



Universidad de San Carlos de Guatemala  
Facultad de Ingeniería  
Escuela de Ingeniería Química

**IMPLEMENTACIÓN DE UN MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR RESINAS DE INTERCAMBIO  
IÓNICO Y LECTURA POR ESPECTROSCOPIA ICP-OES, PARA CUANTIFICAR FÓSFORO,  
CALCIO, MAGNESIO Y POTASIO EN MUESTRAS DE SUELO EN NATURACEITES, S. A.**

**José Carlos Boanerges Leppe de León**

Asesorado por la Inga. Adela María Marroquín González

Guatemala, noviembre de 2014

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**IMPLEMENTACIÓN DE UN MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR RESINAS DE INTERCAMBIO  
IÓNICO Y LECTURA POR ESPECTROSCOPÍA ICP-OES, PARA CUANTIFICAR FÓSFORO,  
CALCIO, MAGNESIO Y POTASIO EN MUESTRAS DE SUELO EN NATURACEITES, S. A.**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
POR

**JOSÉ CARLOS BOANERGES LEPPE DE LEÓN**  
ASESORADO POR LA INGA. ADELA MARÍA MARROQUÍN GONZÁLEZ

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

**INGENIERO QUÍMICO**

GUATEMALA, NOVIEMBRE DE 2014

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
FACULTAD DE INGENIERÍA



**NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA**

DECANO	Ing. Murphy Olympto Paiz Recinos
VOCAL I	Ing. Alfredo Enrique Beber Aceituno
VOCAL II	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL III	Inga. Elvia Miriam Ruballos Samayora
VOCAL IV	Br. Narda Lucía Pacay Barrientos
VOCAL V	Br. Walter Rafael Véliz Muñoz
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

**TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO**

DECANO	Ing. Murphy Olympto Paiz Recinos
EXAMINADORA	Inga. Lorena Victoria Pineda Cabrera
EXAMINADORA	Inga. Mercedes Esther Roquel Chávez
EXAMINADOR	Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

## HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

**IMPLEMENTACIÓN DE UN MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO Y LECTURA POR ESPECTROSCOPIA ICP-OES, PARA CUANTIFICAR FÓSFORO, CALCIO, MAGNESIO Y POTASIO EN MUESTRAS DE SUELO EN NATURACEITES, S. A.**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 27 de noviembre de 2013.

  
José Carlos Boanerges Leppe de León

Guatemala 16 de septiembre de 2014

Ingeniero  
Víctor Manuel Monzón Valdez  
Director  
Escuela de Ingeniería Química  
Facultad de Ingeniería - USAC

Respetable Ingeniero Monzón Valdez

Esperando que tenga éxitos en sus actividades laborales, por este medio hago de su conocimiento que, en mi calidad de asesora del trabajo de graduación del estudiante JOSÉ CARLOS BOANERGES LEPPE DE LEÓN, quien se identifica con carné No. 2009-15491 he revisado el *Informe Final de EPS titulado "IMPLEMENTACIÓN DE UN MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO Y LECTURA POR ESPECTROSCOPIA ICP-OES, PARA CUANTIFICAR FÓSFORO, CALCIO, MAGNESIO Y POTASIO EN MUESTRAS DE SUELO EN NATURACEITES, S.A."*. Por lo que considero que el presente informe cumple con los requisitos necesarios para ser presentado ante las autoridades de la Escuela de Ingeniería Química y lo doy por aprobado.

Por lo tanto dejo a su consideración que el estudiante continúe con los trámites pertinentes para la defensa y aprobación del mismo ante la terna evaluadora y su persona.

Sin otro particular le agradezco su amable deferencia a la presente y me despido de usted.

Atentamente,

  
Inga. Qca. Adela María Marroquín González  
ASESORA  
Profesora Interina Colegiado 1446  
Escuela de Ingeniería Química FIUSAC  
e-mail: adelamarro@gmail.com  
Tel. 56965761

**Adela María Marroquín González**  
**Ingeniera Química Col. No. 1446**



Guatemala, 30 de septiembre de 2014.

