de las desviaciones estándar:

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

el numerador y el denominador se escogen de forma que  $F \geq 1$ . Si **F** no es igual a 1, puede deberse a variaciones aleatorias. Para comprobar, dentro de un cierto grado de certeza, si este es el caso, se compara el valor de **F** con el valor crítico que se encuentran en las tablas para el número de grados de libertad y el nivel de probabilidad deseados (anexo 3). Existen dos tipos de pruebas a realizar: de una y dos colas. La prueba de una cola examina si un método es más preciso que el otro. La prueba de dos colas se usa para determinar si las desviaciones estándar difieren significativamente.

#### **4. DESCRIPCIÓN DE PARÁMETROS Y METODOLOGÍA UTILIZADA EN EL LABORATORIO<sup>(15,16)</sup>**

El análisis de suelos comprende las siguientes etapas a saber:

- Toma de la muestra
- Preparación de la misma
- Análisis de laboratorio
- Interpretación y recomendación de fertilizantes y enmiendas

##### **4.1 TOMA Y PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS<sup>(15)</sup>**

Antes de ser analizadas en el laboratorio, las muestras tienen el siguiente proceso de preparación:

- **SECADO.** Se extiende la muestra de suelo sobre papel periódico a temperatura ambiente donde permanece aproximadamente 24 horas dependiendo de la humedad inicial y de la clase de suelo.
- **MOLIENDA Y TAMIZADO.** Los terrones y agregados grandes deben reducirse de tamaño en un mortero de porcelana y se pasa por un tamiz No.10 (diámetro interior de la malla 2mm).

## 4.2 pH DEL SUELO<sup>(15,16)</sup>

La reacción del suelo se mide por la actividad de los iones hidrógeno, expresada en términos de pH. El pH es el logaritmo negativo de la actividad de los iones hidrógeno. Se utiliza esta forma de expresión para evitar el uso de decimales o exponentes.

El pH del suelo es uno de los parámetros más usados en el análisis de suelos por reflejar en sí mismo fundamentales características del suelo. Los factores que determinan las variaciones en la medida de pH son:

- La relación suelo – agua: a medida que se diluya la suspensión de suelo el pH aumenta; este fenómeno se conoce como “efecto de dilución”. El aumento en el pH producido por la dilución, entre un suelo saturado y en relación suelo – agua 1:5 puede ser superior a una unidad de pH. Las relaciones más utilizadas para determinar el pH son: 1:1, 1:2.5 y 1:5 en peso a peso; peso a volumen o volumen a volumen.
- La concentración de electrolito. En términos generales, cuando aumenta la concentración de sales neutras en la suspensión del suelo el pH disminuye. Este fenómeno se denomina “efecto de las sales solubles”.

En la determinación del pH, en suspensiones acuosas, se producen variaciones estacionales estrechamente asociadas al efecto de las sales; durante los periodos secos se acumulan las sales y el valor de pH disminuye pero, en la estación lluviosa, cuando las sales se lavan, el pH retorna a su máximo valor. Variaciones similares pueden ocurrir por efecto de los fertilizantes.

La medida de pH, en suspensiones de sal, como KCl. 1N, está menos influida por estas variaciones y por lo tanto, refleja más acertadamente las condiciones intrínsecas del suelo. El valor del pH del suelo en suspensión de KCl 1N puede ser, respecto a la medida en suspensión acuosa mayor de 1.5 a 2.0 unidades de pH. El pH medido con una solución de KCl esta notablemente influida por la reacción suelo – solución.

El método que utiliza solución de  $\text{CaCl}_2$  0.01M tiene las siguientes ventajas respecto a los otros métodos:

- El valor del pH es independiente de la disolución en un amplio rango de relaciones suelo – agua.
- No esta prácticamente influido por la cantidad de sales presente en el suelo.
- La solución de  $\text{CaCl}_2$  0.01M es aproximadamente equivalente a la concentración total de electrolito de una suspensión de suelo no salino, con el contenido óptimo de agua en el campo; esto garantiza una medida más real.
- La suspensión del suelo, en  $\text{CaCl}_2$  está floclada y la colocación del electrodo en el líquido claro sobrenadante, disminuye el error producido por el potencial de unión líquida. El pH, medido en  $\text{CaCl}_2$  es aproximadamente 0,5 unidades de pH menor que el obtenido en agua a la reacción suelo – agua 1:2.
- La presión parcial de  $\text{CO}_2$  del aire. El  $\text{CO}_2$  tiende a disminuir el pH del suelo; este efecto, a la presión existente en la atmósfera es pequeño en aquellos suelos que tienen pH por debajo de 7, pero en los suelos calcáreos el pH disminuye linealmente con un aumento en el logaritmo de la presión parcial de  $\text{CO}_2$  en la atmósfera.

### 4.3 ACIDEZ INTERCAMBIABLE (ALUMINIO)<sup>(15,16)</sup>

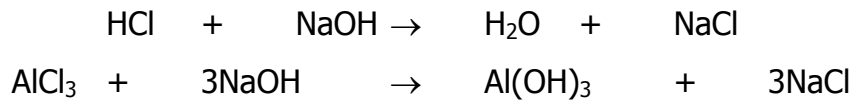
La acidez intercambiable se define como la proporción de acidez del suelo que se reemplaza con una solución de sal neutra no amortiguada. Como sal neutra puede emplearse el KCl, NaCl y CaCl<sub>2</sub>. La acidez intercambiable en los suelos está constituida principalmente por aluminio monomérico y por pequeñas cantidades de hidrógeno de cambio. En los suelos donde la materia orgánica contribuye primordialmente a la capacidad catiónica de cambio, parece existir una alta proporción de acidez intercambiable en forma de H<sup>+</sup> de cambio; pero, de acuerdo con Yuan (1963), esto es más aparente que real, ya que el aluminio presenta dificultad para ser extraído de la materia orgánica y en estas condiciones el hidrógeno que aparentemente es intercambiable, se produce en realidad por la hidrólisis de aluminio difícilmente intercambiable.

La determinación de acidez intercambiable se restringe a los suelos con pH inferiores a 5.5, ya que las soluciones salinas neutras no extraen los hidroxialuminios y los grupos ácidos de la materia orgánica, salvo los carboxílicos, no ionizan apreciablemente a pH inferiores a 7.0. Lo anterior significa que la acidez intercambiable del suelo está dada por los componentes que se comportan como ácidos fuertes.

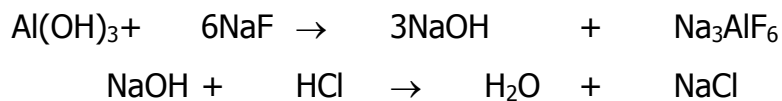
En líneas generales, esta determinación consiste en una extracción con solución de sal neutra no amortiguada y la titulación, en el extracto, de la acidez total. La solución salina utilizada en la extracción del aluminio debe cumplir dos requerimientos esenciales, alta concentración del ión desplazante y conservación del aluminio en forma soluble. El KCl 1N es la solución más comúnmente utilizada para la extracción del aluminio; en la operación de lavado se forma acidez suficiente para mantener un pH bajo que garantice la solubilidad del aluminio. En el extracto obtenido puede determinarse la acidez intercambiable por titulación,

por este mismo método es posible diferenciar entre aluminio e hidrógeno de cambio. La determinación de aluminio puede también, efectuarse colorimétricamente con aluminion o con eriochromecyanine R, de acuerdo con las técnicas dadas por Maclean (1965).

Por el método volumétrico, una vez extraída la acidez, el filtrado se titula con una base estándar. Esquemáticamente, las reacciones involucradas en la determinación de acidez intercambiable, por el método de titulación, son las siguientes:



Si se quiere discriminar entre hidrógeno y aluminio intercambiables, se agrega al extracto, ya titulado una solución de NaF; el aluminio que esta en forma de hidróxido, forma un complejo estable, flualuminato, y deja en libertad iones OH<sup>-</sup>. La cantidad de aluminio se determina por titulación de los OH<sup>-</sup> liberados con ácido estándar. Las reacciones efectuadas pueden esquematizarse de esta manera:



La diferencia entre la acidez y el aluminio intercambiable da el hidrógeno intercambiable.

#### 4.4 CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO (C.I.C.)<sup>(15,16)</sup>

La capacidad de intercambio catiónico se define como la suma de los cationes intercambiables de un suelo y se expresa en meq/100g de suelo seco a 105°C. El orden de magnitud de la capacidad de intercambio varía entre 1.0 y 100meq/100g

y para un mismo suelo el valor de esta capacidad depende de la técnica utilizada. Por lo anterior, cuando se dan los valores de estas capacidades, reviste especial importancia especificar la técnica utilizada en términos de pH de la solución reemplazante y la clase de sal empleada.

Los métodos utilizados en la determinación de capacidad de intercambio pueden agruparse en la siguiente forma:

- Aquellos en que los cationes intercambiables se reemplazan por amonio, bario, calcio o sodio y el catión absorbido se cuantifica posteriormente de acuerdo con un método apropiado.
- Los que utilizan ácidos diluidos y el hidrógeno y el aluminio que saturan el material de intercambio, se titula con una base hasta pH 7 a 8.5.
- Los que involucran el equilibrio de un suelo pretratado con acetato de calcio, con solución de nitrato de calcio ( $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ) que contenga  $^{45}\text{Ca}$  o  $^{40}\text{Ca}$ .
- Los operacionales, en los cuales la capacidad de intercambio no se determina directamente, sino por la suma de las bases intercambiables ( $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{Mg}^{+2}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ), más el aluminio e hidrógeno de cambio.

Los métodos más usados, pertenecen al primer grupo. Los agentes más comúnmente utilizados en la solución desplazante son: acetato de amonio normal y neutro, acetato de sodio a pH 8.2, solución de cloruro de bario 0.5N más trietanolamina y cloruro de potasio sin amortiguar.

El método del acetato de amonio tiene algunas ventajas:

- Es el más utilizado y por este motivo se le considera como estándar de referencia. La mayoría de los valores de capacidad de intercambio dados en la literatura están ejecutados de acuerdo con esta técnica.
- Al trabajar con una solución altamente amortiguada, la última parte de la solución que percola a través del suelo tiene el mismo pH de la solución amortiguada.
- El amonio es fácilmente determinado.
- En la misma operación se determinan las bases de cambio.

Para suelos que contienen altas cantidades de materia orgánica, caolín, haloisita y minerales arcillosos del tipo 2:1 se obtiene un valor bajo de capacidad de intercambio debido a un reemplazo incompleto de los iones aluminio e hidrógeno por el acetato de amonio. En suelos con contenidos altos de arcilla vermiculítica el amonio al reemplazar los cationes en la intercapa puede posteriormente no ser sustituido y valorado en su totalidad por los métodos comúnmente utilizados, obteniéndose así un valor bajo para la capacidad de cambio.

También, en suelos calcáreos, el acetato de amonio solubiliza grandes cantidades de carbonatos y este calcio en la solución de reemplazo impide la completa saturación del complejo con amonio y por tanto resulta una capacidad de cambio baja.

El método de acetato de sodio obvia algunos de los problemas del acetato de amonio: no se produce fijación de amonio en los suelos vermiculíticos y algunos investigadores anotan que la capacidad de cambio no es afectada, en este método, por la presencia de carbonato de calcio.

#### 4.5 MATERIA ORGÁNICA (M.O.)<sup>(15,16)</sup>

El carbón es el componente principal de la materia orgánica que puede determinarse cuantitativamente. Según Allison (1965), la materia orgánica de los suelos incluye:

- Residuos frescos de animales y plantas capaces de descomponerse rápidamente con pérdida de su identidad y liberación subsiguiente de los elementos nutritivos.
- El "humus", que representa la más vasta reserva de materia orgánica resistente; tiene alta capacidad de adsorción de cationes y mejora la estructura del suelo.
- Las formas inertes de carbón elemental, como carbón vegetal, carbón mineral o grafito, las cuales están ocasionalmente presentes, en cantidades apreciables.

Los métodos para estimar el contenido de carbono de los suelos son de dos tipos: métodos directos, basados en el proceso de combustión, en los cuales el contenido de carbón se mide cuantitativamente por el CO<sub>2</sub> desprendido, y métodos indirectos, basados en la reducción del ión Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>-2</sup>, donde el contenido de carbón se mide por titulación del ión dicromato no reducido. El contenido de carbón se expresa en porcentaje del elemento en suelo seco en la estufa a 105°C. Puede expresarse también como porcentaje de materia orgánica del suelo multiplicando el porcentaje de C por el factor de Van Bemmelen, 1.724, obtenido en el supuesto de que la materia orgánica del suelo contiene un 58% de carbón.

Los métodos indirectos, son sujetos a interferencias con sustancias diferentes del carbón y fácilmente oxidables, como Cl<sup>-</sup>, Fe<sup>+2</sup> y Mn<sup>+4</sup>. Igualmente, no permiten una oxidación completa de la materia orgánica. La forma más conveniente para

eliminar la interferencia de cloruros es precipitar el anión como AgCl por adición de  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  al digerido ácido. Otra manera de eliminar la interferencia consiste en lavar el suelo hasta ausencia de  $\text{Cl}^-$ , o aplicar un factor de corrección al contenido aparente de C. Walkley (1946) encontró válida la relación  $\text{Cl}^-/\text{C} = 5$ , la cual es adecuada para todos los suelos, salvo para los suelos muy salinos, en los que  $\%C = (\%C \text{ aparente en el suelo}) - (\%\text{Cl}^-/12)$ .

#### 4.6 FÓSFORO DISPONIBLE (P)<sup>(15,16)</sup>

La determinación de fósforo disponible se realiza solubilizando el elemento y determinándolo cuantitativamente por un método apropiado. Como extractantes del fósforo disponible se utilizan: agua destilada, ácido clorhídrico y ácido sulfúrico diluidos, soluciones de bicarbonato de sodio y solución de ácido clorhídrico más fluoruro de amonio.

Los extractantes más comúnmente utilizados son los dos últimos. Para la extracción con bicarbonato de sodio, se usa una solución 0.5M de la sal a pH 8.5. En los suelos neutros, alcalinos o calcáreos, que contiene fosfato de calcio, el bicarbonato precipita carbonato de calcio con la consiguiente disminución del calcio y aumento en la concentración de fósforo en la solución del suelo.

En suelos ácidos, que contienen fosfato de hierro y aluminio, aumenta la concentración de fósforo en la solución del suelo con la subida de pH. La solución de  $\text{HCl} + \text{NH}_4\text{F}$ , utilizada con buenos resultados en suelos ácidos, remueve las formas de fósforo fácilmente solubles en ácido por una gran proporción de fosfatos de calcio y de hierro y aluminio. Estos últimos, por formación de complejo entre los metales y el ión fluoruro.

Para la determinación cuantitativa del elemento en el extracto, el método que se adapta mejor a las cantidades de fósforo existentes en los suelos y que da una buena sensibilidad, es el del "azul de molibdeno". Se basa en la formación del complejo fosfomolibdico entre los iones ortofosfato de la solución y el molibdato ácido que se adiciona. El complejo fosfomolibdico, por acción de agentes reductores, como el cloruro estanoso, produce el colorante azul de molibdeno.

## 5. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Con el fin de verificar la confiabilidad de los datos emitidos el Laboratorio de Suelos de la Secretaria de Agricultura y Desarrollo Rural de Santander ante los demás municipios del departamento, empresas y particulares a los cuales se les realizan los análisis del suelo para uso agrícola, está en la obligación de validar las técnicas utilizadas. Así mismo, para iniciar un proceso de acreditación. Las etapas que se llevaron a cabo para la estandarización de algunos parámetros físico – químicos está conformada por:

**1. Evaluación preliminar del proceso.** Esta etapa involucró el conocimiento de las variables importantes y controlables, las cuales dependen en su mayoría de las características que se usen en la etapa de extracción.

La experimentación preliminar permitió conocer efectos y tendencias al hacer cambios en algunas de las variables, con miras al desarrollo de un diseño experimental.

**2. Desarrollo experimental.** Después de realizada la revisión bibliográfica fundamental, se procedió a determinar las variables que se estudiaran estadísticamente durante la estandarización de los métodos ya mencionados, escogiéndose éstas de acuerdo al efecto que ellas tienen durante la realización del proceso de extracción.

Estos análisis se realizaron para tres tipos de métodos que son: potenciométrico en la determinación del pH; volumétricos en la determinación de aluminio disponible, capacidad de intercambio catiónico y materia orgánica; y colorimétrico para la determinación de fósforo y materia orgánica.

**3. Evaluación del diseño experimental.** En esta etapa se realizó el análisis estadístico de las técnicas y se evaluó cuál de ellos es el más conveniente de usar tanto en economía como por respuesta.

**4. Evaluación experimental del método estandarizado.** Después de haber obtenido las mejores condiciones de trabajo se aplicaron los nuevos métodos a muestras de suelos diferentes comprobándose que funciona para cualquier tipo de suelo como lo sugiere la literatura.

## **5.1 PARTE EXPERIMENTAL**

### **5.1.1 Técnicas y procedimientos<sup>(15,17)</sup>**

#### **5.1.1.1 Determinación del pH del suelo**

**1. Principio del método.** El potenciómetro mide una diferencia de potencial eléctrico en milivoltios entre un electrodo de referencia, generalmente de calomel, que lleva en su interior una solución de referencia, y otro electrodo generalmente de vidrio, que es sensible a los  $H^+$  de la solución del suelo que pasan a través de una membrana de vidrio poroso especial de 1mm de diámetro. En el potenciómetro los dos electrodos están incorporados en uno solo. La parte externa del electrodo es la sensible y la interna es de referencia; esta clase de electrodo se denomina electrodo combinado.

#### **2. Equipos y materiales de laboratorio**

- Balanza analítica METTLER TOLEDO A6 tipo PB 3002, SNR 000294

- Potenciómetro Metrohm 632, provisto de electrodo combinado para leer en el rango de pH 1 a 13
- Tamiz No.10 (diámetro interior de la malla 2mm)
- Agitador mecánico TIMER, programable. TAP-MAC 120
- Frasco lavador
- Vasos plásticos de 100mL

### 3. Reactivos

- Soluciones tampón para calibrar el potenciómetro. Soluciones de pH 4.0 y 7.0. Deben prepararse cada dos meses y guardadas en nevera
- Soluciones tampones de trabajo. Envasadas en frascos plásticos de 50mL, aproximadamente. Cambiarlas semanalmente.

### 4. Procedimiento experimental<sup>(15)</sup>

Colocar 25g de suelo seco en un vaso plástico de 100mL, adicionar 25mL de agua destilada y agitar, aproximadamente cada 15 minutos. Después de 1 hora preparada la suspensión, leer el pH directamente con el potenciómetro (antes de la lectura del pH se debe agitar la solución). Lavar y jugar el electrodo al terminar cada lectura

#### 5.1.1.2 Determinación de aluminio disponible ( $Al^{+3}$ )

**1. Principio del método.** Cuando se trata el suelo con una solución de cloruro de potasio, el  $K^+$  reemplaza al  $H^+$  y el  $Al^{+3}$  intercambiables formándose en la solución HCl y  $AlCl_3$  los cuales pueden ser titulados con una solución estandarizada utilizando como indicador fenolftaleína. Si a esta solución titulada se agrega fluoruro de sodio el aluminio presente en la forma  $Al(OH)_3$  se convierte en un

complejo estable de flúor aluminato y se produce NaOH. La cantidad de aluminio puede entonces ser determinada titulando con un ácido fuerte el NaOH formado en presencia del mismo indicador.

## 2. Equipos y materiales de laboratorio

- Balanza analítica METTLER TOLEDO A6 tipo PB 3002, SNR 000294
- Tamiz No.10 (diámetro interior de la malla 2mm)
- Agitador mecánico TIMER, programable. TAP-MAC 120
- Balones aforados de 100, 250, 500 y 1000mL
- Probetas de 25mL
- Buretas de 25mL
- Pipetas volumétricas de 20 y 25mL
- Erlenmeyer de 250mL
- Vasos plásticos de 100mL
- Papel de filtro

## 3. Reactivos

- Solución de hidróxido de sodio (NaOH) estandarizado 0.1N
- Solución de ácido clorhídrico (HCl) estandarizado 0.1N
- Solución de fluoruro de sodio (NaF) al 4%
- Solución de cloruro de potasio (KCl) 1N
- Indicador. Solución de fenolftaleína al 0.1%

## 4. Procedimiento experimental<sup>(17)</sup>

- Determinación de  $Al^{+3} + H^+$ . Tomar 5g de suelo, agregar 25mL de solución de KCl 1N, agitar durante 10min o dejar en reposo durante la noche; filtrar y completar con solución de KCl 1N lavando sobre el embudo hasta un volumen

aproximado de 60mL. Tomar el filtrado en un erlenmeyer de 250mL, agregar gotas de indicador y titular con solución de NaOH 0.1N hasta color rosado pálido.

- Determinación de Al<sup>3+</sup>. A la solución titulada con NaOH 0.1N (arriba) agregamos 1 gota de HCl 0.1N para decolorarla. Agregar 2.5mL de solución de NaF al 4% y agitar, si la solución contiene aluminio el color rosado retorna.

Titular con la solución de HCl 0.1N hasta que el color rosado desaparezca. Agregar 1 o 2 gotas del indicador, agitar, dejar en reposo 2 minutos; si el color rosado retorna, continuar la titulación hasta que una nueva adición de indicador, agitación rigurosa y reposo no coloree la solución.

#### 5. Cálculo para determinar Aluminio disponible

$$\text{Aluminio intercambiable (meq / 100g de suelo)} = \frac{(V \times N) \text{ HCl}}{P_m} \times 100$$

Donde:

V: volumen gastado del HCl estandarizado durante la titulación

N: normalidad del HCl estandarizado (0.1N)

P<sub>m</sub>: peso de la muestra de suelo

$$\text{Acidez intercambiable (meq / 100g de suelo)} = \frac{(V \times N) \text{ NaOH}}{P_m} \times 100$$

Donde:

V: volumen del NaOH estandarizado gastado durante la titulación

N: normalidad del NaOH estandarizado (0.1N)

P<sub>m</sub>: peso de la muestra de suelo

### 5.1.1.3 Determinación de la capacidad de intercambio catiónico (C.I.C)

**1. Principio del método.** La determinación de la capacidad de intercambio catiónico se fundamenta en el equilibrio que se establece entre una solución extractora que suministra cationes y la micela del suelo donde se efectúa este intercambio. Este equilibrio se rige por la ley de acción de masas, por lo cual puede ser reversible o puede alterarse en caso de retirar o aumentar alguno de los componentes. Una solución neutra de acetato de amonio 1N, en la cual hay disociación débil, cumple bien esta función.

#### 2. Equipos y materiales de laboratorio

- Balanza analítica METTLER TOLEDO A6 tipo PB 3002, SNR 000294
- Tamiz No.10 (diámetro interior de la malla 2mm)
- Balones aforados de 250, 500 y 1000mL
- Buretas de 25mL
- Pipetas volumétricas de 5, 10, 20 y 25mL
- Erlenmeyer de 250mL
- Vasos plásticos de 100mL
- Papel de filtro

#### 3. Reactivos

- Solución saturadora. Solución de Acetato de amonio ( $\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$ ) 1N
- Solución extractora. Solución de Cloruro de sodio (NaCl) al 10%
- Alcohol etílico del 95%
- Solución de formaldehído al 40%
- Solución de hidróxido de sodio 0.1N
- Indicador. Solución de fenolftaleína al 0.1%

#### 4. Procedimiento experimental<sup>(17)</sup>

Pesar 5g de suelo en un erlenmeyer de 250mL, agregar 25mL de solución de  $\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$  1N, agitar 30min., dejar en reposo 15min. y filtrar. Desechar el filtrado y lavar el exceso de sal amónica con 5 porciones de 10mL de alcohol etílico del 95% sin dejar secar. Desechar nuevamente el filtrado, y agregar 5 porciones de 10mL de solución de NaCl al 10%, recibiendo el filtrado en un recipiente limpio, sin dejar secar entre cada una de las adiciones.