Ref.EPS.D.559.09.14.

Ing. Victor Manuel Monzón Valdéz  
Director Escuela de Ingeniería Química  
Facultad de Ingeniería  
Presente

Estimado Ingeniero Monzón Valdéz.

Por este medio atentamente le envío el informe final correspondiente a la práctica del Ejercicio Profesional Supervisado, (E.P.S) titulado **"IMPLEMENTACIÓN DE UN MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO Y LECTURA POR ESPECTROSCOPIA ICP-OES, PARA CUANTIFICAR FÓSFORO, CALCIO, MAGNESIO Y POTASIO EN MUESTRAS DE SUELO EN NATURACEITES, S.A."** que fue desarrollado por el estudiante universitario **José Carlos Boanerges Leppe de León**, quien fue debidamente asesorado y supervisado por la Ingeniera Lorena Victoria Pineda Cabrera.

Por lo que habiendo cumplido con los objetivos y requisitos de ley del referido trabajo y existiendo la aprobación del mismo por parte de la Asesora-Supervisora de EPS, en mi calidad de Director apruebo su contenido solicitándole darle el trámite respectivo.

Sin otro particular, me es grato suscribirme.

Atentamente,  
"Id y Enseñad a Todos"

Ing. Silvio José Rodríguez Serrano  
Director Unidad de EPS

SJRS/ra





Guatemala, 15 de octubre de 2014  
 Ref. EIQ.TG-IF.048.2014

Ingeniero  
**Víctor Manuel Monzón Valdez**  
 DIRECTOR  
 Escuela de Ingeniería Química  
 Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Monzón:

Como consta en el registro de evaluación del informe final EIQ-PRO-REG-007 correlativo **137-2013** le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

**INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADUACIÓN**  
**-Modalidad Ejercicio Profesional Supervisado-**

Solicitado por el estudiante universitario: **José Carlos Boanerges Leppe de León**.  
 Identificado con número de carné: **2009-15491**.  
 Previo a optar al título de **INGENIERO QUÍMICO**.

Siguiendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Terna han procedido a **APROBARLO** con el siguiente título:

**IMPLEMENTACIÓN DE UN MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO Y LECTURA POR ESPECTROSCOPIA ICP-OES, PARA CUANTIFICAR FÓSFORO, CALCIO, MAGNESIO Y POTASIO EN MUESTRAS DE SUELO EN NATURACEITES, S. A.**

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por la Ingeniera Química: **Adela María Marroquín González**.

Habiendo encontrado el referido informe final del trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

*[Handwritten signature of Adrian Antonio Soberanis Ibañez]*

Ing. Adrian Antonio Soberanis Ibañez  
 COORDINADOR DE TERNA  
 Tribunal de Revisión  
 Trabajo de Graduación



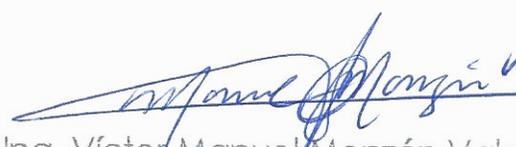
C.c.: archivo





Ref.EIQ.TG.248.2014

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Ejercicio Profesional Supervisado (EPS final) del estudiante **JOSÉ CARLOS BOANERGES LEPPE DE LEÓN** titulado: **"IMPLEMENTACIÓN DE UN MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO Y LECTURA POR ESPECTROSCOPIA ICP-OES, PARA CUANTIFICAR FÓSFORO, CALCIO, MAGNESIO Y POTASIO EN MUESTRAS DE SUELO EN NATURACEITES, S.A."**. Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.