Agregar al filtrado 10mL de solución de formaldehído del 40%, 5 gotas de indicador y titular con una solución de hidróxido de sodio de 0.1N hasta obtener un color rosado pálido permanente. Llevar blanco de reactivos (en un erlenmeyer de 250mL añadir 50mL de solución de NaCl al 10% y 10mL de solución de formaldehído del 40%, agregar 5 gotas del indicador y titular).

#### 5. Cálculo de la C.I.C.

$$\text{C.I.C (meq / 100g de suelo)} = \frac{(\text{Vol. NaOH} - \text{Vol. blanco}) \times N \times 100}{P_m}$$

Donde:

Vol. NaOH: volumen de NaOH gastado en la titulación

Vol. blanco: volumen de NaOH gastado para el blanco de reacción

N: normalidad del NaOH estandarizado (0.1N)

P<sub>m</sub>: peso de la muestra de suelo seco

#### **5.1.1.4 Determinación de materia orgánica por el método de Walkley y Black (volumétrico)**

**1. Principio del método.** La muestra de suelo se trata con un volumen conocido de solución de dicromato de potasio que actúa como oxidante en un medio fuertemente ácido ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado) en una proporción determinada. El calor desprendido por la reacción exotérmica del ácido al diluirse, favorece la acción del dicromato de potasio para que oxide la materia orgánica.

El exceso de oxidante se determina titulando con una solución de sulfato ferroso de normalidad conocida, que actúa como reductor.

#### **2. Equipos y materiales de laboratorio**

- Balanza analítica METTLER TOLEDO A6 tipo PB 3002, SNR 000294
- Tamiz No.60 (0.25mm de diámetro)
- Estufa controlada a 105°C
- Pipetas volumétricas de 1, 5, 10 y 20mL
- Probetas de 100mL
- Erlenmeyer de 250 y 300mL
- Bureta de 25mL
- Balones aforados de 100, 500 y 1000mL

#### **3. Reactivos**

- Ácido ortofósforico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) al 85% grado analítico
- Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) concentrado no menor del 96%
- Solución de dicromato de potasio ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) 1N. Disolver en agua 49.04g de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  G. A., previamente secado a 103°C durante dos horas, y diluir a un litro. Guardar en frasco ámbar.

- Solución indicadora de difenilamina. Disolver aproximadamente 0.5g de este reactivo en 20mL de agua y 100mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado grado analítico. Dejar en reposo.
- Solución 0.5N de sulfato ferroso hidratado. Disolver 139g de FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O en 800mL de agua que contenga 40mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado grado analítico, dejar enfriar y diluir a un litro.

#### 4. Procedimiento experimental<sup>(15)</sup>

Antes de pesar la muestra se pasa por tamiz No.60 (0.25mm de diámetro).

Colocar en un erlenmeyer de 300mL, 0.3g de suelo. Llevar dos erlenmeyer sin muestra de suelo que servirán como blancos. Agregar 10mL de solución de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 1N (llevar un blanco de reacción). Agitar.

Añadir 20mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado. Agitar durante 1min, dejar en reposo durante media hora. Agregar 150mL de agua destilada. Agregar 10mL de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> y 0.5mL de indicador.

Titular los blancos con solución ferrosa para conocer la normalidad del sulfato ferroso. El punto final está dado por el paso de un color azul a un verde brillante. Titular las muestras en forma similar al paso anterior.

#### 5. Cálculo para determinar Materia Orgánica

$$\%C = \frac{(B-M) \times N \times 0,003 \times 1,3 \times 100}{Pm}$$

Donde:

B: Volumen de la solución ferrosa gastada en el blanco

M: Volumen de la solución ferrosa gastada en la muestra

N: Normalidad de la solución ferrosa

Pm: peso de la muestra en gramos

$$\%M.O. = 1,724 \times \%C$$

Se titula el blanco con solución ferrosa para conocer su concentración aplicando la siguiente ecuación:

$$N_{FeSO_4} = \frac{V_{K_2Cr_2O_7} \times N_{K_2Cr_2O_7}}{V_{FeSO_4}}$$

Nota: En caso de que el contenido de M.O. sea mayor de 20% debe repetirse el análisis.

#### **5.1.1.5 Determinación de materia orgánica por el método de Walkley y Black (colorimétrico)**

**1. Principio del método.** La muestra de suelo se trata con un volumen suficiente de solución de dicromato de potasio que actúa como oxidante en un medio fuertemente ácido, en una proporción determinada. El calor desprendido por la reacción exotérmica del ácido al diluirse, favorece la acción del dicromato de potasio para que oxide la materia orgánica.

Finalmente, se determina el ácido crómico reducido a 585nm, el cual es proporcional a la materia orgánica que reacciona.

#### **2. Equipos y materiales de laboratorio**

- Espectrofotómetro PERKIN-ELMER 35
- Balanza analítica METTLER TOLEDO A6 tipo PB 3002, SNR 000294
- Tamiz No.60 (0.25mm de diámetro)
- Estufa

- Pipetas volumétricas de 5, 10 y 20mL
- Probetas de 100mL
- Erlenmeyer de 250 y 300mL
- Balones aforados de 100, 500 y 1000mL

### 3. Reactivos

- Ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) concentrado no menor del 96%
- Solución de dicromato de potasio (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) 1N
- Sacarosa (C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>11</sub>). Secar a 105°C durante 2h

*Solución estándar de sacarosa de 50mg/mL.* Pesar 50g de C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>11</sub> aforados a 1L  
*Soluciones patrón de sacarosa.* A partir de la solución estándar preparar las soluciones de 1.25, 2.5, 5, 10, 12.5 y 25mg/mL

### 4. Procedimiento experimental<sup>(17)</sup>

Antes de pesar la muestra se pasa por tamiz No.60 (0.25mm de diámetro). Colocar en un erlenmeyer de 300mL, 0.5g de suelo. Agregar 20mL de solución de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 1N (llevar un blanco de reacción), añadir 10mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado. Agitar durante 1min, dejar en reposo durante 2 a 3 horas.

Agregar 70mL de agua destilada, dejar enfriar y sedimentar por 3 horas o dejar durante la noche. Trasvasar con cuidado a las celdas, y leer en el colorímetro a una longitud de onda de 585nm.

### 5. Cálculo para determinar Materia Orgánica

$$\%C = \frac{Lc \times 1,3 \times 100}{Pm}$$

Donde:

Lc: lectura en la curva en miligramos

Pm: peso de la muestra en miligramos

$$\%M.O. = 1,724 \times \%C$$

#### **5.1.1.6 Determinación de fósforo disponible**

**1. Principio del método.** El fósforo que pasa a solución en solución extractora de HCl 0.1N más  $\text{NH}_4\text{F}$  0.03N se determina como fosfato colorimétricamente. Los fosfatos, con el molibdato de amonio y el tartrato de antimonio, desarrollan un color azul, al reducirse con ácido ascórbico. Este color se mide en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 660nm.

#### **2. Equipos y materiales de laboratorio**

- Espectrofotómetro PERKIN-ELMER 35
- Balanza analítica METTLER TOLEDO A6 tipo PB 3002, SNR 000294
- Agitador mecánico TIMER, programable. TAP-MAC 120
- Estufa
- Tamiz No.10 (diámetro interior de la malla 2mm)
- Vasos plásticos de 100mL
- Papel filtro
- Pipetas volumétricas de 5, 10 y 20mL
- Tubos de ensayo de capacidad mayor a 20mL
- Balones aforados de 100, 250, 500 y 1000mL

#### **3. Reactivos**

- Solución extractora (HCl 0.1N +  $\text{NH}_4\text{F}$  0.03N). Disolver 1.11g de fluoruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) y 8.33mL de ácido clorhídrico (HCl) concentrado en agua y llevar a 1L

- Solución A. Disolver 60g de molibdato de amonio  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  en 200mL de agua. Añadir 1.455g de tartrato de antimonio y potasio  $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$  y disolver. Agregar lentamente con agitación suave 700mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, enfriar y llevar a 1L
- Solución B. Disolver 61g de ácido ascórbico  $(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6)$  en agua, completar a 500mL
- Solución de trabajo. A partir de las soluciones A y B tomar 25mL de la solución A, transferirlos a un vaso de precipitado de 1L que contenga 800mL de agua, mezclar y añadir 10mL de la solución B, llevando a 1L con agua
- *Solución estándar de fósforo de 50ppm.* Disolver 0.2195g de fosfato de hidrógeno y potasio  $(\text{KH}_2\text{PO}_4)$  cristalizado, previamente secado a  $105^\circ\text{C}$  durante 1h. Diluir en un balón aforado de 1L
- *Soluciones patrón de fósforo.* A partir de la solución estándar preparar concentraciones de 4, 8 y 12ppm aforados a 100mL. Luego, tomar 2mL de cada solución y llevar a 20mL con la solución de trabajo

#### 4. Procedimiento experimental<sup>(15,17)</sup>

Pesar 2.85g de suelo y agregarlos a vasos plásticos de 100mL, añadir 20mL de solución extractora, agitar durante 40 segundos y filtrar inmediatamente. Tomar 2mL del filtrado y transferirlo a un tubo de ensayo, agregar 18mL de solución trabajo. Agitar, dejar 10min y hacer lectura a  $\lambda=660\text{nm}$ .

#### 5. Cálculo para determinar Fósforo Disponible

$$P \text{ suelo (ppm)} = Lc \text{ (ppm)} \times 20 \times \frac{20}{2} \times \frac{10^3}{Pm}$$

Donde:

Lc: lectura en la curva en ppm

Pm: peso de la muestra en gramos

## **6. ESTANDARIZACIÓN Y VALIDACIÓN DE ALGUNOS PARÁMETROS FÍSICO – QUÍMICOS PARA EL ANÁLISIS DEL SUELO**

Antes de iniciar la estandarización de algunos parámetros físico – químicos para el análisis químico del suelo fue necesario recurrir a las posibles interferencias o errores a los que éste puede llevar. Por esta razón, al inicio de esta investigación se practicaron pruebas sobre calibración del espectrofotómetro de absorción, y el material de vidrio a utilizar.

En un experimento factorial se investiga simultáneamente los efectos e interacciones de cierto número de variables diferentes. Los tratamientos constan de todas las combinaciones que puedan formarse de los distintos niveles de los factores. Para el presente trabajo de investigación se escogieron tres variables a dos niveles como se menciona anteriormente para los métodos seleccionados.

En ésta investigación uno de los objetivos de desarrollar la experimentación, fue determinar los efectos e interacciones de un cierto número de factores importantes dentro de intervalos específicos para obtener los niveles de estos factores que den la mejor respuesta.

### **6.1 CARACTERIZACIÓN DEL SUELO UTILIZADO**

Para la estandarización de los métodos, determinación de pH, determinación de la Capacidad de Intercambio Catiónico y determinación de la materia orgánica por el método volumétrico se utilizó una muestra patrón cuyas características físicas y químicas se muestran en el anexo 4.

Para la estandarización de los métodos, determinación de Aluminio disponible, determinación de materia orgánica por el método colorimétrico y determinación de fósforo disponible se utilizó una muestra patrón cuyas características físicas y químicas se muestran en el anexo 5.

## 6.2 pH

Las variables escogidas con sus respectivos valores se muestran en la tabla 6.

**Tabla 6. Variables seleccionadas para el diseño experimental. pH**

<b>VARIABLE</b>	<b>CÓDIGO</b>	<b>Nivel Inferior</b>	<b>Nivel Superior</b>
Cantidad de muestra (g)	A	15	25
Cantidad de agua destilada (mL)	B	15	25
Tiempo de agitación (min)	C	30	60

Las combinaciones del diseño experimental se observan en la tabla 7.

Además de los 8 ensayos realizados por sextuplicado, se hizo un ensayo por sextuplicado en el centro experimental, el cual permitió calcular el error experimental.

**6.2.1 Resultados obtenidos durante la evaluación del diseño experimental.** Los resultados encontrados al efectuar los ensayos del diseño experimental según la combinación de variables de la tabla 6, se muestra en la tabla 8.

**Tabla 7. Orden estándar de las combinaciones del diseño experimental 2<sup>3</sup>**

<b>Condición</b>	<b>A (g)</b>	<b>B (mL)</b>	<b>C (min)</b>
1	15	15	30
2	25	15	30
3	15	25	30
4	25	25	30
5	15	15	60
6	25	15	60
7	15	25	60
8	25	25	60

**6.2.2 Prueba de Dixon.** Antes de iniciar el análisis de éstos resultados fue necesario realizar la prueba de Dixon para encontrar datos anómalos que se presentaran por casualidad, este análisis se observa en la tabla 9.

**6.2.3 Cálculo de efectos factoriales (Yates).** Después de realizada la prueba de Dixon y descartado los datos anómalos, se estudiaron los efectos presentes y posibles interacciones de cada una de las variables dentro del diseño experimental propuesto. Esto se observa en la tabla 10.

**6.2.4 Ajuste del modelo matemático para la determinación de pH en el suelo.** Para ajustar un modelo matemático, se determinó del error en el diseño mediante la repetición de ensayos en el centro experimental (repeticiones cuando los valores de cada una de las variables están en la mitad del intervalo considerado).

**Tabla 8. Resultados obtenidos en los ensayos de pH en una muestra de suelo al aplicar el diseño factorial 2<sup>3</sup>**

Condición	A (g)	B (mL)	C (min)	pH
1	-	-	-	6.31
2	+	-	-	6.29
3	-	+	-	6.41
4	+	+	-	6.34
5	-	-	+	6.37
6	+	-	+	6.27
7	-	+	+	6.46
8	+	+	+	6.37

En esta investigación se determinó el error por medio de ensayos repetitivos por sextuplicado en el centro experimental R1, R2, R3, R4, R5 y R6 (tabla 11).

**Tabla 9. Prueba de Dixon para respuestas obtenidas en la determinación de pH**

Condición	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	X <sub>N</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>prom</sub>	S
1	*6.13	6.27	6.3	6.31	6.33	6.33	0.1	0.7	6.31	0.025
2	6.25	6.28	6.29	6.3	6.3	6.32	0.29	0.43	6.29	0.024
3	6.39	6.39	6.39	6.41	6.42	6.43	0.25	0.5	6.41	0.018
4	6.31	6.33	6.34	6.35	6.35	6.36	0.2	0.4	6.34	0.018
5	*6.33	6.36	6.36	6.37	6.38	6.38	0.2	0.6	6.37	0.01
6	6.19	6.21	6.24	6.29	6.33	6.36	0.18	0.12	6.27	0.068
7	6.43	6.45	6.47	6.47	6.48	6.48	0.2	0.4	6.46	0.02
8	6.35	6.36	6.37	6.38	6.38	6.39	0.25	0.25	6.37	0.015
CE	6.25	6.28	6.3	6.32	6.33	6.34	0.11	0.33	6.30	0.034

\* : Descartado por prueba de Dixon

r<sub>10</sub> X<sub>N</sub> : r crítico cuando el último término es sospechoso

r<sub>10</sub> X<sub>1</sub> : r crítico cuando el primer término es sospechoso

r<sub>10</sub> crítico (95% conf.) : 0.64 para 5 datos

**Tabla 10. Análisis de Yates para los resultados de pH**

Condición	Respuesta PH	Número de Yates			Efectos
		Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>	
1	6.31	12.6	25.35	50.82	6.353
2	6.29	12.75	25.47	-0.28	-0.07
3	6.41	12.64	-0.09	0.34	0.085
4	6.34	12.83	-0.19	-0.04	-0.01
5	6.37	-0.02	0.15	0.12	0.03
6	6.27	-0.07	0.19	-0.1	-0.025
7	6.46	-0.1	-0.05	0.04	0.01
8	6.37	-0.09	0.01	0.06	0.015

**Tabla 11. Resultados de los ensayos de repetición en el centro experimental del diseño**

Repetición	Variables			pH
	A (g)	B (mL)	C (min)	
R <sub>1</sub>	20	20	45	6.25
R <sub>2</sub>	20	20	45	6.32
R <sub>3</sub>	20	20	45	6.34
R <sub>4</sub>	20	20	45	6.3
R <sub>5</sub>	20	20	45	6.33
R <sub>6</sub>	20	20	45	6.28

El cálculo de la diferencia media DM conduce a los siguientes valores:

Promedio:

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{N} = \frac{6.25+6.32+6.34+6.3+6.33+6.28}{6} = 6.3$$

Error experimental:

$$S_{\text{exp}}^2 = \frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{\text{G.L.}} = \frac{(6.25-6.3)^2 + (6.32-6.3)^2 + (6.34-6.3)^2 + (6.3-6.3)^2 + (6.33-6.3)^2 + (6.28-6.3)^2}{6-1}$$

$$S_{\text{exp}}^2 = 0.0012$$

$$S_{\text{exp}} = \sqrt{0.0012} = 0.035$$

Desviación estándar media DMS:

$$\text{DMS}^2 = \frac{2S_{\text{exp}}^2}{N} = \frac{2 \times 0.0012}{6} = 0.0004$$

$$\text{DMS} = \sqrt{0.0004} = 0.02$$

Finalmente se encuentra la diferencia media DM:

En el anexo 1 se puede observar que el *t-student* para un nivel de confianza de 95% y 99%, con 5 grados de libertad son:  $t(5, 95\%) = 2.57$  y  $t(5, 99\%) = 4.03$

$$\text{DM} = t \times \text{DMS}$$

$$\text{DM}_{95\%} = 2.57 \times 0.02 = 0.051$$

$$\text{DM}_{99\%} = 4.03 \times 0.02 = 0.081$$

La significancia de estos efectos dentro del método analítico estudiado se observa en la tabla 12, que además muestra los resultados de la comparación entre el efecto absoluto y la diferencia media para hallar los efectos significativos del proceso estudiado. La significancia de los efectos se denota con la letra S, que indica que el efecto de esta combinación de niveles es significativo, NS que es no significativo.

**Tabla 12. Significancia de efectos y coeficientes del modelo matemático**

Combinación	Efecto	95%	99%	Coeficiente
1	6.353	-----	-----	6.353
A	-0.07	S	NS	-0.035
B	0.085	S	S	0.043
AB	-0.01	NS	NS	-----
C	0.03	NS	NS	-----
AC	-0.025	NS	NS	-----
BC	0.01	NS	NS	-----
ABC	0.015	NS	NS	-----

Los resultados del análisis de la tabla 12 se ilustran por medio de una ecuación o modelo matemático que se ajusta a los resultados. Esta ecuación es ajustada para un 95% de confianza, pues éste es el nivel de confianza recomendado para métodos analíticos, además que presenta el mayor número de efectos que se deben tener en cuenta dentro del análisis.

Este modelo es:

$$Y_{(pH)} = 6.353 - 0.035 X_A + 0.043 X_B \pm 0.035$$

El último término representa el error experimental obtenido a partir de los ensayos repetitivos en el centro experimental del diseño.

**6.2.5 Interpretación de resultados del diseño experimental factorial.** El efecto principal de una variable debe ser interpretado individualmente, solo cuando no haya evidencia de que esa variable interacciona con alguna otra, entre el conjunto de estudio.

En éste caso no hay evidencia de interacción entre las variables cantidad de muestra (A), agua destilada (B) y tiempo (C).

**6.2.6 Precisión, exactitud y límite de confianza.** En la tabla 13 se resumen los resultados obtenidos al determinar la precisión y exactitud para cada una de las condiciones experimentales. En el anexo 6 se reportan los resultados estadísticos para cada una de ellas.

Al comparar los valores obtenidos para la desviación estándar relativa (RSD), la cual es ampliamente usada para estimar la precisión de los métodos analíticos y se aplica el criterio el cual considera metodologías analíticas precisas aquellas que poseen un RSD menor al 10%, se puede apreciar en éste caso que todas las condiciones experimentales dentro del método se establecen como precisas, lo cual indica una buena repetibilidad en las medidas experimentales y un buen control de errores aleatorios propios del método.

Con relación a la exactitud se puede ver que las condiciones experimentales del método a estandarizar no son exactas. El criterio mediante el cual se evaluó este parámetro fue la prueba del *t- student*.

**Tabla 13. Datos de precisión y exactitud de cada una de las condiciones experimentales para la determinación del pH**

Condición	Precisión (RSD) *	%Exactitud	Exacto
1	0.4	97.2	NO EXACTO
2	0.38	97.6	NO EXACTO
3	0.28	95.6	NO EXACTO
4	0.28	96.7	NO EXACTO
5	0.16	96.3	NO EXACTO
6	1.08	97.9	NO EXACTO
7	0.31	94.8	NO EXACTO
8	0.24	96.3	NO EXACTO

\*RSD: Desviación estándar relativa  $(100 \times S) / \bar{X}$

### 6.3 ALUMINIO DISPONIBLE

Las variables escogidas con sus respectivos valores se muestran en la tabla 14.

**Tabla 14. Variables seleccionadas para el diseño experimental. Aluminio disponible**

VARIABLE	CÓDIGO	Nivel Inferior	Nivel Superior
Volumen de solución extractora (mL)	A	15	25
Cantidad de muestra (g)	B	5	8
Tiempo de extracción (min)	C	30	45

Las combinaciones del diseño experimental se observan en la tabla 15.

Además de los 8 ensayos realizados por sextuplicado, se hizo un ensayo por sextuplicado en el centro experimental, el cual permitió calcular el error experimental.

**6.3.1 Resultados obtenidos durante la evaluación del diseño experimental.** Los resultados encontrados al efectuar los ensayos del diseño experimental según la combinación de variables de la tabla 14, se muestra en la tabla 16.

**6.3.2 Prueba de Dixon.** Antes de iniciar el análisis de éstos resultados fue necesario realizar la prueba de Dixon para encontrar datos anómalos que se presentaran por casualidad, este análisis se observa en la tabla 17.

**Tabla 15. Orden estándar de las combinaciones del diseño experimental  $2^3$**

Condición	A (mL)	B (g)	C (min)
1	15	5	30
2	25	5	30
3	15	8	30
4	25	8	30
5	15	5	45
6	25	5	45
7	15	8	45
8	25	8	45

**Tabla 16. Resultados obtenidos en los ensayos de Aluminio disponible en una muestra de suelo al aplicar el diseño factorial  $2^3$**

Condición	A (mL)	B (g)	C (min)	Al <sup>+3</sup>
1	-	-	-	4.17
2	+	-	-	4.17
3	-	+	-	4.43
4	+	+	-	4.32
5	-	-	+	4.32
6	+	-	+	4.3
7	-	+	+	4.32
8	+	+	+	4.79

**6.3.3 Cálculo de efectos factoriales (Yates).** Después de realizada la prueba de Dixon y descartado los datos anómalos, se estudiaron los efectos presentes y posibles interacciones de cada una de las variables dentro del diseño experimental propuesto. Esto se observa en la tabla 18.

**6.3.4 Ajuste del modelo matemático para la determinación de aluminio en el suelo.** Para ajustar un modelo matemático, se determinó del error en el diseño mediante la repetición de ensayos en el centro experimental (repeticiones cuando los valores de cada una de las variables están en la mitad del intervalo considerado). En esta investigación se determinó el error por medio de ensayos repetitivos por sextuplicado en el centro experimental R1, R2, R3, R4, R5 y R6 (tabla 19).