  
Ing. Víctor Manuel Monzón Valdez  
DIRECTOR  
Escuela de Ingeniería Química



Guatemala, noviembre de 2014

Cc: Archivo  
VMMV/ale



DTG. 627.2014

El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de graduación titulado: **IMPLEMENTACIÓN DE UN MÉTODO DE EXTRACCIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO Y LECTURA POR ESPECTROSCOPIA ICP-OES, PARA CUANTIFICAR FÓSFORO, CALCIO, MAGNESIO Y POTASIO EN MUESTRAS DE SUELO EN NATURACEITES, S. A.**, presentado por el estudiante universitario **José Carlos Boanerges Leppe de León**, y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, se autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:

Ing. Alfredo Enrique Beber Aceituno  
Decano en Funciones

Guatemala, 11 de noviembre de 2014

/gdech



## **ACTO QUE DEDICO A:**

- Dios** Por darme la vida y todas las bendiciones que me permitieron alcanzar esta meta.
- Mis padres** Carlos Leppe y Clara de León, porque con amor incondicional y dedicación me han guiado con su ejemplo y me han dado su apoyo en todo momento.
- Mis hermanos** Karla y Alejandro Leppe y Oscar Flores por todo su apoyo y estar siempre a mi lado.
- Mis sobrinos** Alexia, Camila y Leopoldo por ser parte de mi vida, por el cariño que me tienen y que esto sea un aporte en la realización de sus futuros éxitos.
- Mi abuela** Elizabeth de Leppe por darme su amor y estar siempre pendiente de mí.

## **AGRADECIMIENTOS A:**

**La Universidad de San Carlos de Guatemala y la Facultad de Ingeniería**

Por darme durante toda la carrera las herramientas y la educación necesaria para llegar hasta aquí.

**Mis amigos y compañeros de la Facultad**

Alejandra Peláez, Pablo Argote, Ana Herrera, Lourdes Castillo, Rocío Lira, Ivonne Soto, Norma Castro, Byron Roldán, Alejandra Gómez, María José Martínez, Francia Castillo, Sergio García, Nancy Castro, Erick Orozco, Gabriela Castillo y Luis Car por su ayuda durante toda la carrera, su amistad y los momentos inolvidables que vivimos, sin ustedes no hubiera sido posible.

**Inga. Adela María Marroquín González**

Por su apoyo y el aporte de sus conocimientos en la realización de este trabajo.

**Colaboradores de NaturAlab**

A todo el personal y en especial a Darwin Morales, Gabriel Oliva y César Chávez por su amistad, apoyo y por compartir sus conocimientos en la realización de este trabajo.

**Pedro Peláez Reyes**

Por la ayuda y la confianza que me ha dado durante este tiempo.

**Tías y tío**

Especialmente a Sara, Antonieta, Carmen,  
Cynthia y Mario por las muestras de apoyo.

**Arely**

Por el cariño y todo su apoyo.

## ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	V
LISTA DE SÍMBOLOS .....	VII
GLOSARIO .....	IX
RESUMEN.....	XI
OBJETIVOS.....	XIII
Hipótesis .....	XIV
INTRODUCCIÓN .....	XVII
1.    ANTECEDENTES .....	1
2.    MARCO TEÓRICO.....	3
2.1.    Adsorción e intercambio iónico.....	3
2.1.1.    Transferencia de masa en el intercambio iónico.....	5
2.1.2.    Aplicaciones del intercambio iónico .....	7
2.2.    Sólidos y resinas de intercambio iónico.....	8
2.2.1.    Tipos y clases de resinas de intercambio iónico.....	10
2.2.1.1.    Resinas de intercambio catiónico .....	10
2.2.1.2.    Resinas de intercambio aniónico .....	12
2.2.1.3.    Otro tipo de resinas .....	13
2.3.    Extracción sólido-líquido.....	14
2.4.    El fósforo y otros nutrientes en los suelos .....	14
2.4.1.    Formas del fósforo en el suelo.....	16
2.5.    Análisis de suelos .....	18
2.5.1.    Mehlich 3 .....	20
2.5.2.    Resinas de intercambio iónico .....	21