Tabla 17. Prueba de Dixon para respuestas obtenidas en la determinación de Aluminio disponible

Condición	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	X <sub>N</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>prom</sub>	S
1	4.0	4.0	4.2	4.2	4.2	4.4	0.5	0.5	4.17	0.151
2	3.8	4.0	4.0	4.2	4.4	4.6	0.25	0.25	4.17	0.294
3	4.38	4.38	4.38	4.5	4.5	4.75*	0.68	0.32	4.43	0.066
4	4.13	4.25	4.25	4.38	4.38	4.5	0.32	0.32	4.32	0.131
5	4.2	4.2	4.2	4.4	4.6	5.2*	0.6	0.2	4.32	0.179
6	4.0	4.0	4.2	4.4	4.4	4.8	0.5	0.25	4.3	0.303
7	4.0	4.25	4.38	4.38	4.38	4.5	0.24	0.5	4.32	0.173
3	4.63	4.75	4.75	4.75	4.88	5.0	0.32	0.32	4.79	0.015
CE	4.62	4.62	4.62	4.77	4.92	4.92	0.5	0.5	4.75	0.147

\* : Descartado por prueba de Dixon

r<sub>10</sub> X<sub>N</sub> : r crítico cuando el último término es sospechoso

r<sub>10</sub> X<sub>1</sub> : r crítico cuando el primer término es sospechoso

r<sub>10</sub> crítico (95% conf.) : 0.64 para 5 datos

Tabla 18. Análisis de Yates para los resultados de Aluminio disponible

Condición	Respuesta $Al^{+3}$	Número de Yates			Efectos
		$Y_1$	$Y_2$	$Y_3$	
1	4.17	8.34	17.09	34.82	4.353
2	4.17	8.75	17.73	0.34	0.085
3	4.43	8.62	-0.11	0.9	0.225
4	4.32	9.11	0.45	0.38	0.095
5	4.32	0.0	0.41	0.64	0.16
6	4.3	-0.11	0.49	0.56	0.14
7	4.32	-0.02	-0.11	0.08	0.02
8	4.79	0.47	0.49	0.6	0.15

Tabla 19. Resultados de los ensayos de repetición en el centro experimental del diseño

Repetición	Variables			$Al^{+3}$
	A (mL)	B (g)	C (min)	
$R_1$	20	6.5	37.5	4.92
$R_2$	20	6.5	37.5	4.62
$R_3$	20	6.5	37.5	4.62
$R_4$	20	6.5	37.5	4.62
$R_5$	20	6.5	37.5	4.92
$R_6$	20	6.5	37.5	4.77

El cálculo de la diferencia media DM conduce a los siguientes valores:

Promedio:

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{N} = \frac{4.92+4.62+4.62+4.62+4.92+4.77}{6} = 4.75$$

Error experimental:

$$S_{\text{exp}}^2 = \frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{\text{G.L.}} = \frac{(4.92-4.75)^2 + (4.62-4.75)^2 + (4.62-4.75)^2 + (4.62-4.75)^2 + (4.92-4.75)^2 + (4.77-4.75)^2}{6-1}$$

$$S_{\text{exp}}^2 = 0.0219$$

$$S_{\text{exp}} = \sqrt{0.0219} = 0.148$$

Desviación estándar media DMS:

$$\text{DMS}^2 = \frac{2S_{\text{exp}}^2}{N} = \frac{2 \times 0.0219}{6} = 0.0073$$

$$\text{DMS} = \sqrt{0.0073} = 0.085$$

Finalmente se encuentra la diferencia media DM:

En el anexo 1 se puede observar que el *t-student* para un nivel de confianza de 95% y 99%, con 5 grados de libertad son:  $t(5, 95\%) = 2.57$  y  $t(5, 99\%) = 4.03$

$$\text{DM} = t \times \text{DMS}$$

$$\text{DM}_{95\%} = 2.57 \times 0.085 = 0.218$$

$$\text{DM}_{99\%} = 4.03 \times 0.085 = 0.343$$

La significancia de estos efectos dentro del método analítico estudiado se observa en la tabla 20, que además muestra los resultados de la comparación entre el efecto absoluto y la diferencia media para hallar los efectos significativos del proceso estudiado. La significancia de los efectos se denota con la letra S, que indica que el efecto de esta combinación de niveles es significativo, NS que es no significativo.

**Tabla 20. Significancia de efectos y coeficientes del modelo matemático**

Combinación	Efecto	95%	99%	Coeficiente
1	4.353	-----	-----	4.353
A	0.085	NS	NS	-----
B	0.225	S	NS	0.113
AB	0.095	NS	NS	-----
C	0.16	NS	NS	-----
AC	0.14	NS	NS	-----
BC	0.02	NS	NS	-----
ABC	0.15	NS	NS	-----

Los resultados del análisis de la tabla 20 se ilustran por medio de una ecuación o modelo matemático que se ajusta a los resultados. Esta ecuación es ajustada para un 95% de confianza, pues éste es el nivel de confianza recomendado para métodos analíticos, además que presenta mayor número de efectos que se deben tener en cuenta dentro del análisis.

Este modelo es:

$$Y_{(Al^{+3})} = 4.353 + 0.113 X_B \pm 0.148$$

El último término representa el error experimental obtenido a partir de los ensayos repetitivos en el centro experimental del diseño.

**6.3.5 Interpretación de resultados del diseño experimental factorial.** El efecto principal de una variable debe ser interpretado individualmente como se mencionó anteriormente, sólo cuando no haya evidencia de que esa variable interacciona con alguna otra, entre el conjunto de estudio.

En éste caso no hay evidencia de interacción entre las variables solución extractora (A), cantidad de muestra (B) y tiempo de agitación (C). Se puede escoger la condición 3 como aquella que reporta mejor eficiencia en el proceso de extracción.

**6.3.6 Precisión, exactitud y límite de confianza.** En la tabla 21 se resumen los resultados obtenidos al determinar la precisión y exactitud para cada una de las condiciones experimentales. En el anexo 7 se reportan los resultados estadísticos para cada una de ellas.

Se puede apreciar que para la determinación de aluminio disponible, de acuerdo al criterio aplicado de precisión de los métodos analíticos mencionados anteriormente, todas las condiciones experimentales dentro del método se establecen como precisas, lo cual indica una buena repetibilidad en las medidas experimentales y un buen control de errores aleatorios propios del método.

Con relación a la exactitud se puede ver que las condiciones de la 2 a la 7 del método a estandarizar son exactas con un 95% de Confiabilidad. El criterio mediante el cual se evaluó este parámetro fue la prueba del *t- student*.

Por los resultados obtenidos de precisión y exactitud se encontró que la condición 3 es la más adecuada para realizar la extracción de aluminio disponible.

**Tabla 21. Datos de precisión y exactitud de cada una de las condiciones experimentales para la determinación de Aluminio disponible**

Condición	Precisión (RSD) *	%Exactitud	Exacto
1	3.62	94.9	NO EXACTO
2	7.05	94.9	EXACTO
3	1.49	99.2	EXACTO
4	3.03	98.3	EXACTO
5	4.14	98.3	EXACTO
6	7.05	97.8	EXACTO
7	4.0	98.3	EXACTO
8	0.31	91.0	NO EXACTO

\*RSD: Desviación estándar relativa  $(100 \times S) / \bar{X}$

**6.3.7 Análisis comparativo entre el método actual y el propuesto.** En esta etapa se tomaron dos tipos diferentes de suelos cuyas características se observan en el anexo 8. En ellos se cuantificó la cantidad de aluminio presente por los dos métodos experimentales, obteniéndose resultados a los cuales se les aplicó la prueba de Dixon. Estos resultados se observan en la tabla 22.

**Tabla 22. Prueba de Dixon para las respuestas obtenidas en los dos métodos experimentales con dos muestras problema**

Condición	Repetición					$r_{10}$ $X_N$	$r_{10}$ $X_1$	$X_{prom}$	S
	1	2	3	4	5				
<b>1A</b>	2.45	2.5	2.5	2.5	2.55	0.5	0.5	2.5	0.035
<b>1N</b>	2.57	2.6	2.61	2.62	2.65	0.38	0.38	2.61	0.029
<b>2A</b>	3.4	3.45	3.5	3.5	3.51	0.09	0.45	3.47	0.047
<b>2N</b>	3.6	3.61	3.61	3.63	3.66	0.5	0.17	3.62	0.024

**1A y 2A:** Muestras 1 y 2 tratadas con la condición experimental anterior.

**1N y 2N:** Muestras 1 y 2 tratadas con la condición experimental nueva.

$r_{10} X_N$ : r crítico cuando el último término es sospechoso.

$r_{10} X_1$ : r crítico cuando el primer término es sospechoso.

$r_{10}$  crítico (95% conf.): 0.64 para 5 datos

Como se observa en la tabla anterior no se descartó ningún valor, ya que los valores de  $r_{calculados}$  son menores a los del  $r_{crítico}$ .

**6.3.7.1 Prueba F: a una cola.** En esta etapa se realizó la comparación de las desviaciones estándar entre la nueva metodología de extracción y el método actual. Esta comparación se observa en las tablas 23 y 24 donde se realizó la cuantificación de aluminio disponible presente en dos muestras problema.

El valor crítico que se encuentra en las tablas F para análisis a una cola (anexo 3a) para 4 grados de libertad y una certeza del 95% es 6.38. Los valores de F calculados en las tablas 23 y 24 son menores, llegándose a la conclusión que no existe una diferencia significativa en los dos métodos.

**Tabla 23. Prueba F a una cola para la muestra 1\***

Método	Media (meq/100g suelo)	Desviación estándar (meq/100g suelo)	$F = S_A^2 / S_N^2$
A	2.5	0.035	1.46
N	2.61	0.029	

1\*: Anexo 8a; A: método actual; N: método nuevo

**Tabla 24. Prueba F a una cola para la muestra 2\***

Método	Media (meq/100g suelo)	Desviación estándar (meq/100g suelo)	$F = S_A^2 / S_N^2$
A	3.47	0.047	3.84
N	3.62	0.024	

2\*: Anexo 8b; A: método actual; N: método nuevo

## 6.4 CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO

Las variables escogidas con sus respectivos valores se muestran en la tabla 25.

Las combinaciones del diseño experimental se observan en la tabla 26.

Además de los 8 ensayos realizados por sextuplicado, se hizo un ensayo por sextuplicado en el centro experimental, el cual permitió calcular el error experimental.

**6.4.1 Resultados obtenidos durante la evaluación del diseño experimental.** Los resultados encontrados al efectuar los ensayos del diseño experimental según la combinación de variables de la tabla 25, se muestra en la tabla 26.

**Tabla 25. Variables seleccionadas para el diseño experimental. Capacidad de Intercambio Catiónico**

VARIABLE	CÓDIGO	Nivel Inferior	Nivel Superior
Cantidad de muestra (g)	A	5	10
Volumen de solución extractora (mL)	B	15	25
Tiempo de agitación (min)	C	15	30

**Tabla 26. Orden estándar de las combinaciones del diseño experimental  $2^3$**

Condición	A (g)	B (mL)	C (min)
1	5	15	15
2	10	15	15
3	5	25	15
4	10	25	15
5	5	15	30
6	10	15	30
7	5	25	30
8	10	25	30

**6.4.2 Prueba de Dixon.** Antes de iniciar el análisis de éstos resultados fue necesario realizar la prueba de Dixon para encontrar datos anómalos que se presentaran por casualidad, este análisis se observa en la tabla 28.

**6.4.3 Cálculo de efectos factoriales (Yates).** Después de realizada la prueba de Dixon y descartado los datos anómalos, se estudiaron los efectos presentes y posibles interacciones de cada una de las variables dentro del diseño experimental propuesto. Esto se observa en la tabla 29.

**Tabla 27. Resultados obtenidos en los ensayos de Capacidad de Intercambio Catiónico en una muestra de suelo al aplicar el diseño factorial 2<sup>3</sup>**

Condición	A (g)	B (mL)	C (min)	C.I.C
1	-	-	-	10.93
2	+	-	-	8.88
3	-	+	-	11.07
4	+	+	-	8.68
5	-	-	+	10.17
6	+	-	+	8.2
7	-	+	+	10.77
8	+	+	+	7.73

**6.4.4 Ajuste del modelo matemático para la determinación de capacidad de intercambio catiónico en el suelo.** Para ajustar un modelo matemático, se determinó del error en el diseño mediante la repetición de ensayos en el centro experimental (repeticiones cuando los valores de cada una de las variables están en la mitad del intervalo considerado). En esta investigación se determinó el error por medio de ensayos repetitivos por sextuplicado en el centro experimental R1, R2, R3, R4, R5 y R6 (tabla 30).

**Tabla 28. Prueba de Dixon para respuestas en la determinación de Capacidad de Intercambio Catiónico**

Condición	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	X <sub>N</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>prom</sub>	S
1	10.3	10.4	10.8	10.9	11.4	11.8	0.27	0.07	10.93	0.579
2	8.55	8.6	8.9	9.0	9.1	9.15	0.08	0.08	8.88	0.254
3	10.2	10.6	10.8	11.5	11.6	11.7	0.07	0.27	11.07	0.619
4	8.4	8.45	8.7	8.75	8.9	8.9	0.3	0.1	8.68	0.216
5	9.8	9.8	10.0	10.3	10.4	10.7	0.33	0.22	10.17	0.361
6	7.7	7.8	7.9	8.05	8.8	8.95	0.12	0.08	8.2	0.538
7	10.4	10.6	10.7	10.8	10.8	11.3	0.56	0.22	10.77	0.301
8	7.4	7.45	7.5	7.8	7.9	8.35	0.47	0.11	7.73	0.363
CE	10.13	10.27	10.27	10.8	10.8	10.9	0.13	0.18	10.53	0.34

\* : Descartado por prueba de Dixon

r<sub>10</sub> X<sub>N</sub> : r crítico cuando el último término es sospechoso

r<sub>10</sub> X<sub>1</sub> : r crítico cuando el primer término es sospechoso

r<sub>10</sub> crítico (95% conf.) : 0.56 para 6 datos

**Tabla 29. Análisis de Yates para los resultados de C.I.C**

Condición	Respuesta C.I.C	Número de Yates			Efectos
		Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>	
1	10.93	19.81	39.56	76.43	9.554
2	8.88	19.75	36.87	-9.45	-2.363
3	11.07	18.37	-4.44	0.07	0.018
4	8.68	18.5	-5.01	-1.41	-0.353
5	10.17	-2.05	-0.06	-2.69	-0.673
6	8.2	-2.39	0.13	-0.57	-0.143
7	10.77	-1.97	-0.34	0.19	0.048
8	7.73	-3.04	-1.07	-0.73	-0.183

**Tabla 30. Resultados de los ensayos de repetición en el centro experimental del diseño**

Repetición	Variables			C.I.C
	A (g)	B (mL)	C (min)	
R <sub>1</sub>	7.5	20	22.5	10.13
R <sub>2</sub>	7.5	20	22.5	10.8
R <sub>3</sub>	7.5	20	22.5	10.9
R <sub>4</sub>	7.5	20	22.5	10.27
R <sub>5</sub>	7.5	20	22.5	10.27
R <sub>6</sub>	7.5	20	22.5	10.8

El cálculo de la diferencia media DM conduce a los siguientes valores:

Promedio:

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{N} = 10.53$$

Error experimental:

$$S_{\text{exp}}^2 = \frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{\text{G.L.}} = 0.1204$$

$$S_{\text{exp}} = 0.347$$

Desviación estándar media DMS:

$$\text{DMS}^2 = \frac{2S_{\text{exp}}^2}{N} = 0.04$$

$$\text{DMS} = 0.2$$

Finalmente se encuentra la diferencia media DM:

En el anexo 1 se puede observar que el *t-student* para un nivel de confianza de 95% y 99%, con 5 grados de libertad son:  $t(5, 95\%) = 2.57$  y  $t(5, 99\%) = 4.03$

$$\text{DM} = t \times \text{DMS}$$

$$\text{DM}_{95\%} = 2.57 \times 0.2 = 0.514$$

$$\text{DM}_{99\%} = 4.03 \times 0.2 = 0.806$$

La significancia de estos efectos dentro del método analítico estudiado se observa en la tabla 31, que además muestra los resultados de la comparación entre el efecto absoluto y la diferencia media para hallar los efectos significativos del

proceso estudiado. La significancia de los efectos se denota con la letra S, que indica que el efecto de esta combinación de niveles es significativo, NS que es no significativo.

**Tabla 31. Significancia de efectos y coeficientes del modelo matemático**

Combinación	Efecto	95%	99%	Coefficiente
1	9.554	-----	-----	9.554
A	-2.363	S	S	-1.182
B	0.018	NS	NS	-----
AB	-0.353	NS	NS	-----
C	-0.673	S	NS	-0.337
AC	-0.143	NS	NS	-----
BC	0.048	NS	NS	-----
ABC	-0.183	NS	NS	-----

Los resultados del análisis de la tabla 31 se ilustran por medio de una ecuación o modelo matemático que se ajusta a los resultados. Esta ecuación es ajustada para un 95% de confianza, pues éste es el nivel de confianza recomendado para métodos analíticos, además que presenta mayor número de efectos que se deben tener en cuenta dentro del análisis.

Este modelo es:

$$Y_{(C.I.C)} = 9.554 - 1.182 X_A - 0.337 X_C \pm 0.347$$

El último término representa el error experimental obtenido a partir de los ensayos repetitivos en el centro experimental del diseño.

#### **6.4.5 Interpretación de resultados del diseño experimental factorial.**

Como se menciona anteriormente, el efecto principal de una variable debe ser interpretado individualmente, solo cuando no haya evidencia de que esa variable interacciona con alguna otra, entre el conjunto de estudio.

En éste caso no hay evidencia de interacción entre las variables cantidad de muestra (A), solución extractora (B) y tiempo de agitación (C). Se pueden escoger las condiciones 2 y 5 como aquellas que reportan mejor eficiencia en el proceso de extracción.

**6.4.6 Precisión, exactitud y límite de confianza.** En la tabla 32 se resumen los resultados obtenidos al determinar la precisión y exactitud para cada una de las condiciones experimentales. En el anexo 9 se reportan los resultados estadísticos para cada una de ellas.

Al comparar los valores obtenidos para la desviación estándar relativa (RSD), como se menciona anteriormente solo son precisas aquellas que poseen un RSD menor al 10%, con las cuales se indica la buena repetibilidad en las medidas experimentales y el buen control de errores aleatorios en todas las condiciones experimentales.

Con relación a la exactitud se puede ver que la condición 5 del método a estandarizar es exacta con un 95% de Confiabilidad. El criterio mediante el cual se evaluó este parámetro fue la prueba del *t- student*.

**Tabla 32. Datos de precisión y exactitud de cada una de las condiciones experimentales para la determinación de Capacidad de Intercambio Catiónico**

Condición	Precisión (RSD) *	%Exactitud	Exacto
1	5.3	89.9	NO EXACTO
2	2.86	89.4	NO EXACTO
3	5.59	88.5	NO EXACTO
4	2.49	87.4	NO EXACTO
5	3.55	97.6	EXACTO
6	6.56	82.6	NO EXACTO
7	2.79	91.5	NO EXACTO
8	4.7	77.8	NO EXACTO

\*RSD: Desviación estándar relativa  $(100 \times S) / \bar{X}$

Por lo anterior, la condición 5 es la más adecuada para realizar la determinación de la capacidad de intercambio catiónico.

**6.4.7 Análisis comparativo entre el método actual y el propuesto.** En esta etapa se tomaron dos tipos diferentes de suelos cuyas características se observan en el anexo 10. En ellos se cuantificó la cantidad de aluminio presente por los dos métodos experimentales, obteniéndose resultados a los cuales se les aplicó la prueba de Dixon. Estos resultados se observan en la tabla 33.

Como se observa en la tabla no se descartó ningún valor, ya que los valores de  $r_{\text{calculados}}$  son menores a los del  $r_{\text{crítico}}$ .

**Tabla 33. Prueba de Dixon para las respuestas obtenidas en los dos métodos experimentales con dos muestras problema**

Condición	Repetición					$r_{10}$ $X_N$	$r_{10}$ $X_1$	$X_{\text{prom}}$	S
	1	2	3	4	5				
<b>1A</b>	9.8	10	10.1	10.5	10.5	0.57	0.29	10.18	0.311
<b>1N</b>	10.6	10.8	10.8	11	11	0.5	0.5	10.84	0.167
<b>2A</b>	10.9	10.9	11	11	11.1	0.5	0.5	10.96	0.055
<b>2N</b>	11.5	11.55	11.6	11.7	11.7	0.5	0.25	11.61	0.089

**1A y 2A:** Muestras 1 y 2 tratadas con la condición experimental anterior.

**1N y 2N:** Muestras 1 y 2 tratadas con la condición experimental nueva.

$r_{10} X_N$ : r crítico cuando el último término es sospechoso.

$r_{10} X_1$ : r crítico cuando el primer término es sospechoso.

$r_{10}$  crítico (95% conf.): 0.64 para 5 datos

**6.4.7.1 Prueba F: a una cola.** En esta etapa se realizó la comparación de las desviaciones estándar entre la nueva metodología de extracción y el método actual. Esta comparación se observa en las tablas 34 y 35 donde se realizó la cuantificación de aluminio disponible presente en dos muestras problema.

El valor crítico que se encuentra en las tablas F para análisis a una cola (anexo 3a) para 4 grados de libertad y una certeza del 95% es 6.38. Los valores de F calculados en las tablas 34 y 35 son menores, llegándose a la conclusión que no existe una diferencia significativa en los dos métodos.

**Tabla 34. Prueba F a una cola para la muestra 1\***

Método	Media (meq/100g suelo)	Desviación estándar (meq/100g suelo)	$F = S_A^2 / S_N^2$
A	10.18	0.311	3.47
N	10.84	0.167	

1\*: Anexo 10a; A: método actual; N: método nuevo

**Tabla 35. Prueba F a una cola para la muestra 2\***

Método	Media (meq/100g suelo)	Desviación estándar (meq/100g suelo)	$F = S_N^2 / S_A^2$
A	10.96	0.055	2.62
N	11.61	0.089	

2\*: Anexo 10b; A: método actual; N: método nuevo

## 6.5 MATERIA ORGÁNICA (método volumétrico)

Las variables escogidas con sus respectivos valores se muestran en la tabla 36.

Las combinaciones del diseño experimental se observan en la tabla 37.

Además de los 8 ensayos realizados por sextuplicado, se hizo un ensayo por sextuplicado en el centro experimental, el cual permitió calcular el error experimental.

**6.5.1 Resultados obtenidos durante la evaluación del diseño experimental.** Los resultados encontrados al efectuar los ensayos del diseño experimental según la combinación de variables de la tabla 36, se muestra en la tabla 38.

**Tabla 36. Variables seleccionadas para el diseño experimental. Materia Orgánica**

VARIABLE	CÓDIGO	Nivel Inferior	Nivel Superior
Cantidad de muestra (g)	A	0.3	0.5
Volumen de Dicromato de Potasio 1N (mL)	B	5	10
Volumen de Ácido Sulfúrico concentrado (mL)	C	10	20

**Tabla 37. Orden estándar de las combinaciones del diseño experimental  $2^3$**

Condición	A (g)	B (mL)	C (mL)
1	0.3	5	10
2	0.5	5	10
3	0.3	10	10
4	0.5	10	10
5	0.3	5	20
6	0.5	5	20
7	0.3	10	20
8	0.5	10	20

**6.5.2 Prueba de Dixon.** Antes de iniciar el análisis de éstos resultados fue necesario realizar la prueba de Dixon para encontrar datos anómalos que se presentaran por casualidad, este análisis se observa en la tabla 39.

**6.5.3 Cálculo de efectos factoriales (Yates).** Después de realizada la prueba de Dixon y descartado los datos anómalos, se estudiaron los efectos presentes y posibles interacciones de cada una de las variables dentro del diseño experimental propuesto. Esto se observa en la tabla 40.

**Tabla 38. Resultados obtenidos en los ensayos de Materia Orgánica en una muestra de suelo al aplicar el diseño factorial 2<sup>3</sup>**

Condición	A (g)	B (mL)	C (mL)	%M.O.
1	-	-	-	2.89
2	+	-	-	2.71
3	-	+	-	3.01
4	+	+	-	2.9
5	-	-	+	2.88
6	+	-	+	2.64
7	-	+	+	3.54
8	+	+	+	3.34

**6.5.4 Ajuste del modelo matemático para la determinación de materia orgánica en el suelo.** Para ajustar un modelo matemático, se determinó del error en el diseño mediante la repetición de ensayos en el centro experimental (repeticiones cuando los valores de cada una de las variables están en la mitad del intervalo considerado). En esta investigación se determinó el error por medio de ensayos repetitivos por sextuplicado en el centro experimental R1, R2, R3, R4, R5 y R6 (tabla 41).

**Tabla 39. Prueba de Dixon para respuestas en la determinación de Materia Orgánica**

Condición	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	X <sub>N</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>prom</sub>	S
1	2.6	2.71	2.83	2.91	3.09	3.17	0.14	0.19	2.89	0.219
2	2.6	2.65	2.71	2.71	2.78	2.78	0.39	0.28	2.71	0.071
3	2.86	2.86	2.9	3.09	3.15	3.17	0.06	0.13	3.01	0.147
4	2.78	2.83	2.84	2.9	3.0	3.02	0.08	0.21	2.9	0.097
5	2.72*	2.83	2.86	2.9	2.9	2.91	0.05	0.58	2.88	0.034
6	2.6	2.6	2.64	2.65	2.65	2.71	0.55	0.36	2.64	0.041
7	3.31	3.41	3.5	3.5	3.76	3.78	0.04	0.21	3.54	0.189
8	3.19	3.26	3.33	3.4	3.41	3.45	0.15	0.27	3.34	0.1
CE	3.21	3.21	3.28	3.34	3.34	3.41	0.35	0.35	3.3	0.08

\* : Descartado por prueba de Dixon

r<sub>10</sub> X<sub>N</sub> : r crítico cuando el último término es sospechoso

r<sub>10</sub> X<sub>1</sub> : r crítico cuando el primer término es sospechoso

r<sub>10</sub> crítico (95% conf.) : 0.64 para 5 datos

Tabla 40. Análisis de Yates para los resultados de M.O.

Condición	Respuesta %M.O.	Número de Yates			Efectos
		Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>	
1	2.89	5.6	11.51	23.91	2.989
2	2.71	5.91	12.4	-0.73	-0.183
3	3.01	5.52	-0.29	1.67	0.418
4	2.9	6.88	-0.44	0.11	0.028
5	2.88	-0.18	0.31	0.89	0.223
6	2.64	-0.11	1.36	-0.15	-0.038
7	3.54	-0.24	0.07	1.05	0.263
8	3.34	-0.2	0.04	-0.03	-0.008

Tabla 41. Resultados de los ensayos de repetición en el centro experimental del diseño

Repetición	Variables			M.O.
	A (g)	B (mL)	C (mL)	
R <sub>1</sub>	0.4	7.5	15	3.41
R <sub>2</sub>	0.4	7.5	15	3.21
R <sub>3</sub>	0.4	7.5	15	3.34
R <sub>4</sub>	0.4	7.5	15	3.34
R <sub>5</sub>	0.4	7.5	15	3.21
R <sub>6</sub>	0.4	7.5	15	3.28

El cálculo de la diferencia media DM conduce a los siguientes valores:

Promedio:

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{N} = 3.3$$

Error experimental:

$$S_{\text{exp}}^2 = \frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{\text{G.L.}} = 0.0064$$

$$S_{\text{exp}} = 0.08$$

Desviación estándar media DMS:

$$\text{DMS}^2 = \frac{2S_{\text{exp}}^2}{N} = 0.0021$$

$$\text{DMS} = 0.046$$

Finalmente se encuentra la diferencia media DM:

En el anexo 1 se puede observar que el *t-student* para un nivel de confianza de 95% y 99%, con 5 grados de libertad son:  $t(5, 95\%) = 2.57$  y  $t(5, 99\%) = 4.03$

$$\text{DM} = t \times \text{DMS}$$

$$\text{DM}_{95\%} = 2.57 \times 0.046 = 0.118$$

$$\text{DM}_{99\%} = 4.03 \times 0.046 = 0.185$$

La significancia de estos efectos dentro del método analítico estudiado se observa en la tabla 42, que además muestra los resultados de la comparación entre el efecto absoluto y la diferencia media para hallar los efectos significativos del

proceso estudiado. La significancia de los efectos se denota con la letra S, que indica que el efecto de esta combinación de niveles es significativo, NS que es no significativo.

**Tabla 42. Significancia de efectos y coeficientes del modelo matemático**

Combinación	Efecto	95%	99%	Coeficiente
1	2.989	-----	-----	2.989
A	-0.183	S	S	-0.092
B	0.418	S	NS	0.209
AB	0.028	NS	NS	-----
C	0.223	S	NS	0.112
AC	-0.038	NS	NS	-----
BC	0.263	S	NS	0.132
ABC	-0.008	NS	NS	-----

Los resultados del análisis de la tabla 42 se ilustran por medio de una ecuación o modelo matemático que se ajusta a los resultados. Esta ecuación es ajustada para un 95% de confianza, pues éste es el nivel de confianza recomendado para métodos analíticos, además que presenta mayor número de efectos que se deben tener en cuenta dentro del análisis.

Este modelo es:

$$Y_{(M.O.)} = 2.989 - 0.092 X_A + 0.209 X_B + 0.112 X_C + 0.132 X_{BC} \pm 0.08$$

El último término representa el error experimental obtenido a partir de los ensayos repetitivos en el centro experimental del diseño.

**6.5.5 Interpretación de resultados del diseño experimental factorial.** El efecto principal de una variable debe ser interpretado individualmente, solo cuando no haya evidencia de que esa variable interacciona con alguna otra, entre el conjunto de estudio.

En éste caso hay evidencia de interacción entre las variables solución de dicromato de potasio (B) y solución de ácido sulfúrico concentrado (C).

Para analizar interacciones entre dos variables fue necesario utilizar una tabla de doble entrada. La cual se obtuvo a partir de la figura 1.

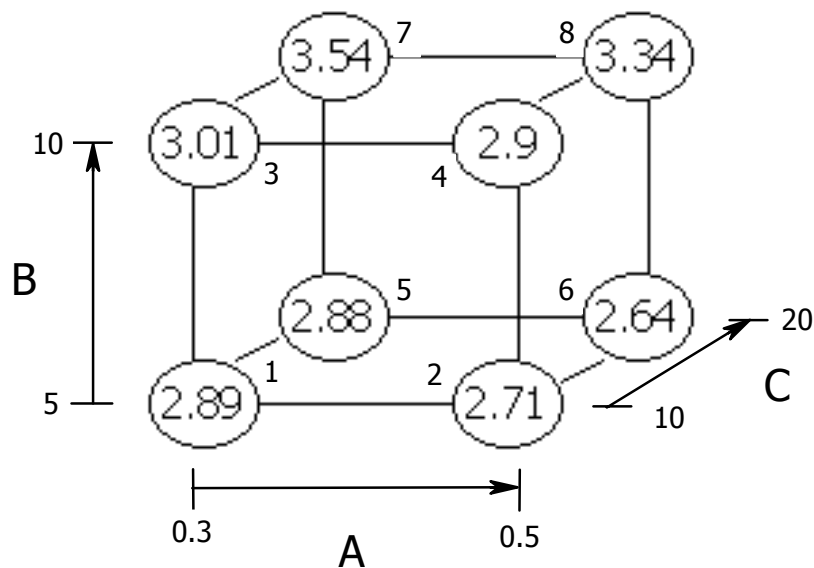
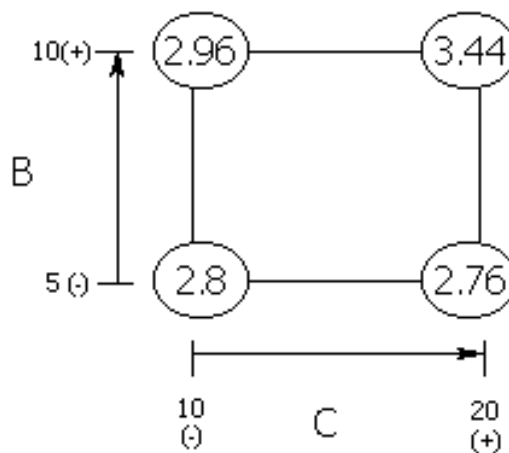


Figura 1. Simetría del diseño factorial  $2^3$

Las figuras 1 y 2 se obtienen promediando el nivel de la variable estudiada con el nivel de la que no interacciona. Por ejemplo, en la figura 2 el valor 2.8 se obtuvo de promediar los valores 2.89 y 2.71 de la figura 1.

La figura 2 muestra la tabla de doble entrada construida para la interacción entre volumen de solución de dicromato de potasio y el volumen de ácido sulfúrico concentrado. En ella se observa la influencia positiva de utilizar mayor cantidad de  $K_2Cr_2O_7$ , ya sea en el nivel máximo o mínimo de  $H_2SO_4$  concentrado.



**Figura 2. Tabla de doble entrada para la interacción volumen de  $K_2Cr_2O_7$  (B) – volumen  $H_2SO_4$  (C)**

En general, la mejor condición es aquella en la cual las variables B y C se mantienen en el nivel más alto.

**6.5.6 Precisión, exactitud y límite de confianza.** En la tabla 43 se resumen los resultados obtenidos al determinar la precisión y exactitud para cada una de las condiciones experimentales. En el anexo 11 se reportan los resultados estadísticos para cada una de ellas.

Al comparar los valores obtenidos para la desviación estándar relativa (RSD), la cual es ampliamente usada para estimar la precisión de los métodos analíticos y se aplica el criterio el cual considera metodologías analíticas precisas aquellas que poseen un RSD menor al 10%, se puede apreciar en éste caso que todas las condiciones experimentales dentro del método se establecen como precisas, lo cual indica una buena repetibilidad en las medidas experimentales y un buen control de errores aleatorios propios del método.

**Tabla 43. Datos de precisión y exactitud de las condiciones experimentales para la determinación de Materia Orgánica (método volumétrico)**

Condición	Precisión (RSD) *	%Exactitud	Exacto
1	6.89	96.7	EXACTO
2	2.4	90.6	EXACTO
3	4.49	99.3	NO EXACTO
4	3.07	97.0	NO EXACTO
5	1.04	96.3	NO EXACTO
6	1.4	88.3	EXACTO
7	4.89	81.6	NO EXACTO
8	2.73	88.3	NO EXACTO

\*RSD: Desviación estándar relativa  $(100 \times S) / \bar{X}$

Con relación a la exactitud se puede ver que las condiciones 1, 2 y 6 del método a estandarizar son exactas con un 95% de Confiabilidad. El criterio mediante el cual se evaluó este parámetro fue la prueba del *t- student*.

Comparándose los resultados obtenidos en el diagrama de doble entrada con los datos obtenidos de precisión y exactitud se encontró que las condiciones para las cuales las variables B y C se mantienen en el nivel más alto no son exactas.

## 6.6 MATERIA ORGÁNICA (método colorimétrico)

Las variables escogidas con sus respectivos valores se muestran en la tabla 44.

**Tabla 44. Variables seleccionadas para el diseño experimental. Materia Orgánica**

<b>VARIABLE</b>	<b>CÓDIGO</b>	<b>Nivel Inferior</b>	<b>Nivel Superior</b>
Volumen de Ácido Sulfúrico concentrado (mL)	A	5	10
Volumen de Dicromato de Potasio 1N (mL)	B	20	30
Cantidad de muestra (g)	C	0.5	1.5

Se adicionó un volumen de solución patrón de sacarosa de 10mg/mL a cada una de las muestras a estudiar de tal forma que se obtuviera al final de la cuantificación 2% de materia orgánica, como se muestra en la tabla 45.

Las combinaciones del diseño experimental se observan en la tabla 46.

Además de los 8 ensayos realizados por sextuplicado, se hizo un ensayo por sextuplicado en el centro experimental, el cual permitió calcular el error experimental.

**Tabla 45. Adición estándar**

Cantidad de Muestra (g)	Cantidad de C Muestra Patrón (mg)*	Volumen Patrón (mL)	Cantidad de C (mg)	%C	%M.O.
0.5	2.72	0.42	1.77	1.16	2
1.5	8.19	1.24	5.22	1.16	2

\*ver Anexo 4

**6.6.1 Calibración del equipo.** Como se mencionó anteriormente antes de iniciar las lecturas de las absorbancias de las muestras problemas es necesario realizar la calibración del equipo a utilizar. Para esto se utilizaron patrones de 1.25, 2.5, 5.0, 10.0 y 25.0 mg/mL de  $C_{12}H_{22}O_{11}$  con los cuales se realizaron las curvas de absorbancia Vs mg de C que se encuentran en el anexo 12.

**Tabla 46. Orden estándar de las combinaciones del diseño experimental  $2^3$**

Condición	A (g)	B (mL)	C (mL)
1	5	20	0.5
2	10	20	0.5
3	5	30	0.5
4	10	30	0.5
5	5	20	1.5
6	10	20	1.5
7	5	30	1.5
8	10	30	1.5

**6.6.2 Sensibilidad del instrumento de medición.** Para la estimación de la sensibilidad se utilizó las curvas de calibración, se requirió el uso de la regresión lineal simple para obtener la sensibilidad experimental del espectrofotómetro Perkin Elmer 35, que se resumen en la tabla 47 y se encuentran registrados en el anexo 13.

**6.6.3 Resultados obtenidos durante la evaluación del diseño experimental.** Los resultados encontrados al efectuar los ensayos del diseño experimental según la combinación de variables de la tabla 44, se muestra en la tabla 48.

**Tabla 47. Límite de detección y sensibilidad, regresión lineal simple (RLS) del instrumento de medición\***

Curva	Datos R.L.S			Sensibilidad (mg C)
	r	m	b	m
Abs Vs mg C	0.9999	0.0182	0.0004	0.0182

\* El significado de cada una de las abreviaturas se encuentran registradas en el anexo 13

**6.6.4 Prueba de Dixon.** Antes de iniciar el análisis de éstos resultados fue necesario realizar la prueba de Dixon para encontrar datos anómalos que se presentaran por casualidad, este análisis se observa en la tabla 49.

**6.6.5 Cálculo de efectos factoriales (Yates).** Después de realizada la prueba de Dixon y descartado los datos anómalos, se estudiaron los efectos presentes y posibles interacciones de cada una de las variables dentro del diseño experimental propuesto. Esto se observa en la tabla 50.

**Tabla 48. Resultados obtenidos en los ensayos de Materia Orgánica en una muestra de suelo al aplicar el diseño factorial 2<sup>3</sup>**

Condición	A (mL)	B (mL)	C (g)	%M.O.
1	-	-	-	1.47
2	+	-	-	1.77
3	-	+	-	1.09
4	+	+	-	1.61
5	-	-	+	2.21
6	+	-	+	2.48
7	-	+	+	1.67
8	+	+	+	2.2

**6.6.6 Ajuste del modelo matemático para la determinación de materia orgánica en el suelo.** Para ajustar un modelo matemático, se determinó el error en el diseño mediante la repetición de ensayos en el centro experimental (repeticiones cuando los valores de cada una de las variables están en la mitad del intervalo considerado). En esta investigación se determinó el error por medio de ensayos repetitivos por sextuplicado en el centro experimental R1, R2, R3, R4, R5 y R6 (tabla 51).

**Tabla 49. Prueba de Dixon para respuestas en la determinación de Materia Orgánica**

Condición	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	X <sub>N</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>prom</sub>	S
1	1.34	1.43	1.43	1.5	1.57	1.57	0.3	0.39	1.47	0.09
2	1.64	1.7	1.74	1.76	1.81	1.95	0.45	0.19	1.77	0.107
3	1.05	1.05	1.07	1.09	1.14	1.16	0.18	0.18	1.09	0.047
4	1.57	1.59	1.59	1.59	1.64	1.66	0.22	0.22	1.61	0.035
5	1.81*	2.19	2.21	2.21	2.21	2.22	0.02	0.93	2.21	0.011
6	2.29*	2.47	2.47	2.47	2.47	2.5	0.14	0.86	2.48	0.013
7	1.36	1.6	1.64	1.72	1.79	1.9	0.2	0.44	1.67	0.185
8	1.98*	2.17	2.19	2.2	2.21	2.21	0.04	0.83	2.2	0.017
CE	1.67*	1.95	1.97	2.02	2.09	2.12	0.07	0.62	2.03	0.074

\* : Descartado por prueba de Dixon

r<sub>10</sub> X<sub>N</sub> : r crítico cuando el último término es sospechoso

r<sub>10</sub> X<sub>1</sub> : r crítico cuando el primer término es sospechoso

r<sub>10</sub> crítico (95% conf.) : 0.56 para 6 datos

Tabla 50. Análisis de Yates para los resultados de M.O.

Condición	Respuesta %M.O.	Número de Yates			Efectos
		Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>	
1	1.47	3.24	5.94	14.5	1.813
2	1.77	2.7	8.56	1.62	0.405
3	1.09	4.69	0.82	-1.36	-0.34
4	1.61	3.87	0.8	0.48	0.12
5	2.21	0.3	-0.54	2.62	0.655
6	2.48	0.52	-0.82	-0.02	-0.005
7	1.67	0.27	0.22	-0.28	-0.07
8	2.2	0.53	0.26	0.04	0.01

Tabla 51. Resultados de los ensayos de repetición en el centro experimental del diseño

Repetición	Variables			%M.O.
	A (mL)	B (mL)	C (g)	
R <sub>1</sub>	7.5	25	1.0	1.97
R <sub>2</sub>	7.5	25	1.0	1.95
R <sub>3</sub>	7.5	25	1.0	2.09
R <sub>4</sub>	7.5	25	1.0	2.12
R <sub>5</sub>	7.5	25	1.0	1.67
R <sub>6</sub>	7.5	25	1.0	2.02

El cálculo de la diferencia media DM conduce a los siguientes valores:

Promedio:

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{N} = 1.97$$

Error experimental:

$$S_{\text{exp}}^2 = \frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{\text{G.L.}} = 0.0259$$

$$S_{\text{exp}} = 0.161$$

Desviación estándar media DMS:

$$\text{DMS}^2 = \frac{2S_{\text{exp}}^2}{N} = 0.0087$$

$$\text{DMS} = 0.093$$

Finalmente se encuentra la diferencia media DM:

En el anexo 1 se puede observar que el *t-student* para un nivel de confianza de 95% y 99%, con 5 grados de libertad son:  $t(5, 95\%) = 2.57$  y  $t(5, 99\%) = 4.03$

$$\text{DM} = t \times \text{DMS}$$

$$\text{DM}_{95\%} = 2.57 \times 0.093 = 0.239$$

$$\text{DM}_{99\%} = 4.03 \times 0.093 = 0.375$$

La significancia de estos efectos dentro del método analítico estudiado se observa en la tabla 52, que además muestra los resultados de la comparación entre el efecto absoluto y la diferencia media para hallar los efectos significativos del

proceso estudiado. La significancia de los efectos se denota con la letra S, que indica que el efecto de esta combinación de niveles es significativo, NS que es no significativo.

**Tabla 52. Significancia de efectos y coeficientes del modelo matemático**

Combinación	Efecto	95%	99%	Coefficiente
1	1.813	-----	-----	1.813
A	0.405	S	S	0.203
B	-0.34	S	NS	-0.17
AB	0.12	NS	NS	-----
C	0.655	S	S	0.328
AC	-0.005	NS	NS	-----
BC	-0.07	NS	NS	-----
ABC	0.01	NS	NS	-----

Los resultados del análisis de la tabla 52 se ilustran por medio de una ecuación o modelo matemático que se ajusta a los resultados. Esta ecuación es ajustada para un 95% de confianza, pues éste es el nivel de confianza recomendado para métodos analíticos, además que presenta mayor número de efectos que se deben tener en cuenta dentro del análisis.

Este modelo es:

$$Y_{(M.O.)} = 1.813 + 0.203 X_A - 0.17 X_B + 0.328 X_C \pm 0.161$$

El último término representa el error experimental obtenido a partir de los ensayos repetitivos en el centro experimental del diseño.

**6.6.7 Interpretación de resultados del diseño experimental factorial.** El efecto principal de una variable debe ser interpretado individualmente, solo cuando no haya evidencia de que esa variable interacciona con alguna otra, entre el conjunto de estudio.

En éste caso no hay evidencia de interacción entre las variables volumen de ácido sulfúrico concentrado (A), volumen de dicromato de potasio (B) y cantidad de muestra (C).

**6.6.8 Precisión, exactitud y límite de confianza.** En la tabla 53 se resumen los resultados obtenidos al determinar la precisión y exactitud para cada una de las condiciones experimentales. En el anexo 14 se reportan los resultados estadísticos para cada una de ellas.

Al comparar los valores obtenidos para la desviación estándar relativa (RSD), la cual es ampliamente usada para estimar la precisión de los métodos analíticos y se aplica el criterio el cual considera metodologías analíticas precisas aquellas que poseen un RSD menor al 10%, se puede apreciar en éste caso que todas las condiciones experimentales, excepto la condición 7 dentro del método se establecen como precisas.

Con relación a la exactitud se puede ver que ninguna de las condiciones experimentales del método a estandarizar son exactas con un 95% de Confiabilidad. El criterio mediante el cual se evaluó este parámetro fue la prueba del *t- student*.

**Tabla 53. Datos de precisión y exactitud de las condiciones experimentales para la determinación de Materia Orgánica (método Volumétrico)**

Condición	Precisión (RSD) *	%Exactitud	Exacto
1	6.12	73.5	NO EXACTO
2	6.05	88.5	NO EXACTO
3	4.31	54.5	NO EXACTO
4	2.17	80.5	NO EXACTO
5	0.5	89.5	NO EXACTO
6	0.52	76	NO EXACTO
7	11.08	83.5	NO EXACTO
8	0.77	90	NO EXACTO

\*RSD: Desviación estándar relativa  $(100 \times S) / \bar{X}$

## 6.7 FÓSFORO DISPONIBLE

Las variables escogidas con sus respectivos valores se muestran en la tabla 54.

Se adicionó un volumen de solución patrón de P de 1ppm a cada una de las muestras a estudiar de tal forma que se obtuviera al final de la cuantificación 3ppm de fósforo disponible, como se muestra en la tabla 55.

Las combinaciones del diseño experimental se observan en la tabla 56.

Además de los 8 ensayos realizados por sextuplicado, se hizo un ensayo por sextuplicado en el centro experimental, el cual permitió calcular el error experimental.

**Tabla 54. Variables seleccionadas para el diseño experimental. Fósforo disponible**

VARIABLE	CÓDIGO	Nivel Inferior	Nivel Superior
Cantidad de muestra (g)	A	2.85	2.95
Volumen de solución extractora (mL)	B	20	30
Tiempo de agitación (seg)	C	20	40

**Tabla 55. Adición estándar**

Cantidad de Muestra (g)	Cantidad de P Muestra Patrón (mg)*	Volumen Patrón (mL)	Cantidad de P (mg)	Fósforo en el suelo (ppm)
2.85	0.00681	1.74	0.00174	3
2.95	0.00705	1.8	0.0018	3

\*ver Anexo 5

**6.7.1 Calibración del equipo.** Como se mencionó anteriormente antes de iniciar las lecturas de las absorbancias de las muestras problemas es necesario realizar la calibración del equipo a utilizar. Para esto se utilizaron patrones de 4, 8 y 12 ppm de P con los cuales se realizaron las curvas de absorbancia Vs ppm P que se encuentran en el anexo 15.

**6.7.2 Sensibilidad del instrumento de medición.** Para la estimación de la sensibilidad se utilizó las curvas de calibración, se requirió el uso de la regresión lineal simple para obtener la sensibilidad experimental del espectrofotómetro Perkin Elmer 35, que se resumen en la tabla 57 y se encuentran registrados en el anexo 16.

**Tabla 56. Orden estándar de las combinaciones del diseño experimental 2<sup>3</sup>**

Condición	A (g)	B (mL)	C (seg)
1	2.85	20	20
2	2.95	20	20
3	2.85	30	20
4	2.95	30	20
5	2.85	20	40
6	2.95	20	40
7	2.85	30	40
8	2.95	30	40

**6.7.3 Resultados obtenidos durante la evaluación del diseño experimental.** Los resultados encontrados al efectuar los ensayos del diseño experimental según la combinación de variables de la tabla 54, se muestra en la tabla 58.

**Tabla 57. Sensibilidad del instrumento de medición\***

Curva	Datos R.L.S			Sensibilidad (ppm de P)
	r	m	b	m
Abs Vs ppm	0.9998	0.4688	8E-05	0.4688

\* El significado de cada una de las abreviaturas se encuentran registradas en el anexo 16

**6.7.4 Prueba de Dixon.** Antes de iniciar el análisis de éstos resultados fue necesario realizar la prueba de Dixon para encontrar datos anómalos que se presentaran por casualidad, este análisis se observa en la tabla 59.