2.5.3.	Espectroscopía ICP-OES .....	22
2.6.	Muestreo de suelos .....	23
2.6.1.	Procedimiento general para el muestreo general ....	25
3.	DISEÑO METODOLÓGICO.....	29
3.1.	Variables .....	29
3.2.	Delimitación del campo de estudio.....	30
3.3.	Recursos humanos disponibles .....	30
3.4.	Recursos materiales disponibles.....	31
3.4.1.	Equipo .....	31
3.4.2.	Cristalería y materiales.....	31
3.4.3.	Reactivos.....	32
3.5.	Técnicas cuantitativas y cualitativas .....	33
3.6.	Recolección y ordenamiento de la información .....	34
3.6.1.	Medición de concentraciones de fósforo, potasio, calcio y magnesio en muestras de suelo.....	35
3.6.2.	Comparación de la extracción de fósforo realizada por ambos métodos .....	36
3.6.3.	Datos de muestras de suelo control .....	36
3.6.4.	Costos por análisis .....	37
3.6.5.	Costos de fertilización .....	37
3.7.	Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información.....	38
3.8.	Análisis estadístico.....	42
3.8.1.	Media aritmética .....	42
3.8.2.	Desviación estándar .....	42
3.8.3.	Análisis de varianza .....	43
4.	RESULTADOS.....	45

5.	INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	51
6.	LOGROS OBTENIDOS.....	55
	CONCLUSIONES .....	57
	RECOMENDACIONES.....	59
	BIBLIOGRAFÍA.....	61
	APÉNDICES .....	65
	ANEXOS .....	81



## ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

### FIGURAS

1.	Formas de captación dentro de la partícula .....	5
2.	Estructura de resina de intercambio catiónico de ácido fuerte .....	11
3.	Biodisponibilidad de nutrientes minerales .....	15
4.	Espectrómetro ICP-OES .....	22
5.	Identificación de costales .....	26
6.	Palma identificada para muestreo general .....	26
7.	Gráfica comparativa entre la extracción promedio de fósforo por resinas de intercambio iónico y Mehlich 3.....	45
8.	Gráfica comparativa entre la extracción promedio de potasio por resinas de intercambio iónico y Mehlich 3.....	46
9.	Gráfica comparativa entre la extracción promedio de calcio por resinas de intercambio iónico y Mehlich 3.....	47
10.	Gráfica comparativa entre la extracción promedio de magnesio por resinas de intercambio iónico y Mehlich 3.....	48
11.	Gráfico de control para la concentración de fósforo en suelo control analizado con la extracción por resinas de intercambio iónico.....	49

### TABLAS

I.	Variables del método.....	29
II.	Variables a manipular.....	30
III.	Concentraciones de nutrientes en muestras de suelo de la región I.. .....	38

IV.	Concentración de nutrientes en muestras de suelo de la región II .....	39
V.	Concentración de nutrientes en muestras de suelo de la región III .....	39
VI.	Concentración de nutrientes en muestras control.....	40
VII.	Porcentaje de extracción de fósforo extraído por resinas sobre el extraído por Mehlich 3 .....	41
VIII.	Flujo de caja del análisis de suelo .....	41
IX.	Análisis de varianza de dos factores con n réplicas.....	44
X.	Diferencia porcentual entre las extracciones de resinas de intercambio iónico y Mehlich 3.....	49
XI.	Comparación de concentración de nutrientes extraídos con resinas de intercambio iónico en tres plantaciones .....	50
XII.	Comparación de Valor Actual Neto (VAN) .....	50
XIII.	Costo estimado de fertilización por hectárea .....	50

## LISTA DE SÍMBOLOS

<b>Símbolo</b>	<b>Significado</b>
<b>Ca</b>	Calcio
<b>cmol<sup>+</sup>/L</b>	Centimol carga por litro
<b>P</b>	Fósforo
<b>ha</b>	Hectárea
<b>