**Tabla 58. Resultados obtenidos en los ensayos de Fósforo disponible en una muestra de suelo al aplicar el diseño factorial 2<sup>3</sup>**

Condición	A (g)	B (mL)	C (seg)	Fósforo (P)
1	-	-	-	3.08
2	+	-	-	2.46
3	-	+	-	2.23
4	+	+	-	2.1
5	-	-	+	2.54
6	+	-	+	2.33
7	-	+	+	3.09
8	+	+	+	2.25

**6.7.5 Cálculo de efectos factoriales (Yates).** Después de realizada la prueba de Dixon y descartado los datos anómalos, se estudiaron los efectos presentes y posibles interacciones de cada una de las variables dentro del diseño experimental propuesto. Esto se observa en la tabla 60.

**6.7.6 Ajuste del modelo matemático para la determinación de fósforo disponible en el suelo.** Para ajustar un modelo matemático, se determinó del error en el diseño mediante la repetición de ensayos en el centro experimental (repeticiones cuando los valores de cada una de las variables están en la mitad del

intervalo considerado). En esta investigación se determinó el error por medio de ensayos repetitivos por sextuplicado en el centro experimental R1, R2, R3, R4, R5 y R6 (tabla 61).

**Tabla 59. Prueba de Dixon para respuestas en la determinación de Fósforo disponible**

Condición	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	X <sub>N</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>prom</sub>	S
1	2.81	2.95	3.09	3.16	3.16	3.3	0.29	0.29	3.08	0.174
2	2.17	2.31	2.37	2.44	2.64	2.85	0.31	0.21	2.46	0.245
3	2.04	2.04	2.04	2.11	2.53	2.6	0.13	0.13	2.23	0.264
4	1.83	1.9	2.03	2.1	2.17	2.58	0.55	0.09	2.1	0.266
5	1.97	2.39	2.6	2.74	2.74	2.81	0.08	0.5	2.54	0.317
6	1.97	1.97	2.31	2.44	2.51	2.78	0.33	0.42	2.33	0.318
7	2.18*	2.81*	3.02	3.09	3.09	3.16	0.07	0.5	3.09	0.057
8	2.03	2.1	2.1	2.31	2.44	2.51	0.15	0.15	2.25	0.2
CE	2.8	2.89	2.9	3.01	3.04	3.14	0.29	0.26	2.96	0.123

\* : Descartado por prueba de Dixon

r<sub>10</sub> X<sub>N</sub> : r crítico cuando el último término es sospechoso

r<sub>10</sub> X<sub>1</sub> : r crítico cuando el primer término es sospechoso

r<sub>10</sub> crítico (95% conf.) : 0.64 para 5 datos

r<sub>10</sub> crítico (95% conf.) : 0.76 para 4 datos

**Tabla 60. Análisis de Yates para los resultados de Fósforo disponible**

Condición	Respuesta P (ppm)	Número de Yates			Efectos
		Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>	
1	3.08	5.54	9.87	20.08	2.51
2	2.46	4.33	10.21	-1.8	-0.45
3	2.23	4.87	-0.75	-0.74	-0.185
4	2.1	5.34	-1.05	-0.14	-0.035
5	2.54	-0.62	-1.21	0.34	0.085
6	2.33	-0.13	0.47	-0.3	-0.075
7	3.09	-0.21	0.49	1.68	0.42
8	2.25	-0.84	-0.63	-1.12	-0.28

**Tabla 61. Resultados de los ensayos de repetición en el centro experimental del diseño**

Repetición	Variables			P (ppm)
	A (g)	B (mL)	C (seg)	
R <sub>1</sub>	2.9	25	30	2.9
R <sub>2</sub>	2.9	25	30	3.01
R <sub>3</sub>	2.9	25	30	2.8
R <sub>4</sub>	2.9	25	30	3.04
R <sub>5</sub>	2.9	25	30	2.89
R <sub>6</sub>	2.9	25	30	3.14

El cálculo de la diferencia media DM conduce a los siguientes valores:

Promedio:

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{N} = 2.96$$

Error experimental:

$$S_{\text{exp}}^2 = \frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{\text{G.L.}} = 0.0754$$

$$S_{\text{exp}} = 0.275$$

Desviación estándar media DMS:

$$\text{DMS}^2 = \frac{2S_{\text{exp}}^2}{N} = 0.0251$$

$$\text{DMS} = 0.159$$

Finalmente se encuentra la diferencia media DM:

En el anexo 1 se puede observar que el *t-student* para un nivel de confianza de 95% y 99%, con 5 grados de libertad son:  $t(5, 95\%) = 2.57$  y  $t(5, 99\%) = 4.03$

$$\text{DM} = t \times \text{DMS}$$

$$\text{DM}_{95\%} = 2.57 \times 0.159 = 0.409$$

$$\text{DM}_{99\%} = 4.03 \times 0.159 = 0.641$$

La significancia de estos efectos dentro del método analítico estudiado se observa en la tabla 62, que además muestra los resultados de la comparación entre el efecto absoluto y la diferencia media para hallar los efectos significativos del

proceso estudiado. La significancia de los efectos se denota con la letra S, que indica que el efecto de esta combinación de niveles es significativo, NS que es no significativo.

**Tabla 62. Significancia de efectos y coeficientes del modelo matemático**

Combinación	Efecto	95%	99%	Coefficiente
1	2.51	-----	-----	2.51
A	-0.45	S	NS	-0.225
B	-0.185	NS	NS	-----
AB	-0.035	NS	NS	-----
C	0.085	NS	NS	-----
AC	-0.075	NS	NS	-----
BC	0.42	S	NS	0.21
ABC	-0.28	NS	NS	-----

Los resultados del análisis de la tabla 62 se ilustran por medio de una ecuación o modelo matemático que se ajusta a los resultados. Esta ecuación es ajustada para un 95% de confianza, pues éste es el nivel de confianza recomendado para métodos analíticos, además que presenta mayor número de efectos que se deben tener en cuenta dentro del análisis.

Este modelo es:

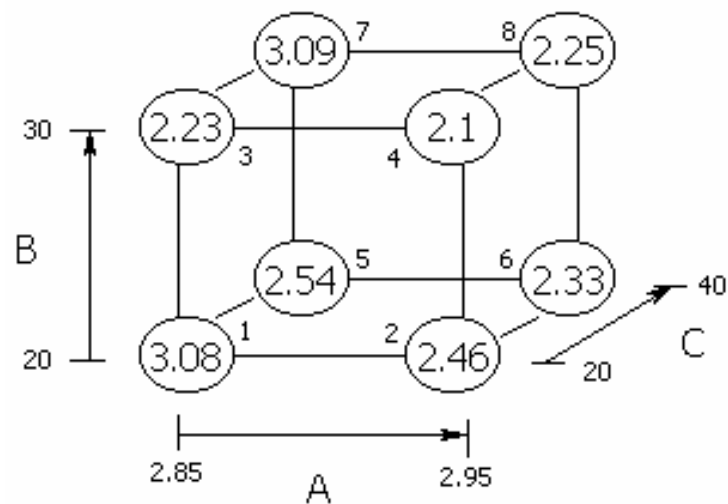
$$Y_{(P)} = 2.51 - 0.225 X_A + 0.21 X_{BC} \pm 0.14$$

El último término representa el error experimental obtenido a partir de los ensayos repetitivos en el centro experimental del diseño.

**6.7.7 Interpretación de resultados del diseño experimental factorial.** El efecto principal de una variable debe ser interpretado individualmente, solo cuando no haya evidencia de que esa variable interacciona con alguna otra, entre el conjunto de estudio.

En éste caso hay evidencia de interacción entre las variables solución extractora (B) y tiempo de agitación (C).

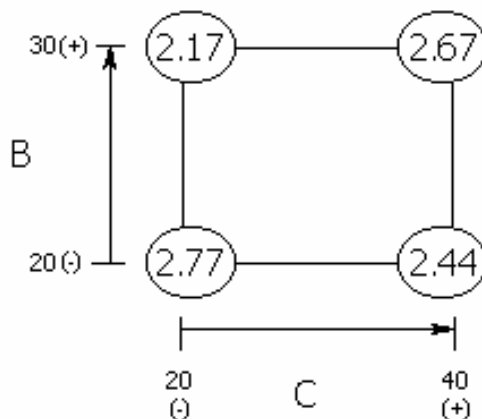
Para analizar interacciones entre dos variables fue necesario utilizar una tabla de doble entrada. La cual se obtuvo a partir de la figura 3.



**Figura 3. Simetría del diseño factorial 2<sup>3</sup>**

La figura 4 muestra la tabla de doble entrada construida para la interacción entre volumen de solución extractora (B) y tiempo de agitación (C). En ella se observa la influencia negativa de utilizar mayor cantidad de extractora para el nivel mínimo de

tiempo de agitación, igualmente para el nivel mínimo de extractora se observa una influencia negativa para el nivel máximo de tiempo.



**Figura 4. Tabla de doble entrada para la interacción volumen de solución extractora (B) – tiempo de agitación (C)**

En general, la mejor condición es aquella en la cual las variables B y C se mantienen en el nivel más bajo.

**6.7.8 Precisión, exactitud y límite de confianza.** En la tabla 63 se resumen los resultados obtenidos al determinar la precisión y exactitud para cada una de las condiciones experimentales. En el anexo 17 se reportan los resultados estadísticos para cada una de ellas.

Al comparar los valores obtenidos para la desviación estándar relativa (RSD), la cual es ampliamente usada para estimar la precisión de los métodos analíticos y se aplica el criterio el cual considera metodologías analíticas precisas aquellas que poseen un RSD menor al 10%, se puede apreciar en éste caso que las condiciones experimentales 1, 2, 7 y 8 dentro del método se establecen como precisas, lo cual indica una buena repetibilidad en las medidas experimentales y un buen control de errores aleatorios propios del método.

**Tabla 63. Datos de precisión y exactitud de cada una de las condiciones experimentales para la determinación de Fósforo disponible**

Condición	Precisión (RSD) *	%Exactitud	Exacto
1	5.65	97.3	EXACTO
2	9.96	82	NO EXACTO
3	11.84	74.3	NO EXACTO
4	12.67	70	NO EXACTO
5	12.48	84.7	NO EXACTO
6	13.65	77.7	NO EXACTO
7	1.85	97	EXACTO
8	8.89	75	NO EXACTO

\*RSD: Desviación estándar relativa  $(100 \times S) / \bar{X}$

Con relación a la exactitud se puede ver que las condiciones 1 y 7 del método a estandarizar son exactas con un 95% de Confiabilidad. El criterio mediante el cual se evaluó este parámetro fue la prueba del *t- student*.

Comparándose los resultados obtenidos en el diagrama de doble entrada con los datos obtenidos de precisión y exactitud se encontró que la condición 1 es la más adecuada para realizar el proceso de extracción de Fósforo disponible.

**6.7.9 Análisis comparativo entre el método actual y el propuesto.** En esta etapa se tomaron dos tipos diferentes de suelos cuyas características se observan en el anexo 8. En ellos se cuantificó la cantidad de aluminio presente por los dos métodos experimentales, obteniéndose resultados a los cuales se les aplicó la prueba de Dixon. Estos resultados se observan en la tabla 64.

**Tabla 64. Prueba de Dixon para las respuestas obtenidas en los dos métodos experimentales con dos muestras problema**

Condición	Repetición					$r_{10}$ $X_N$	$r_{10}$ $X_1$	$X_{prom}$	S
	1	2	3	4	5				
<b>1A</b>	16.7	16.8	17	17	17.1	0.25	0.25	16.92	0.164
<b>1N</b>	17	17.2	17.3	17.5	17.5	0.4	0.4	17.3	0.212
<b>2A</b>	12.7	12.75	12.8	12.9	12.9	0.5	0.25	12.81	0.089
<b>2N</b>	13.1	13.3	13.4	13.5	13.5	0.25	0.5	13.36	0.167

**1A y 2A:** Muestras 1 y 2 tratadas con la condición experimental anterior.

**1N y 2N:** Muestras 1 y 2 tratadas con la condición experimental nueva.

$r_{10} X_N$ : r crítico cuando el último término es sospechoso.

$r_{10} X_1$ : r crítico cuando el primer término es sospechoso.

$r_{10}$  crítico (95% conf.): 0.64. Para 4 grados de libertad

Como se observa en la tabla anterior no se descartó ningún valor, ya que los valores de  $r_{calculados}$  son menores a los del  $r_{crítico}$ .

**6.7.9.1 Prueba F: a una cola.** En esta etapa se realizó la comparación de las desviaciones estándar entre la nueva metodología de extracción y el método actual. Esta comparación se observa en las tablas 65 y 66 donde se realizó la cuantificación de aluminio disponible presente en dos muestras problema.

**Tabla 65. Prueba F a una cola para la muestra 1\***

<b>Método</b>	<b>Media (meq/100g suelo)</b>	<b>Desviación estándar (meq/100g suelo)</b>	<b><math>F = S_N^2 / S_A^2</math></b>
<b>A</b>	16.92	0.164	1.67
<b>N</b>	17.3	0.212	

1\*: Anexo 8a; A: método actual; N: método nuevo

**Tabla 66. Prueba F a una cola para la muestra 2\***

<b>Método</b>	<b>Media (meq/100g suelo)</b>	<b>Desviación estándar (meq/100g suelo)</b>	<b><math>F = S_N^2 / S_A^2</math></b>
<b>A</b>	12.81	0.089	3.52
<b>N</b>	13.36	0.167	

2\*: Anexo 8b; A: método actual; N: método nuevo

El valor crítico que se encuentra en las tablas F para análisis a una cola (anexo 3a) para 4 grados de libertad y una certeza del 95% es 6.38. Los valores de F calculados en las tablas 65 y 66 son menores, llegándose a la conclusión que no existe una diferencia significativa en los dos métodos.

## 7. CONCLUSIONES

- En la determinación de pH el análisis de los resultados demostró que no hay evidencia de interacción entre las variables seleccionadas y resultaron que son precisos, pero inexactos.
- La determinación de aluminio disponible demostró que para las variables seleccionadas no hay evidencia de interacción, son precisos y reportó como la mejor condición de trabajo la condición 3 (15mL de solución extractora, 8g de suelo y 30min.). Al aplicar el método actual y el propuesto después de realizado el análisis estadístico a dos muestras de suelos diferentes se pudo observar que no presentan una diferencia significativa en las desviaciones estándar, sin embargo, el método propuesto posee una mayor eficiencia en la extracción de aluminio en el suelo.
- El análisis de resultados para la capacidad de intercambio catiónico demostró no interacción entre las variables, muestran que las condiciones escogidas para el método utilizado, son precisas. Se reportó la condición 5 (5g de suelo, 15mL solución extractora y 30min. de agitación) como exacta para determinar capacidad de intercambio catiónico con un 95% de confianza. Al aplicar el método actual y el propuesto para la C.I.C. después de realizado el análisis estadístico a dos muestras de suelos diferentes se pudo observar que no presentan una diferencia significativa, sin embargo, el método propuesto posee una mayor eficiencia en la extracción.

- La determinación de Materia Orgánica por el método volumétrico demostró que hay evidencia de interacción entre las variables: solución de dicromato de potasio y solución de ácido sulfúrico concentrado en los rangos seleccionados, y que todas las condiciones experimentales dentro del método se establecen como precisas. Sin embargo, de acuerdo a la evaluación de la exactitud para las condiciones consideradas por los diagramas de doble entrada reportó no ser exactas.
- La estimación de la sensibilidad obtenidos mediante regresión lineal simple para el espectrofotómetro Perkin Elmer 35 utilizado durante la estandarización de materia orgánica y fósforo disponible fueron 0.0182mg de C y 0.4688ppm de P no coinciden con los parámetros teóricos del equipo.
- En la determinación de Materia Orgánica por el método colorimétrico demostró que no hay evidencia de interacción entre las variables seleccionadas y que siete de las condiciones escogidas, son precisas. La evaluación de la exactitud para las condiciones consideradas reportó no ser exactas.
- El análisis de los resultados para la determinación de Fósforo disponible demostró que hay evidencia de interacción entre las variables: solución extractora y tiempo de agitación. Además, muestra que cuatro de las condiciones escogidas, son precisas. En lo referente a la exactitud la condición 1 (2.85g de muestra, 20mL de solución extractora y 20s de agitación) es la más adecuada para realizar el proceso de extracción. Al aplicar el método actual y el propuesto para el método de Fósforo a dos muestras de suelos diferentes se pudo observar que no presentan una diferencia significativa, sin embargo, el método propuesto posee una mayor eficiencia en la extracción.

## BIBLIOGRAFIA

DAVIES, Bryan. Manejo del Suelo. 4<sup>a</sup> edición. Buenos aires: Editorial el Ateneo, 1987. Cap. 3. p 28-36.[1]

ENCISO, H. Validación de Metodología Analítica. INGEOMINAS, Area Química, 1996.[2]

PEÑARANDA, Saúl y ORTIZ, Jaime E. Validación de Metodologías Alternas para Análisis Fisicoquímico de Aguas para Consumo Humano. Bogotá, 1998.[3]

JAIMES, Adriana y LAYTON, Johanna. Estandarización del Método de la Azometina-H por Extracción con: A) Agua Caliente y B) Extracción con Fosfato Monobásico de Calcio para la Determinación Cuantitativa de Boro Soluble en Agua en Suelos. Bucaramanga, 2002, 113p. Trabajo de grado (Químico). Universidad Industrial de Santander, Facultad de Ciencias, Escuela de Química. P. 76, 85.[4]

FREAD, D. E y RACAÑO, Rodolfo. Tratado de química agrícola, Tomo II. Barcelona: Salvat; 1978. p 150 – 250.[5]

GIRES, Muñoz Juan. Usted, los Abonos y los Frutos. México: Editorial Diana, 1983. p 80 -123.[6]

SUELOS, ABONOS Y FERTILIZANTES. Tecnología Agropecuaria, 1<sup>a</sup> Edición. Universidad Industrial de Santander, Instituto de Educación a Distancia (INSEDI). Julio 2002.[7]

[www.IDEAM.gov.co](http://www.IDEAM.gov.co). [9]

HEWLETT, Packard. Buenas Prácticas de Laboratorio y Buenas Prácticas de Fabricación Actuales. Holanda, 1995.[10]

BOX G. E.; HUNTER W. G. AND HUNTER J. S. Estadística para investigadores. Barcelona: Editorial Reverté S. A., 1989. Cap. 10.[11]

FOTH, Turk. Fundamentos de la Ciencia del Suelo. México: Editorial Continental S. A., 1975. p. 37, 38-218, 219.[8]

COCHRAN, W. G., COX, G. M. Diseños Experimentales. Mexico: Editorial Trillas, 1973. p. 177 – 214.[12]

THOMPSON, M. Regression Methods in the Comparison of Accuracy. Vol 107. 1982, p. 1169 - 1180.[13]

TAYLOR, J. Statiscal Technics of Date Analysis. Michigan: Lewis publishers, 1990.[14]

FEDERACIÓN NACIONAL DE CAFETEROS DE COLOMBIA. Manual de Laboratorio de Suelos. Bogota, 1985.[15]

SALINAS, J. G. y GARCIA, R. Métodos Químicos para el Análisis de Suelos, Acidez y Plantas Forrajeras. Cali: Centro Internacional de Agricultura Tropical CIAT, 1985. p. 48 - 50.[16]

INSTITUTO GEOGRÁFICO AGUSTÍN CODAZZI, IGAC. Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos. 5ª Edición. Bogotá, 1990.[17]

# **ANEXOS**

### Anexo 1. Tabla de valores t para varios niveles de probabilidad

<b>Grados de Libertad</b>	<b>90%</b>	<b>95%</b>	<b>99%</b>
1	6.314	12.706	63.657
2	2.920	4.303	9.925
3	2.353	3.182	5.841
4	2.132	2.776	4.604
5	2.015	2.571	4.032
6	2.943	2.447	3.707
7	1.895	2.365	3.499
8	1.860	2.306	3.355
9	1.833	2.262	3.250
10	1.812	2.228	3.169
11	1.796	2.201	3.106
12	1.782	2.179	3.055
13	1.771	1.160	3.012
14	1.761	2.145	2.977
15	1.753	2.13	2.947

**Anexo 2. Tabla de valores de r críticos a un nivel de probabilidad del 95%**

<b>Número de porciones</b>	<b>r<sub>crítico</sub></b>
3	0.94
4	0.76
5	0.64
6	0.56
7	0.51
8	0.47
9	0.44
10	0.41
.	.
.	0.00

# **ANEXO 3**

a. Valores Críticos de F para una prueba de una cola

V1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20	
V2	1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9	243.9	245.9	248.0
	2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.41	19.43	19.45
	3	10.13	9.552	9.277	9.117	9.013	8.941	8.887	8.845	8.812	8.786	8.745	8.703	8.660
	4	7.709	6.944	6.591	6.388	6.256	6.163	6.094	6.041	5.999	5.964	5.912	5.858	5.803
	5	6.608	5.786	5.409	5.192	5.050	4.950	4.876	4.818	4.772	4.735	4.678	4.619	4.558
	6	5.987	5.143	4.757	4.534	4.387	4.284	4.207	4.147	4.099	4.060	4.000	3.938	3.874
	7	5.591	4.737	4.347	4.120	3.972	3.866	3.787	3.726	3.677	3.637	3.575	3.511	3.445
	8	5.318	4.459	4.066	3.838	3.687	3.581	3.500	3.438	3.388	3.347	3.284	3.218	3.150
	9	5.117	4.256	3.863	3.633	3.482	3.374	3.293	3.230	3.179	3.137	3.073	3.006	2.936
	10	4.965	4.103	3.708	3.471	3.326	3.217	3.135	3.072	3.020	2.978	2.913	2.845	2.774
	11	4.844	3.982	3.587	3.357	3.204	3.095	3.012	2.948	2.896	2.854	2.788	2.719	2.646
	12	4.747	3.885	3.490	3.259	3.106	2.996	2.913	2.849	2.796	2.753	2.687	2.617	2.544
	13	4.667	3.806	3.411	3.179	3.025	2.915	2.832	2.767	2.714	2.671	2.604	2.533	2.459
	14	4.600	3.739	3.344	3.112	2.958	2.848	2.764	2.699	2.646	2.602	2.534	2.463	2.388
	15	4.543	3.682	3.287	3.056	2.901	2.790	2.707	2.641	2.588	2.544	2.475	2.403	2.328
	16	4.494	3.634	3.239	3.007	2.852	2.741	2.657	2.591	2.538	2.494	2.425	2.352	2.276
	17	4.451	3.592	3.197	2.965	2.810	2.699	2.614	2.548	2.494	2.450	2.381	2.308	2.230
	18	4.414	3.555	3.160	2.928	2.773	2.661	2.577	2.510	2.456	2.412	2.342	2.269	2.191
	19	4.381	3.522	3.127	2.895	2.740	2.628	2.544	2.477	2.423	2.378	2.308	2.234	2.155
	20	4.351	3.493	3.098	2.866	2.711	2.599	2.514	2.447	2.393	2.348	2.278	2.203	2.124

V1= número de grados de libertad del numerador y V2= número de grados de libertad del denominador

b. Valores Críticos de F para una prueba a dos colas

V1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20	
V2	1	647.8	799.5	864.2	899.6	927.8	937.1	948.2	956.7	963.3	968.6	976.7	984.9	993.1
	2	38.51	39.00	39.17	39.25	39.30	39.33	39.36	39.37	39.39	39.40	39.41	39.43	39.45
	3	17.44	16.04	15.44	15.10	14.88	14.73	14.62	14.54	14.47	14.42	14.34	14.25	14.17
	4	12.22	10.65	9.979	9.605	9.364	9.197	9.074	8.980	8.905	8.844	8.751	8.657	8.560
	5	10.01	8.434	7.764	7.388	7.146	6.978	6.853	6.757	6.681	6.619	6.525	6.428	6.329
	6	8.813	7.260	6.599	6.227	5.988	5.820	5.695	5.600	5.523	5.461	5.366	5.269	5.168
	7	8.073	6.542	5.890	5.523	5.285	5.119	4.995	4.899	4.823	4.761	4.666	4.568	4.467
	8	7.571	6.059	5.416	5.053	4.817	4.652	4.529	4.433	4.357	4.295	4.200	4.101	3.999
	9	7.209	5.715	5.078	4.718	4.484	4.320	4.197	4.102	4.026	3.964	3.868	3.769	3.667
	10	6.937	5.456	4.826	4.468	4.236	4.072	3.950	3.855	3.779	3.717	3.621	3.522	3.419
	11	6.724	5.256	4.630	4.275	4.044	3.881	3.759	3.664	3.588	3.526	3.430	3.330	3.226
	12	6.554	5.096	4.474	4.121	3.891	3.728	3.607	3.512	3.436	3.374	3.277	3.177	3.073
	13	6.414	4.965	4.347	3.996	3.767	3.604	3.483	3.388	3.312	3.250	3.153	3.053	2.948
	14	6.298	4.857	4.242	3.892	3.663	3.501	3.380	3.285	3.209	3.147	3.050	2.949	2.844
	15	6.200	4.765	4.153	3.804	3.576	3.415	3.293	3.199	3.123	3.060	2.963	2.862	2.756
	16	6.115	4.687	4.077	3.729	3.502	3.341	3.219	3.125	3.049	2.986	2.889	2.788	2.681
	17	6.042	4.619	4.011	3.665	3.438	3.277	3.156	3.061	2.985	2.922	2.825	2.723	2.616
	18	5.978	4.560	3.954	3.608	3.382	3.221	3.100	3.005	2.929	2.866	2.769	2.667	2.559
	19	5.922	4.508	3.903	3.559	3.333	3.172	3.051	2.956	2.880	2.817	2.720	2.617	2.509
	20	5.871	4.461	3.859	3.515	3.289	3.128	3.007	2.913	2.837	2.774	2.676	2.573	2.464

V1= número de grados de libertad del numerador y V2= número de grados de libertad del denominador

LABORATORIO QUÍMICO DE SUELOS PROGRAMA DE SUELOS					CONVENIO GOBERNACIÓN DE SANTANDER - UIS SECRETARÍA DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL										ANÁLISIS DE SUELOS: UN BENEFICIO MAYOR Y PRIORITARIO PARA EL CAMPO						
DIRECCIÓN: Carrera 27 Calle 9 Ciudad Universitaria Teléfono: 6344000 Ext. 2499 Bucaramanga - Santander del Sur					Teléfonos: 6301966 Fax: 6300480 - 6339018 ESCUELA DE QUÍMICA - UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER										DÍA		MES		AÑO		
CLIENTE:					MUNICIPIO:					VEREDA:					Finca:						
DIRECCIÓN:					TELÉFONOS:					DEPARTAMENTO:					Cultivo:						
TOPOGRAFÍA:					EXTENSIÓN:					ANÁLISIS SOLICITADOS:		CARACTERIZACIÓN X		ELEMENTOS MENORES X		AZUFRE		C.I.C.		CE	
RESULTADO DEL ANÁLISIS DE SUELOS																					
No. Orden	No. Lab.	pH Unidad	% C	P (ppm) Bray II	Ca	Mg	Na	K	Al	% Arena	% Limo	% Arcilla	TEXTURA	C.I.C. meq/100g	CE mmhos/cm	S	B	Fe	Mn	Cu	Zn
					meq/100g suelo											(ppm)					
	Patrón	6.14	2.68	7	6.90	2.40	0.12	0.24	---	52	28	20	Franco	9.93	-----	----	0.1	32.1	21.6	0.98	0.77
PARAMETROS					MÉTODO ANALÍTICO										VoBo  JAIME H. CAMARGO HERNÁNDEZ Químico Mat. Prof. 0047						
pH:	Potencial de Hidrógeno				Electrométrico:					Relación 1:1 Agua destilada											
C:	Carbono				Colorimétrico:					Walkley Black K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> -H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>											
P:	Fósforo disponible				Colorimétrico:					Bray II. HCl 0,1 N-NH <sub>4</sub> F 0,03 N											
	Ca, Mg, Na, K				Absorción Atómica:					Extracción: Acetato de Amonio											
Al:	Aluminio intercambiable				Valoración:					Extracción KCl											
	% Textura				Bouyoucous:					Agua destilada											
B:	Boro				Colorimétrico:					Extracción Fosfato Monocálcico											
	Fe, Mn, Cu, Zn				Absorción Atómica:					Extracción con DTPA											
S:	Azufre				Turbidimétrico:					Extracción Fosfato Monocálcico											
C.I.C.:	Capacidad Intercambio Catiónico									Extracción Acetato de Amonio											
CE:	Conductividad Eléctrica				Electrométrico					Agua destilada											

**Anexo 4. Caracterización muestra usada para la estandarización de pH y métodos volumétricos:  
Aluminio disponible, Capacidad de Intercambio Catiónico y Materia Orgánica**

LABORATORIO QUÍMICO DE SUELOS PROGRAMA DE SUELOS					CONVENIO GOBERNACIÓN DE SANTANDER - UIS SECRETARÍA DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL										ANÁLISIS DE SUELOS: UN BENEFICIO MAYOR Y PRIORITARIO PARA EL CAMPO								
DIRECCIÓN: Carrera 27 Calle 9 Ciudad Universitaria Teléfono: 6344000 Ext. 2499 Bucaramanga - Santander del Sur					Teléfonos: 6301966 Fax: 6300480 - 6339018 ESCUELA DE QUÍMICA - UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER										DIA	MES	AÑO						
																		2005					
CLIENTE:					MUNICIPIO:					VEREDA:					Finca:								
DIRECCIÓN:					TELÉFONOS:					DEPARTAMENTO:					Cultivo:								
TOPOGRAFÍA:					EXTENSIÓN:					ANÁLISIS SOLICITADOS:			CARACTERIZACIÓN X		ELEMENTOS MENORES X			AZUFRE		C.I.C.		CE	
RESULTADO DEL ANÁLISIS DE SUELOS																							
No. Orden	No. Lab.	pH Unidad	% C	P (ppm) Bray II	Ca	Mg	Na	K	Al	% Arena	% Limo	% Arcilla	TEXTURA	C.I.C. meq/100g	CE mmhos/cm	S	B	Fe	Mn	Cu	Zn		
					meq/100g suelo											(ppm)							
	Patrón	4.8	0.71	2.75	0.63	0.18	0.05	0.13	4.4	54	18	28	Franco-Arcillo-Arenoso	----	----	----	----	3.6	0.73	0.01	0.35		
PARAMETROS					MÉTODO ANALÍTICO																		
pH:	Potencial de Hidrógeno				Electrométrico:	Relación 1:1 Agua destilada																	
C:	Carbono				Colorimétrico:	Walkley Black K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> -H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>																	
P:	Fósforo disponible				Colorimétrico:	Bray II. HCl 0,1 N-NH <sub>4</sub> F 0,03 N																	
	Ca, Mg, Na, K				Absorción Atómica:	Extracción: Acetato de Amonio																	
Al:	Aluminio intercambiable				Valoración:	Extracción KCl																	
	% Textura				Bouyoucous:	Agua destilada																	
B:	Boro				Colorimétrico:	Extracción Fosfato Monocálcico																	
	Fe, Mn, Cu, Zn				Absorción Atómica:	Extracción con DTPA																	
S:	Azufre				Turbidimétrico:	Extracción Fosfato Monocálcico																	
C.I.C.:	Capacidad Intercambio Catiónico					Extracción Acetato de Amonio																	
CE:	Conductividad Eléctrica				Electrométrico	Agua destilada																	
																	VoBo						
																	JAIME H. CAMARGO HERNÁNDEZ Químico Mat. Prof. 0047						

**Anexo 5. Caracterización muestra usada para la adición estándar. Materia Orgánica y Fósforo disponible**

# **ANEXO 6**

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	POTENCIOMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	AGUA DESTILADA
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	6.14 UNIDADES DE pH

### CONDICIÓN 1

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	15g
Cantidad de agua destilada	15mL
Tiempo de agitación	30min.

REPLICA	pH EN EL SUELO
1	6.27
2	6.3
3	6.31
4	6.33
5	6.33

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	5
Promedio	$X_{prom}$	6.31
Desviación estándar	DS	0.03
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.029
Desviación estándar relativa	RSD%	0.4

EXACTITUD		
Media del patrón	U	6.14
Media de la muestra	V	6.31
Prueba t	$t_{exp}$	13.6
Prueba t	$t_{crit}$	2.78
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	POTENCIOMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	AGUA DESTILADA
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	6.14 UNIDADES DE pH

### CONDICIÓN 2

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	25g
Cantidad de agua destilada	15mL
Tiempo de agitación	30min.

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	6.29
Desviación estándar	DS	0.02
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.018
Desviación estándar relativa	RSD%	0.38

REPLICA	pH EN EL SUELO
1	6.25
2	6.28
3	6.29
4	6.3
5	6.3
6	6.32

EXACTITUD		
Media del patrón	U	6.14
Media de la muestra	V	6.29
Prueba t	$t_{exp}$	13.98
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	POTENCIOMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	AGUA DESTILADA
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	6.14 UNIDADES DE pH

### CONDICIÓN 3

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	15g
Cantidad de agua destilada	25mL
Tiempo de agitación	30min.

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	6.41
Desviación estándar	DS	0.02
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.02
Desviación estándar relativa	RSD%	0.28

REPLICA	pH EN EL SUELO
1	6.39
2	6.39
3	6.39
4	6.41
5	6.42
6	6.43

EXACTITUD		
Media del patrón	U	6.14
Media de la muestra	V	6.41
Prueba t	$t_{exp}$	33.54
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	POTENCIOMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	AGUA DESTILADA
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	6.14 UNIDADES DE pH

### CONDICIÓN 4

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	25g
Cantidad de agua destilada	25mL
Tiempo de agitación	30min.

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	6.34
Desviación estándar	DS	0.02
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.018
Desviación estándar relativa	RSD%	0.28

REPLICA	pH EN EL SUELO
1	6.31
2	6.33
3	6.34
4	6.35
5	6.35
6	6.36

EXACTITUD		
Media del patrón	U	6.14
Media de la muestra	V	6.34
Prueba t	$t_{exp}$	24.85
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	POTENCIOMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	AGUA DESTILADA
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	6.14 UNIDADES DE pH

### CONDICIÓN 5

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	15g
Cantidad de agua destilada	15mL
Tiempo de agitación	60min.

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	5
Promedio	$X_{prom}$	6.37
Desviación estándar	DS	0.01
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.011
Desviación estándar relativa	RSD%	0.16

REPLICA	pH EN EL SUELO
1	6.36
2	6.36
3	6.37
4	6.38
5	6.38

EXACTITUD		
Media del patrón	U	6.14
Media de la muestra	V	6.37
Prueba t	$t_{exp}$	46
Prueba t	$t_{crit}$	2.78
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	POTENCIOMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	AGUA DESTILADA
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	6.14 UNIDADES DE pH

### CONDICIÓN 6

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	25g
Cantidad de agua destilada	15mL
Tiempo de agitación	60min.

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	6.27
Desviación estándar	DS	0.07
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.056
Desviación estándar relativa	RSD%	1.08

REPLICA	pH EN EL SUELO
1	6.19
2	6.21
3	6.24
4	6.29
5	6.33
6	6.36

EXACTITUD		
Media del patrón	U	6.14
Media de la muestra	V	6.27
Prueba t	$t_{exp}$	4.28
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	POTENCIOMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	AGUA DESTILADA
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	6.14 UNIDADES DE pH

### CONDICIÓN 7

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	15g
Cantidad de agua destilada	25mL
Tiempo de agitación	60min.

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	6.46
Desviación estándar	DS	0.02
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.02
Desviación estándar relativa	RSD%	0.31

REPLICA	pH EN EL SUELO
1	6.43
2	6.45
3	6.47
4	6.47
5	6.48
6	6.48

EXACTITUD		
Media del patrón	U	6.14
Media de la muestra	V	6.46
Prueba t	$t_{exp}$	35.78
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	POTENCIOMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	AGUA DESTILADA
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	6.14 UNIDADES DE pH

### CONDICIÓN 8

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	25g
Cantidad de agua destilada	25mL
Tiempo de agitación	60min.

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	6.37
Desviación estándar	DS	0.02
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.018
Desviación estándar relativa	RSD%	0.24

REPLICA	pH EN EL SUELO
1	6.35
2	6.36
3	6.37
4	6.38
5	6.38
6	6.39

EXACTITUD		
Media del patrón	U	6.14
Media de la muestra	V	6.37
Prueba t	$t_{exp}$	34.29
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

# **ANEXO 7**

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	CLORURO DE POTASIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	4.4meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 1

VARIABLE	VALOR
Solución extractora	15mL
Cantidad de muestra	5g
Tiempo de agitación	30min.

REPLICA	meq de Al <sup>+3</sup> /100g de suelo
1	4
2	4
3	4.2
4	4.2
5	4.2
6	4.4

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	X <sub>prom</sub>	4.17
Desviación estándar	DS	0.15
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.17
Desviación estándar relativa	RSD%	3.62

EXACTITUD		
Media del patrón	U	4.4
Media de la muestra	V	4.17
Prueba t	t <sub>exp</sub>	-3.33
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	CLORURO DE POTASIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	4.4meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 2

VARIABLE	VALOR
Solución extractora	25mL
Cantidad de muestra	5g
Tiempo de agitación	30min.

REPLICA	meq de $Al^{+3}$ /100g de suelo
1	3.8
2	4
3	4
4	4.2
5	4.4
6	4.6

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	4.17
Desviación estándar	DS	0.29
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.25
Desviación estándar relativa	RSD%	7.05

EXACTITUD		
Media del patrón	U	4.4
Media de la muestra	V	4.17
Prueba t	$t_{exp}$	-1.71
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	CLORURO DE POTASIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	4.4meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 3

VARIABLE	VALOR
Solución extractora	15mL
Cantidad de muestra	8g
Tiempo de agitación	30min.

REPLICA	meq de Al <sup>+3</sup> /100g de suelo
1	4.38
2	4.38
3	4.38
4	4.5
5	4.5

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	5
Promedio	X <sub>prom</sub>	4.43
Desviación estándar	DS	0.07
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.097
Desviación estándar relativa	RSD%	1.49

EXACTITUD		
Media del patrón	U	4.4
Media de la muestra	V	4.43
Prueba t	t <sub>exp</sub>	1.06
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.78
Decisión	EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	CLORURO DE POTASIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	4.4meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 4

VARIABLE	VALOR
Solución extractora	25mL
Cantidad de muestra	8g
Tiempo de agitación	30min.

REPLICA	meq de Al <sup>+3</sup> /100g de suelo
1	4.13
2	4.25
3	4.25
4	4.38
5	4.38
6	4.5

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	X <sub>prom</sub>	4.32
Desviación estándar	DS	0.13
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.127
Desviación estándar relativa	RSD%	3.03

EXACTITUD		
Media del patrón	U	4.4
Media de la muestra	V	4.32
Prueba t	t <sub>exp</sub>	-1.28
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.57
Decisión	EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	CLORURO DE POTASIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	4.4meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 5

VARIABLE	VALOR
Solución extractora	15mL
Cantidad de muestra	5g
Tiempo de agitación	45min.

REPLICA	meq de $Al^{+3}$ /100g de suelo
1	4.2
2	4.2
3	4.2
4	4.4
5	4.6

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	5
Promedio	$X_{prom}$	4.32
Desviación estándar	DS	0.18
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.204
Desviación estándar relativa	RSD%	4.14

EXACTITUD		
Media del patrón	U	4.4
Media de la muestra	V	4.32
Prueba t	$t_{exp}$	-0.84
Prueba t	$t_{crit}$	2.78
Decisión	EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	CLORURO DE POTASIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	4.4meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 6

VARIABLE	VALOR
Solución extractora	25mL
Cantidad de muestra	5g
Tiempo de agitación	45min.

REPLICA	meq de Al <sup>+3</sup> /100g de suelo
1	4
2	4
3	4.2
4	4.4
5	4.4
6	4.8

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	X <sub>prom</sub>	4.3
Desviación estándar	DS	0.3
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.294
Desviación estándar relativa	RSD%	7.05

EXACTITUD		
Media del patrón	U	4.4
Media de la muestra	V	4.3
Prueba t	t <sub>exp</sub>	-0.7
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.57
Decisión	EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	CLORURO DE POTASIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	4.4meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 7

VARIABLE	VALOR
Solución extractora	15mL
Cantidad de muestra	8g
Tiempo de agitación	45min.

REPLICA	meq de Al <sup>+3</sup> /100g de suelo
1	4
2	4.25
3	4.38
4	4.38
5	4.38
6	4.5

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	X <sub>prom</sub>	4.32
Desviación estándar	DS	0.17
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.167
Desviación estándar relativa	RSD%	4

EXACTITUD		
Media del patrón	U	4.4
Media de la muestra	V	4.32
Prueba t	t <sub>exp</sub>	-0.97
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.57
Decisión	EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	CLORURO DE POTASIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	4.4meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 8

VARIABLE	VALOR
Solución extractora	25mL
Cantidad de muestra	8g
Tiempo de agitación	45min.

REPLICA	meq de Al <sup>+3</sup> /100g de suelo
1	4.63
2	4.75
3	4.75
4	4.75
5	4.88
6	5

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	X <sub>prom</sub>	4.79
Desviación estándar	DS	0.02
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.02
Desviación estándar relativa	RSD%	0.31

EXACTITUD		
Media del patrón	U	4.4
Media de la muestra	V	4.79
Prueba t	t <sub>exp</sub>	58.88
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.57
Decisión	EXACTO	

# **ANEXO 8**

LABORATORIO QUÍMICO DE SUELOS PROGRAMA DE SUELOS  DIRECCIÓN: Carrera 27 Calle 9 Ciudad Universitaria Teléfono: 6344000 Ext. 2499 Bucaramanga - Santander del Sur					CONVENIO GOBERNACIÓN DE SANTANDER - UIS SECRETARÍA DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL  Teléfonos: 6301966 Fax: 6300480 - 6339018 ESCUELA DE QUÍMICA - UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER										ANÁLISIS DE SUELOS: UN BENEFICIO MAYOR Y PRIORITARIO PARA EL CAMPO										
															DIA		MES		AÑO						
																			2005						
CLIENTE:					MUNICIPIO:					VEREDA:					Finca:										
DIRECCIÓN:					TELÉFONOS:					DEPARTAMENTO:					Cultivo:										
TOPOGRAFÍA:					EXTENSIÓN:					ANÁLISIS SOLICITADOS		CARACTERIZACIÓN X		ELEMENTOS MENORES X		AZUFRE		C.I.C.		CE					
RESULTADO DEL ANÁLISIS DE SUELOS																									
No. Orden	No. Lab.	pH Unidad	% C	P (ppm) Bray II	Ca	Mg	Na	K	Al	% Arena	% Limo	% Arcilla	TEXTURA	C.I.C. meq/100g	CE mmhos/cm	S	B	Fe	Mn	Cu	Zn				
					meq/100g suelo											(ppm)									
	620	4.7	7.2	17	2.00	0.38	0.01	0.29	2.5	68	22	10	Franco-Arenoso	----	----	----	0.17	78.3	10.8	0.34	0.91				
PARÁMETROS					MÉTODO ANALÍTICO															VoBo  JAIME H. CAMARGO HERNÁNDEZ Químico Mat. Prof. 0047					
pH:	Potencial de Hidrógeno				Electrométrico:		Relación 1:1 Agua destilada																		
C:	Carbono				Colorimétrico:		Walkley Black K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> -H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>																		
P:	Fósforo disponible				Colorimétrico:		Bray II. HCl 0,1 N-NH <sub>4</sub> F 0,03 N																		
	Ca, Mg, Na, K				Absorción Atómica:		Extracción: Acetato de Amonio																		
Al:	Aluminio intercambiable				Valoración:		Extracción KCl																		
	% Textura				Bouyoucous:		Agua destilada																		
B:	Boro				Colorimétrico:		Extracción Fosfato Monocálcico																		
	Fe, Mn, Cu, Zn				Absorción Atómica:		Extracción con DTPA																		
S:	Azufre				Turbidimétrico:		Extracción Fosfato Monocálcico																		
C.I.C.:	Capacidad Intercambio Catiónico						Extracción Acetato de Amonio																		
CE:	Conductividad Eléctrica				Electrométrico		Agua destilada																		

**Anexo 8a. Caracterización muestras usadas para la comparación entre el método actual y el propuesto. Aluminio y Fósforo disponible**

LABORATORIO QUÍMICO DE SUELOS PROGRAMA DE SUELOS  DIRECCIÓN: Carrera 27 Calle 9 Ciudad Universitaria Teléfono: 6344000 Ext. 2499 Bucaramanga - Santander del Sur					CONVENIO GOBERNACIÓN DE SANTANDER - UIS SECRETARÍA DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL  Teléfonos: 6301966 Fax: 6300480 - 6339018 ESCUELA DE QUÍMICA - UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER										ANÁLISIS DE SUELOS: UN BENEFICIO MAYOR Y PRIORITARIO PARA EL CAMPO										
															DÍA		MES		AÑO						
																			2005						
CLIENTE:					MUNICIPIO:					VEREDA:					Finca:										
DIRECCIÓN:					TELÉFONOS:					DEPARTAMENTO:					Cultivo:										
TOPOGRAFÍA:					EXTENSIÓN:					ANÁLISIS SOLICITADOS			CARACTERIZACIÓN X		ELEMENTOS MENORES X			AZUFRE		C.I.C.		CE			
RESULTADO DEL ANÁLISIS DE SUELOS																									
No. Orden	No. Lab.	pH Unidad	% C	P (ppm) Bray II	Ca	Mg	Na	K	Al	% Arena	% Limo	% Arcilla	TEXTURA	C.I.C. meq/100g	CE mmhos/cm	S	B	Fe	Mn	Cu	Zn				
					meq/100g suelo											(ppm)									
	619	5.3	3.2	13	2.67	0.34	0.05	0.25	3.5	56	30	14	Franco-Arenoso	----	----	----	0.32	53.5	8.29	0.49	0.79				
<b>PARAMETROS</b>					<b>MÉTODO ANALÍTICO</b>															VoBo  JAIME H. CAMARGO HERNÁNDEZ Químico Mat. Prof. 0047					
pH:	Potencial de Hidrógeno				Electrométrico:			Relación 1:1 Agua destilada																	
C:	Carbono				Colorimétrico:			Walkley Black K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> -H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>																	
P:	Fósforo disponible				Colorimétrico:			Bray II. HCl 0,1 N-NH <sub>4</sub> F 0,03 N																	
	Ca, Mg, Na, K				Absorción Atómica:			Extracción: Acetato de Amonio																	
Al:	Aluminio intercambiable				Valoración:			Extracción KCl																	
	% Textura				Bouyoucous:			Agua destilada																	
B:	Boro				Colorimétrico:			Extracción Fosfato Monocálcico																	
	Fe, Mn, Cu, Zn				Absorción Atómica:			Extracción con DTPA																	
S:	Azufre				Turbidimétrico:			Extracción Fosfato Monocálcico																	
C.I.C.:	Capacidad Intercambio Catiónico							Extracción Acetato de Amonio																	
CE:	Conductividad Eléctrica				Electrométrico			Agua destilada																	

**Anexo 8b. Caracterización muestras usadas para la comparación entre el método actual y el propuesto. Aluminio y Fósforo disponible**

# **ANEXO 9**

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ACETATO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	9.93meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 1

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	5g
Solución extractora	15mL
Tiempo de agitación	15min.

REPLICA	C.I.C (meq/100g de suelo)
1	10.3
2	10.4
3	10.8
4	10.9
5	11.4
6	11.8

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	10.93
Desviación estándar	DS	0.58
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.464
Desviación estándar relativa	RSD%	5.3

EXACTITUD		
Media del patrón	U	9.93
Media de la muestra	V	10.93
Prueba t	$t_{exp}$	3.86
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ACETATO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	9.93meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 2

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	10g
Solución extractora	15mL
Tiempo de agitación	15min.

REPLICA	C.I.C (meq/100g de suelo)
1	8.55
2	8.6
3	8.9
4	9
5	9.1
6	9.15

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	8.88
Desviación estándar	DS	0.25
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.2
Desviación estándar relativa	RSD%	2.86

EXACTITUD		
Media del patrón	U	9.93
Media de la muestra	V	8.88
Prueba t	$t_{exp}$	-9.24
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ACETATO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	9.93meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 3

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	5g
Solución extractora	25mL
Tiempo de agitación	15min.

REPLICA	C.I.C (meq/100g de suelo)
1	10.2
2	10.6
3	10.8
4	11.5
5	11.6
6	11.7

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	11.07
Desviación estándar	DS	0.62
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.496
Desviación estándar relativa	RSD%	5.59

EXACTITUD		
Media del patrón	U	9.93
Media de la muestra	V	11.07
Prueba t	$t_{exp}$	4.12
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ACETATO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	9.93meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 4

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	10g
Solución extractora	25mL
Tiempo de agitación	15min.

REPLICA	C.I.C (meq/100g de suelo)
1	8.4
2	8.45
3	8.7
4	8.75
5	8.9
6	8.9

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	8.68
Desviación estándar	DS	0.22
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.193
Desviación estándar relativa	RSD%	2.49

EXACTITUD		
Media del patrón	U	9.93
Media de la muestra	V	8.68
Prueba t	$t_{exp}$	-12.94
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ACETATO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	9.93meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 5

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	5g
Solución extractora	15mL
Tiempo de agitación	30min.

REPLICA	C.I.C (meq/100g de suelo)
1	9.8
2	9.8
3	10
4	10.3
5	10.4
6	10.7

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	10.17
Desviación estándar	DS	0.36
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.32
Desviación estándar relativa	RSD%	3.55

EXACTITUD		
Media del patrón	U	9.93
Media de la muestra	V	10.17
Prueba t	$t_{exp}$	1.49
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ACETATO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	9.93meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 6

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	10g
Solución extractora	15mL
Tiempo de agitación	30min.

REPLICA	C.I.C (meq/100g de suelo)
1	7.7
2	7.8
3	7.9
4	8.05
5	8.8
6	8.95

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	8.2
Desviación estándar	DS	0.54
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.432
Desviación estándar relativa	RSD%	6.56

EXACTITUD		
Media del patrón	U	9.93
Media de la muestra	V	8.2
Prueba t	$t_{exp}$	-7.19
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ACETATO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	9.93meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 7

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	5g
Solución extractora	25mL
Tiempo de agitación	30min.

REPLICA	C.I.C (meq/100g de suelo)
1	10.4
2	10.6
3	10.7
4	10.8
5	10.8
6	11.3

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	10.77
Desviación estándar	DS	0.3
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.263
Desviación estándar relativa	RSD%	2.79

EXACTITUD		
Media del patrón	U	9.93
Media de la muestra	V	10.77
Prueba t	$t_{exp}$	6.24
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMETRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ACETATO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	9.93meq/100g de suelo

### CONDICIÓN 8

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	10g
Solución extractora	25mL
Tiempo de agitación	30min.

REPLICA	C.I.C (meq/100g de suelo)
1	7.4
2	7.45
3	7.5
4	7.8
5	7.9
6	8.35

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	7.73
Desviación estándar	DS	0.36
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.29
Desviación estándar relativa	RSD%	4.7

EXACTITUD		
Media del patrón	U	9.93
Media de la muestra	V	7.73
Prueba t	$t_{exp}$	-13.55
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
decisión	NO EXACTO	

# **ANEXO 10**

<b>LABORATORIO QUÍMICO DE SUELOS</b> <b>PROGRAMA DE SUELOS</b>  <b>DIRECCIÓN: Carrera 27 Calle 9</b> Ciudad Universitaria Teléfono: 6344000 Ext. 2499 Bucaramanga - Santander del Sur					<b>CONVENIO GOBERNACIÓN DE SANTANDER - UIS</b> <b>SECRETARÍA DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL</b>  Teléfonos: 6301966 Fax: 6300480 - 6339018 <b>ESCUELA DE QUÍMICA - UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER</b>										<b>ANÁLISIS DE SUELOS:</b> <b>UN BENEFICIO MAYOR Y</b> <b>PRIORITARIO PARA EL CAMPO</b>								
															DIA	MES	AÑO						
													2005										
<b>CLIENTE:</b>					<b>MUNICIPIO:</b>					<b>VEREDA:</b>					<b>Finca:</b>								
<b>DIRECCIÓN:</b>					<b>TELÉFONOS:</b>					<b>DEPARTAMENTO:</b>					<b>Cultivo:</b>								
<b>TOPOGRAFÍA:</b>					<b>EXTENSIÓN:</b>					<b>ANÁLISIS SOLICITADOS</b>			<b>CARACTERIZACIÓN</b> X		<b>ELEMENTOS MENORES</b> X			<b>AZUFRE</b>		<b>C.I.C.</b>		<b>CE</b>	
<b>RESULTADO DEL ANÁLISIS DE SUELOS</b>																							
No. Orden	No. Lab.	pH Unidad	% C	P (ppm) Bray II	Ca	Mg	Na	K	Al	% Arena	% Limo	% Arcilla	TEXTURA	C.I.C. meq/100g	CE mmhos/cm	S	B	Fe	Mn	Cu	Zn		
					meq/100g suelo											(ppm)							
	604	4.9	1.0	158	3.0	0.73	0.05	0.45	1.0	70	12	18	Franco-Arenoso	10	----	12.0	0.34	104.7	2.13	0.8	3.72		
<b>PARAMETROS</b>					<b>MÉTODO ANALÍTICO</b>																		
pH:	Potencial de Hidrógeno				Electrométrico:	Relación 1:1 Agua destilada																	
C:	Carbono				Colorimétrico:	Walkley Black K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> -H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>																	
P:	Fósforo disponible				Colorimétrico:	Bray II. HCl 0,1 N-NH <sub>4</sub> F 0,03 N																	
	Ca, Mg, Na, K				Absorción Atómica:	Extracción: Acetato de Amonio																	
Al:	Aluminio intercambiable				Valoración:	Extracción KCl																	
	% Textura				Bouyoucous:	Agua destilada																	
B:	Boro				Colorimétrico:	Extracción Fosfato Monocálcico																	
	Fe, Mn, Cu, Zn				Absorción Atómica:	Extracción con DTPA																	
S:	Azufre				Turbidimétrico:	Extracción Fosfato Monocálcico																	
C.I.C.:	Capacidad Intercambio Catiónico					Extracción Acetato de Amonio																	
CE:	Conductividad Eléctrica				Electrométrico	Agua destilada																	
																	VoBo						
																	JAIME H. CAMARGO HERNÁNDEZ Químico Mat. Prof. 0047						

**Anexo 10a. Caracterización muestras usadas para la comparación entre el método actual y el propuesto. Capacidad de Intercambio Catiónico**

LABORATORIO QUÍMICO DE SUELOS PROGRAMA DE SUELOS  DIRECCIÓN: Carrera 27 Calle 9 Ciudad Universitaria Teléfono: 6344000 Ext. 2499 Bucaramanga - Santander del Sur					CONVENIO GOBERNACIÓN DE SANTANDER - UIS SECRETARÍA DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL  Teléfonos: 6301966 Fax: 6300480 - 6339018 ESCUELA DE QUÍMICA - UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER										ANÁLISIS DE SUELOS: UN BENEFICIO MAYOR Y PRIORITARIO PARA EL CAMPO										
															DÍA		MES		AÑO						
																			2005						
CLIENTE:					MUNICIPIO:					VEREDA:					Finca:										
DIRECCIÓN:					TELÉFONOS:					DEPARTAMENTO:					Cultivo:										
TOPOGRAFÍA:					EXTENSIÓN:					ANÁLISIS SOLICITADOS		CARACTERIZACIÓN X		ELEMENTOS MENORES X		AZUFRE		C.I.C.		CE					
RESULTADO DEL ANÁLISIS DE SUELOS																									
No. Orden	No. Lab.	pH Unidad	% C	P (ppm) Bray II	Ca	Mg	Na	K	Al	% Arena	% Limo	% Arcilla	TEXTURA	C.I.C. meq/100g	CE mmhos/cm	S	B	Fe	Mn	Cu	Zn				
					meq/100g suelo											(ppm)									
	603	5.1	1.4	225	5.08	1.23	0.08	0.57	----	68	12	20	Franco-Arenoso	11	----	25.6	0.38	44.5	3.89	1.11	3.79				
<b>PARAMETROS</b>					<b>MÉTODO ANALÍTICO</b>															VoBo  JAIME H. CAMARGO HERNÁNDEZ Químico Mat. Prof. 0047					
pH:	Potencial de Hidrógeno				Electrométrico:		Relación 1:1 Agua destilada																		
C:	Carbono				Colorimétrico:		Walkley Black K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> -H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>																		
P:	Fósforo disponible				Colorimétrico:		Bray II. HCl 0,1 N-NH <sub>4</sub> F 0,03 N																		
	Ca, Mg, Na, K				Absorción Atómica:		Extracción: Acetato de Amonio																		
Al:	Aluminio intercambiable				Valoración:		Extracción KCl																		
	% Textura				Bouyoucous:		Agua destilada																		
B:	Boro				Colorimétrico:		Extracción Fosfato Monocálcico																		
	Fe, Mn, Cu, Zn				Absorción Atómica:		Extracción con DTPA																		
S:	Azufre				Turbidimétrico:		Extracción Fosfato Monocálcico																		
C.I.C.:	Capacidad Intercambio Catiónico						Extracción Acetato de Amonio																		
CE:	Conductividad Eléctrica				Electrométrico		Agua destilada																		

**Anexo 10b. Caracterización muestras usadas para la comparación entre el método actual y el propuesto. Capacidad de Intercambio Catiónico**

# **ANEXO 11**

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2.68%

### CONDICIÓN 1

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	0.3g
Solución de $K_2Cr_2O_7$	5mL
Solución de $H_2SO_4$	10mL

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	2.6
2	2.71
3	2.83
4	2.91
5	3.09
6	3.17

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	2.89
Desviación estándar	DS	0.22
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.18
Desviación estándar relativa	RSD%	6.89

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2.68
Media de la muestra	V	2.89
Prueba t	$t_{exp}$	2.14
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2.68%

### CONDICIÓN 2

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	0.5g
Solución de $K_2Cr_2O_7$	5mL
Solución de $H_2SO_4$	10mL

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	2.6
2	2.65
3	2.71
4	2.71
5	2.78
6	2.78

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	2.71
Desviación estándar	DS	0.07
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.07
Desviación estándar relativa	RSD%	2.4

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2.68
Media de la muestra	V	2.71
Prueba t	$t_{exp}$	0.95
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2.68%

### CONDICIÓN 3

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	0.3g
Solución de $K_2Cr_2O_7$	10mL
Solución de $H_2SO_4$	10mL

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	2.86
2	2.86
3	2.9
4	3.09
5	3.15
6	3.17

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	3.01
Desviación estándar	DS	0.15
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.13
Desviación estándar relativa	RSD%	4.49

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2.68
Media de la muestra	V	3.01
Prueba t	$t_{exp}$	5.02
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2.68%

### CONDICIÓN 4

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	0.5g
Solución de $K_2Cr_2O_7$	10mL
Solución de $H_2SO_4$	10mL

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	2.78
2	2.83
3	2.84
4	2.9
5	3
6	3.02

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	2.9
Desviación estándar	DS	0.1
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.08
Desviación estándar relativa	RSD%	3.07

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2.68
Media de la muestra	V	2.9
Prueba t	$t_{exp}$	5.07
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2.68%

### CONDICIÓN 5

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	0.3g
Solución de $K_2Cr_2O_7$	5mL
Solución de $H_2SO_4$	20mL

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	2.83
2	2.86
3	2.9
4	2.9
5	2.91

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	5
Promedio	$X_{prom}$	2.88
Desviación estándar	DS	0.03
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.03
Desviación estándar relativa	RSD%	1.04

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2.68
Media de la muestra	V	2.88
Prueba t	$t_{exp}$	11.77
Prueba t	$t_{crit}$	2.78
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2.68%

### CONDICIÓN 6

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	0.5g
Solución de $K_2Cr_2O_7$	5mL
Solución de $H_2SO_4$	20mL

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	2.6
2	2.6
3	2.64
4	2.65
5	2.65
6	2.71

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	2.64
Desviación estándar	DS	0.04
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.04
Desviación estándar relativa	RSD%	1.4

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2.68
Media de la muestra	V	2.64
Prueba t	$t_{exp}$	-2.18
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2.68%

### CONDICIÓN 7

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	0.3g
Solución de $K_2Cr_2O_7$	10mL
Solución de $H_2SO_4$	20mL

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	3.31
2	3.41
3	3.5
4	3.5
5	3.76
6	3.78

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	3.54
Desviación estándar	DS	0.19
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.17
Desviación estándar relativa	RSD%	4.89

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2.68
Media de la muestra	V	3.54
Prueba t	$t_{exp}$	10.18
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	VOLUMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2.68%

### CONDICIÓN 8

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	0.5g
Solución de $K_2Cr_2O_7$	10mL
Solución de $H_2SO_4$	20mL

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	3.19
2	3.26
3	3.33
4	3.4
5	3.41
6	3.45

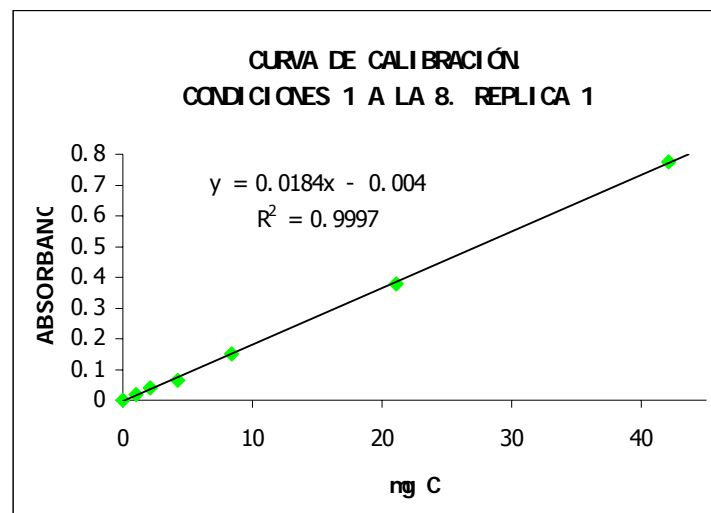
PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	3.34
Desviación estándar	DS	0.1
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.08
Desviación estándar relativa	RSD%	2.73

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2.68
Media de la muestra	V	3.34
Prueba t	$t_{exp}$	14.76
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

# **ANEXO 12**

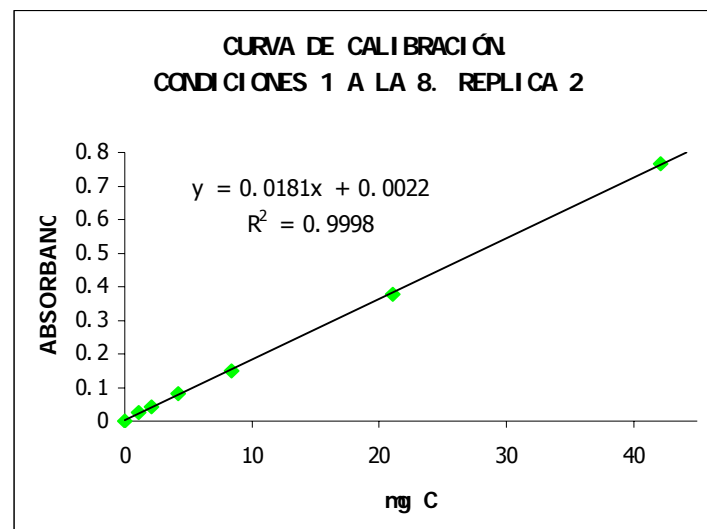
### CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LAS CONDICIONES 1 A LA 8. MATERIA ORGÁNICA. REPLICA 1

mg CARBONO	ABSORBANCIA
0	0
1.05	0.017
2.11	0.04
4.21	0.066
8.42	0.151
21.05	0.377
42.11	0.776



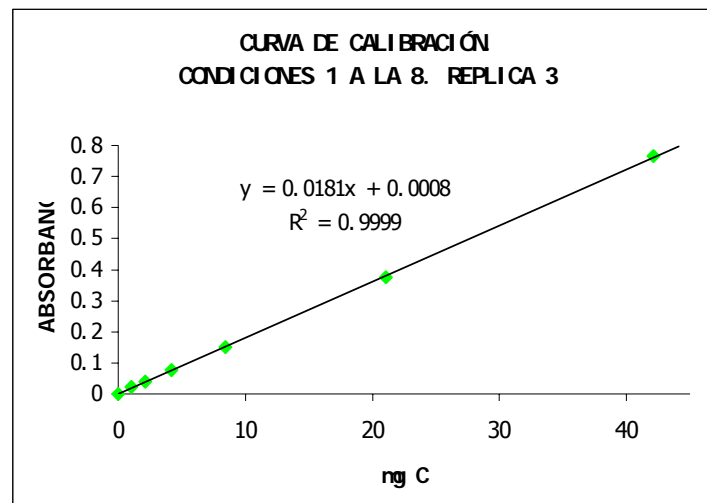
## CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LAS CONDICIONES 1 A LA 8. MATERIA ORGÁNICA. REPLICA 2

mg CARBONO	ABSORBANCIA
0	0
1.05	0.024
2.11	0.042
4.21	0.083
8.42	0.15
21.05	0.377
42.11	0.766



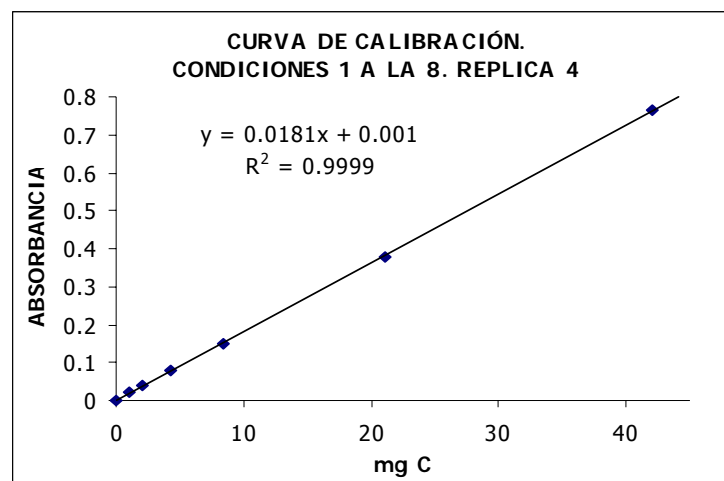
### CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LAS CONDICIONES 1 A LA 8. MATERIA ORGÁNICA. REPLICA 3

mg CARBONO	ABSORBANCIA
0	0
1.05	0.023
2.11	0.04
4.21	0.078
8.42	0.151
21.05	0.376
42.11	0.765



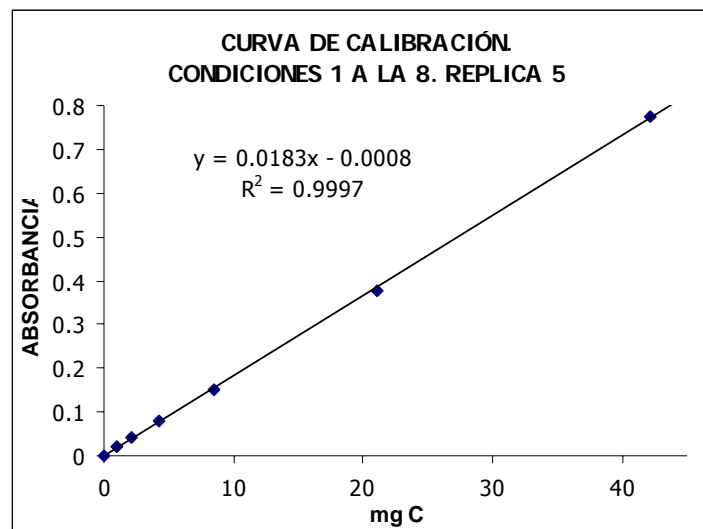
### CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LAS CONDICIONES 1 A LA 8. MATERIA ORGÁNICA. REPLICA 4

mg CARBONO	ABSORBANCIA
0	0
1.05	0.023
2.11	0.04
4.21	0.08
8.42	0.15
21.05	0.377
42.11	0.766



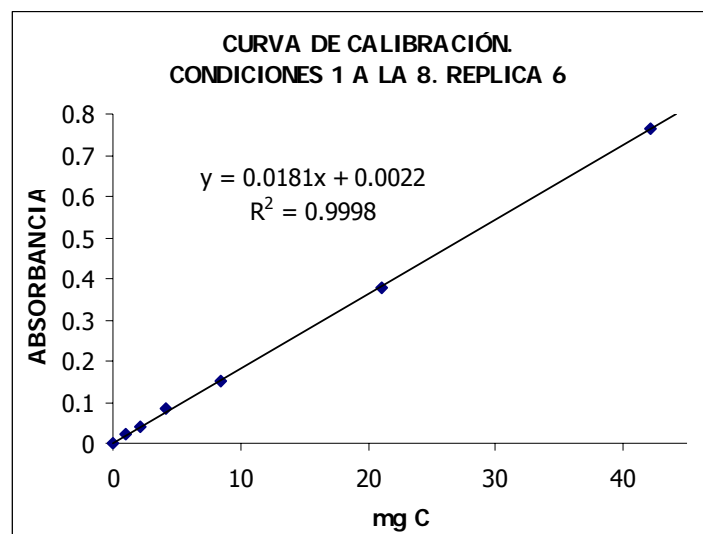
### CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LAS CONDICIONES 1 A LA 8. MATERIA ORGÁNICA. REPLICA 5

mg CARBONO	ABSORBANCIA
0	0
1.05	0.022
2.11	0.04
4.21	0.078
8.42	0.15
21.05	0.375
42.11	0.776



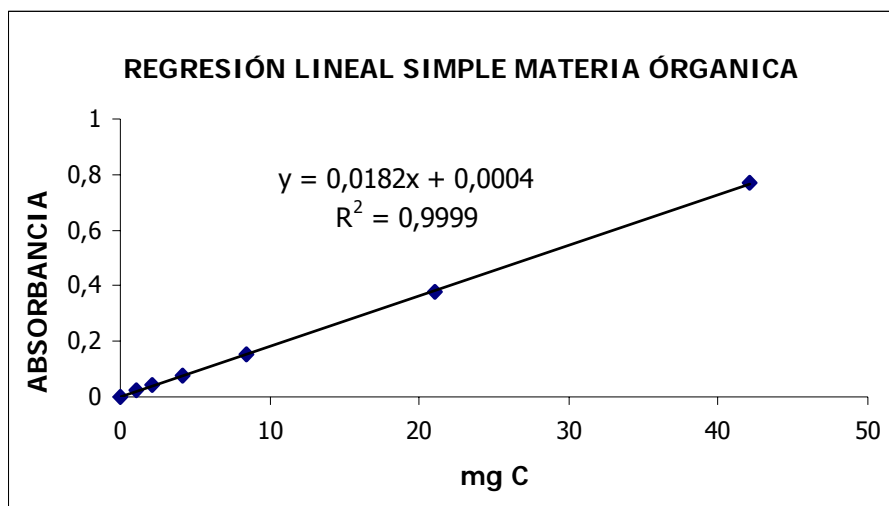
**CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LAS CONDICIONES 1 A LA 8. MATERIA ORGÁNICA. REPLICA 6**

<b>mg CARBONO</b>	<b>ABSORBANCIA</b>
0	0
1.05	0.024
2.11	0.041
4.21	0.083
8.42	0.151
21.05	0.377
42.11	0.766



# **ANEXO 13**

## REGRESIÓN LINEAL SIMPLE Y LÍMITE DE DETECCIÓN PARA MATERIA ORGÁNICA



Curva	Datos R.L.S			Sensibilidad (mg C)
	r	m	b	m
Abs Vs mg C	0.9999	0.0182	0.0004	0.0182

**Abs:** absorbancia

**r:** coeficiente de correlación

**m:** pendiente

**b:** intercepto

**m:** sensibilidad del método determinada experimentalmente en el equipó espectrofotómetro Perkin Elmer 35

# **ANEXO 14**

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2%

### CONDICIÓN 1

VARIABLE	VALOR
Solución de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	5mL
Solución de K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	20mL
Cantidad de muestra	0.5g

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	1.34
2	1.43
3	1.43
4	1.5
5	1.57
6	1.57

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	X <sub>prom</sub>	1.47
Desviación estándar	DS	0.09
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.09
Desviación estándar relativa	RSD%	6.12

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2
Media de la muestra	V	1.47
Prueba t	t <sub>exp</sub>	-13.17
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2%

### CONDICIÓN 2

VARIABLE	VALOR
Solución de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	10mL
Solución de K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	20mL
Cantidad de muestra	0.5g

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	1.64
2	1.7
3	1.74
4	1.76
5	1.81
6	1.95

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	X <sub>prom</sub>	1.77
Desviación estándar	DS	0.11
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.09
Desviación estándar relativa	RSD%	6.05

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2
Media de la muestra	V	1.77
Prueba t	t <sub>exp</sub>	-4.81
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2%

### CONDICIÓN 3

VARIABLE	VALOR
Solución de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	5mL
Solución de K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	30mL
Cantidad de muestra	0.5g

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	1.05
2	1.05
3	1.07
4	1.09
5	1.14
6	1.16

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	X <sub>prom</sub>	1.09
Desviación estándar	DS	0.05
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.044
Desviación estándar relativa	RSD%	4.31

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2
Media de la muestra	V	1.09
Prueba t	t <sub>exp</sub>	-43.29
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2%

### CONDICIÓN 4

VARIABLE	VALOR
Solución de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	10mL
Solución de K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	30mL
Cantidad de muestra	0.5g

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	1.57
2	1.59
3	1.59
4	1.59
5	1.64
6	1.66

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	X <sub>prom</sub>	1.61
Desviación estándar	DS	0.04
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.04
Desviación estándar relativa	RSD%	2.17

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2
Media de la muestra	V	1.61
Prueba t	t <sub>exp</sub>	-24.92
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2%

### CONDICIÓN 5

VARIABLE	VALOR
Solución de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	5mL
Solución de K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	20mL
Cantidad de muestra	1.5g

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	2.19
2	2.21
3	2.21
4	2.21
5	2.22

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	5
Promedio	X <sub>prom</sub>	2.21
Desviación estándar	DS	0.01
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.011
Desviación estándar relativa	RSD%	0.5

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2
Media de la muestra	V	2.21
Prueba t	t <sub>exp</sub>	38.18
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.78
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2%

### CONDICIÓN 6

VARIABLE	VALOR
Solución de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	10mL
Solución de K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	20mL
Cantidad de muestra	1.5g

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	2.47
2	2.47
3	2.47
4	2.47
5	2.5

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	5
Promedio	X <sub>prom</sub>	2.48
Desviación estándar	DS	0.01
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.014
Desviación estándar relativa	RSD%	0.52

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2
Media de la muestra	V	2.48
Prueba t	t <sub>exp</sub>	73.85
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2%

### CONDICIÓN 7

VARIABLE	VALOR
Solución de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	5mL
Solución de K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	30mL
Cantidad de muestra	1.5g

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	1.36
2	1.6
3	1.64
4	1.72
5	1.79
6	1.9

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	X <sub>prom</sub>	1.67
Desviación estándar	DS	0.19
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.152
Desviación estándar relativa	RSD%	11.08

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2
Media de la muestra	V	1.67
Prueba t	t <sub>exp</sub>	-3.99
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO DE WALKLEY Y BLACK
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	DICROMATO DE POTASIO-ÁCIDO SULFÚRICO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	2%

### CONDICIÓN 8

VARIABLE	VALOR
Solución de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	10mL
Solución de K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	30mL
Cantidad de muestra	1.5g

REPLICA	%M.O. EN EL SUELO
1	2.17
2	2.19
3	2.2
4	2.21
5	2.21

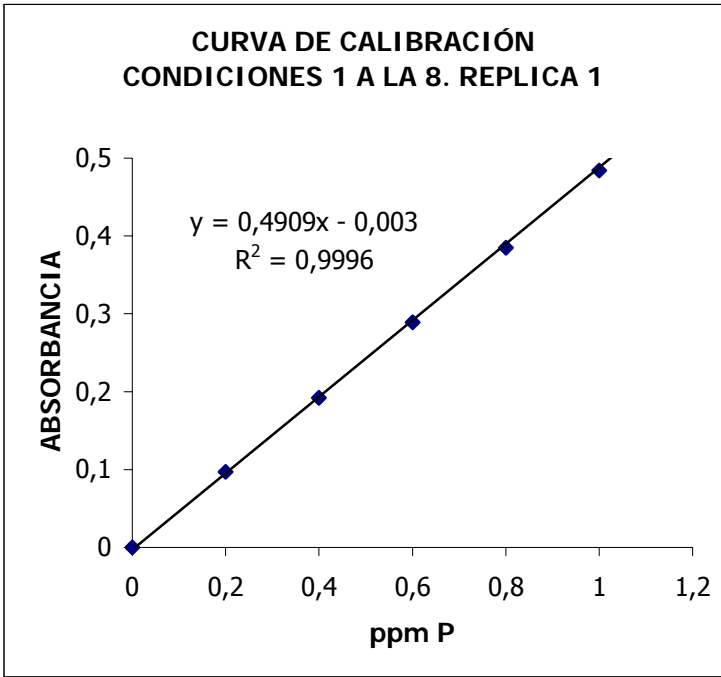
PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	5
Promedio	X <sub>prom</sub>	2.2
Desviación estándar	DS	0.02
Intervalo de confianza	X <sub>prom</sub> ±	0.02
Desviación estándar relativa	RSD%	0.77

EXACTITUD		
Media del patrón	U	2
Media de la muestra	V	2.2
Prueba t	t <sub>exp</sub>	23.53
Prueba t	t <sub>crit</sub>	2.78
Decisión	NO EXACTO	

# **ANEXO 15**

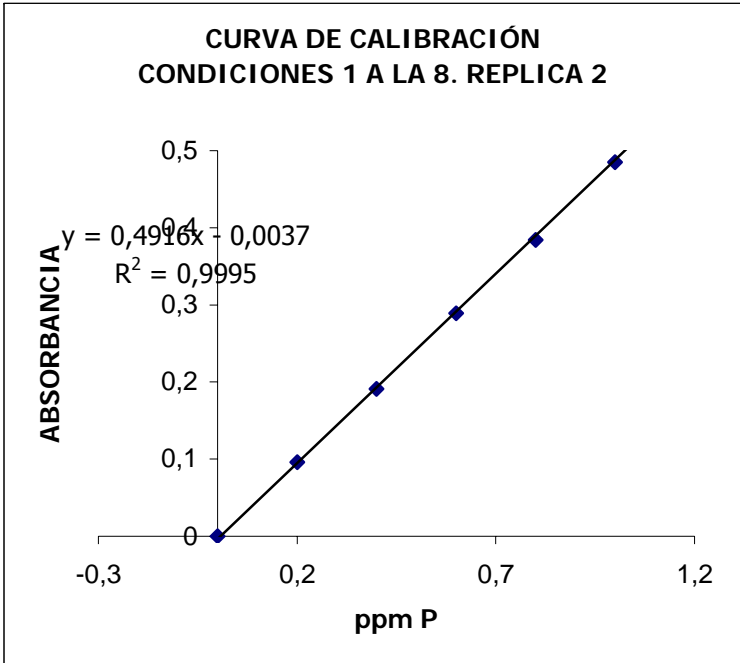
**CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LAS CONDICIONES 1 A LA 8. FÓSFORO DISPONIBLE. REPLICA 1.**

CONCENTRACIÓN	ABSORBANCIA
0	0
0.2	0.097
0.4	0.192
0.6	0.289
0.8	0.385
1.0	0.484
1.2	0.594



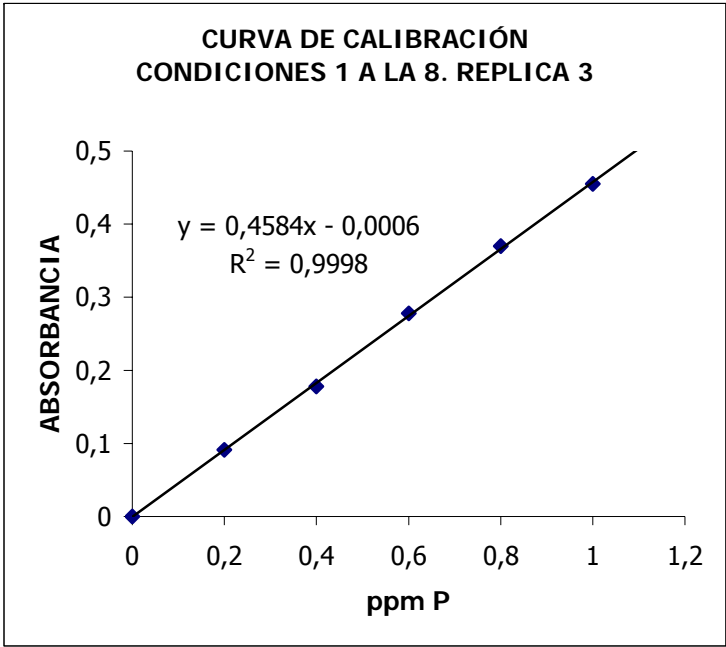
**CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LAS CONDICIONES 1 A LA 8. FÓSFORO DISPONIBLE. REPLICA 2.**

CONCENTRACIÓN	ABSORBANCIA
0	0
0.2	0.096
0.4	0.191
0.6	0.289
0.8	0.384
1.0	0.485
1.2	0.594



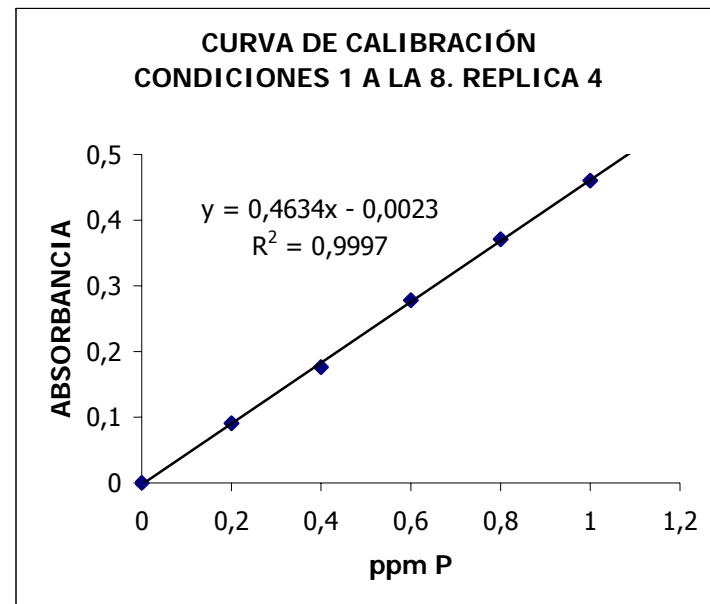
**CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LAS CONDICIONES 1 A LA 8. FÓSFORO DISPONIBLE. REPLICA 3.**

CONCENTRACIÓN	ABSORBANCIA
0	0
0.4	0.178
0.6	0.278
0.8	0.37
1.0	0.455



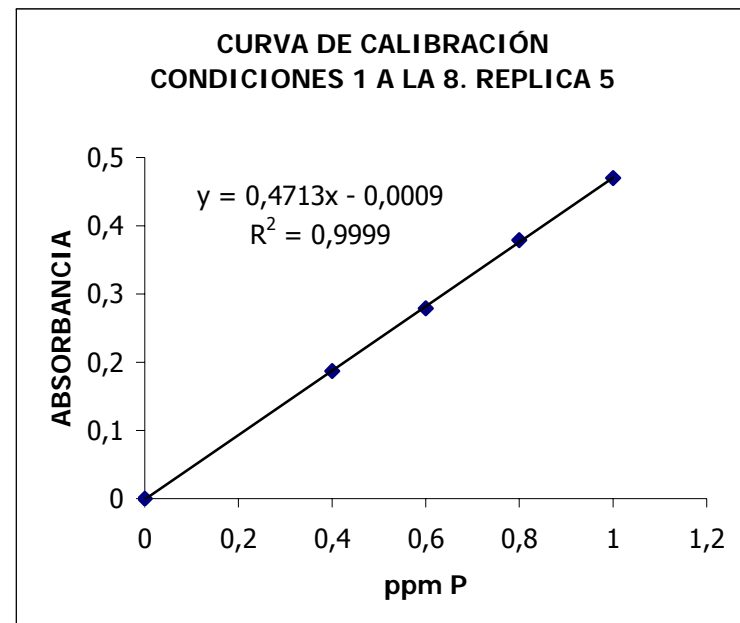
### CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LAS CONDICIONES 1 A LA 8. FÓSFORO DISPONIBLE. REPLICA 4

CONCENTRACIÓN	ABSORBANCIA
0	0
0.4	0.176
0.6	0.278
0.8	0.371
1.0	0.46



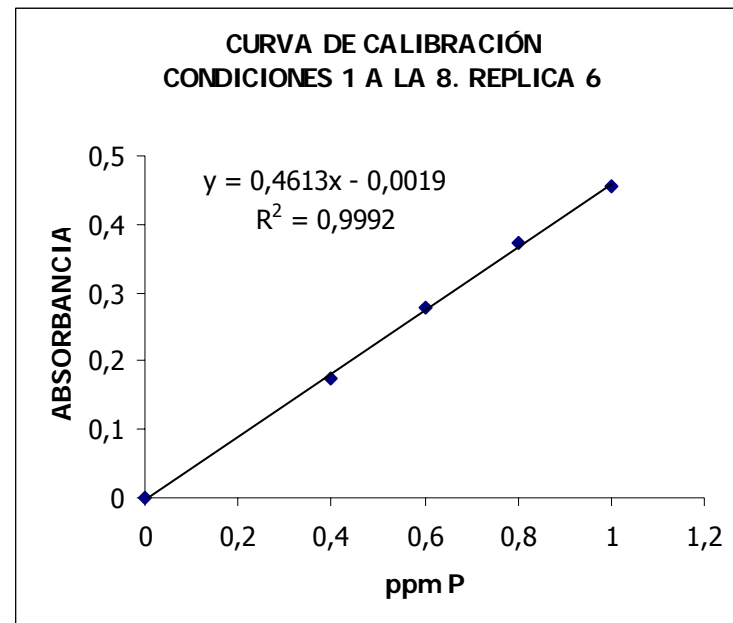
### CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LAS CONDICIONES 1 A LA 8. FÓSFORO DISPONIBLE. REPLICA 5

CONCENTRACIÓN	ABSORBANCIA
0	0
0.4	0.187
0.6	0.279
0.8	0.379
1.0	0.47



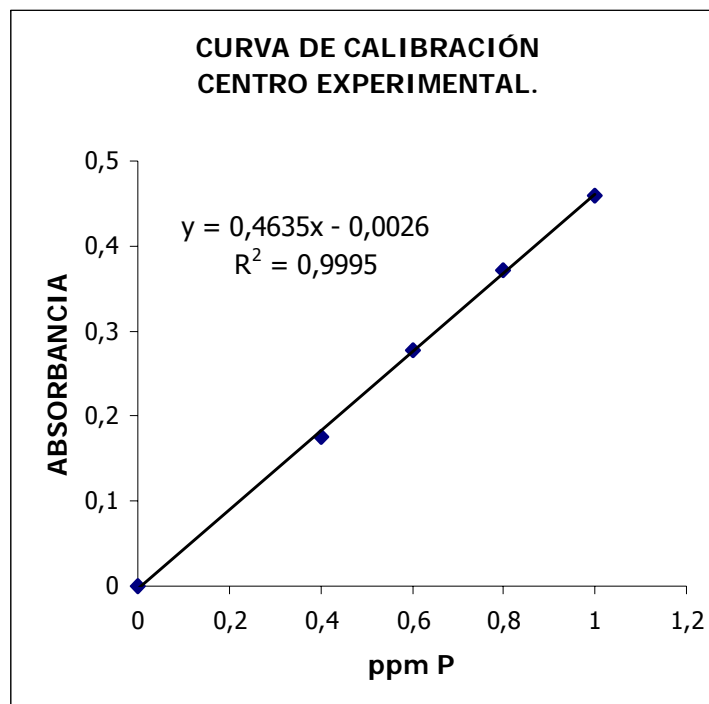
**CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LAS CONDICIONES 1 A LA 8. FÓSFORO DISPONIBLE REPLICA 6**

CONCENTRACIÓN	ABSORBANCIA
0	0
0.4	0.176
0.6	0.277
0.8	0.373
1.0	0.456



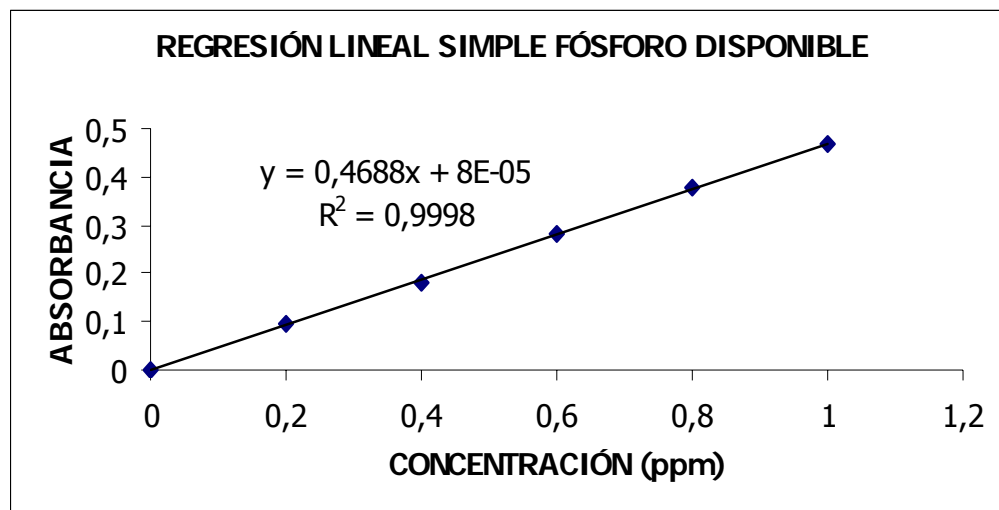
## CURVA DE CALIBRACIÓN PARA CENTRO EXPERIMENTAL. FÓSFORO DISPONIBLE

CONCENTRACIÓN	ABSORBANCIA
0	0
0.4	0.176
0.6	0.278
0.8	0.371
1.0	0.460



# **ANEXO 16**

## REGRESIÓN LINEAL SIMPLE Y LÍMITE DE DETECCIÓN PARA FÓSFORO DISPONIBLE



Curva	Datos R.L.S			Sensibilidad (mg C)
	r	m	b	m
Abs Vs ppm	0.9998	0.4688	8E-05	0.4688

**Abs:** absorbancia

**r:** coeficiente de correlación

**m:** pendiente

**b:** intercepto

**m:** sensibilidad del método determinada experimentalmente en el equipo espectrofotómetro Perkin Elmer 35

# **ANEXO 17**

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ÁCIDO CLORHÍDRICO-FLUORURO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	3mg/L

### CONDICIÓN 1

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	2.85g
Solución extractora	20mL
Tiempo de agitación	20seg.

REPLICA	ppm DE FÓSFORO EN EL SUELO
1	2.81
2	2.95
3	3.09
4	3.16
5	3.16
6	3.3

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	3.08
Desviación estándar	DS	0.17
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.15
Desviación estándar relativa	RSD%	5.65

EXACTITUD		
Media del patrón	U	3
Media de la muestra	V	3.08
Prueba t	$t_{exp}$	1.03
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ÁCIDO CLORHÍDRICO-FLUORURO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	3mg/L

### CONDICIÓN 2

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	2.95g
Solución extractora	20mL
Tiempo de agitación	20seg.

REPLICA	ppm DE FÓSFORO EN EL SUELO
1	2.17
2	2.31
3	2.37
4	2.44
5	2.64
6	2.85

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	2.46
Desviación estándar	DS	0.25
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.2
Desviación estándar relativa	RSD%	9.96

EXACTITUD		
Media del patrón	U	3
Media de la muestra	V	2.46
Prueba t	$t_{exp}$	-4.93
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ÁCIDO CLORHÍDRICO-FLUORURO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	3mg/L

### CONDICIÓN 3

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	2.85g
Solución extractora	30mL
Tiempo de agitación	20seg.

REPLICA	ppm DE FÓSFORO EN EL SUELO
1	2.04
2	2.04
3	2.04
4	2.11
5	2.53
6	2.6

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	2.23
Desviación estándar	DS	0.26
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.25
Desviación estándar relativa	RSD%	11.84

EXACTITUD		
Media del patrón	U	3
Media de la muestra	V	2.23
Prueba t	$t_{exp}$	-6.52
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ÁCIDO CLORHÍDRICO-FLUORURO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	3mg/L

### CONDICIÓN 4

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	2.95g
Solución extractora	30mL
Tiempo de agitación	20seg.

REPLICA	ppm DE FÓSFORO EN EL SUELO
1	1.83
2	1.9
3	2.03
4	2.1
5	2.17
6	2.58

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	2.1
Desviación estándar	DS	0.27
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.22
Desviación estándar relativa	RSD%	12.67

EXACTITUD		
Media del patrón	U	3
Media de la muestra	V	2.1
Prueba t	$t_{exp}$	-7.57
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ÁCIDO CLORHÍDRICO-FLUORURO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	3mg/L

### CONDICIÓN 5

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	2.85g
Solución extractora	20mL
Tiempo de agitación	40seg.

REPLICA	ppm DE FÓSFORO EN EL SUELO
1	1.97
2	2.39
3	2.6
4	2.74
5	2.74
6	2.81

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	2.54
Desviación estándar	DS	0.32
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.28
Desviación estándar relativa	RSD%	12.48

EXACTITUD		
Media del patrón	U	3
Media de la muestra	V	2.54
Prueba t	$t_{exp}$	-3.25
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ÁCIDO CLORHÍDRICO-FLUORURO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	3mg/L

### CONDICIÓN 6

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	2.95g
Solución extractora	20mL
Tiempo de agitación	40seg.

REPLICA	ppm DE FÓSFORO EN EL SUELO
1	1.97
2	1.97
3	2.31
4	2.44
5	2.51
6	2.78

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	2.33
Desviación estándar	DS	0.32
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.28
Desviación estándar relativa	RSD%	13.65

EXACTITUD		
Media del patrón	U	3
Media de la muestra	V	2.33
Prueba t	$t_{exp}$	-4.71
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ÁCIDO CLORHÍDRICO-FLUORURO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	3mg/L

### CONDICIÓN 7

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	2.85g
Solución extractora	30mL
Tiempo de agitación	40seg.

REPLICA	ppm DE FÓSFORO EN EL SUELO
1	3.02
2	3.09
3	3.09
4	3.16

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	4
Promedio	$X_{prom}$	3.09
Desviación estándar	DS	0.06
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.18
Desviación estándar relativa	RSD%	1.85

EXACTITUD		
Media del patrón	U	3
Media de la muestra	V	3.09
Prueba t	$t_{exp}$	2.74
Prueba t	$t_{crit}$	3.18
Decisión	EXACTO	

## PRECISIÓN Y EXACTITUD

<b>MÉTODO:</b>	COLORIMÉTRICO
<b>TIPO DE EXTRACCIÓN:</b>	ÁCIDO CLORHÍDRICO-FLUORURO DE AMONIO
<b>PATRÓN DE REFERENCIA:</b>	3mg/L

### CONDICIÓN 8

VARIABLE	VALOR
Cantidad de muestra	2.95g
Solución extractora	30mL
Tiempo de agitación	40seg.

REPLICA	ppm DE FÓSFORO EN EL SUELO
1	2.03
2	2.1
3	2.1
4	2.31
5	2.44
6	2.51

PRECISIÓN		
No. Observaciones	N	6
Promedio	$X_{prom}$	2.25
Desviación estándar	DS	0.2
Intervalo de confianza	$X_{prom} \pm$	0.07
Desviación estándar relativa	RSD%	8.89

EXACTITUD		
Media del patrón	U	3
Media de la muestra	V	2.25
Prueba t	$t_{exp}$	-8.39
Prueba t	$t_{crit}$	2.57
Decisión	NO EXACTO	

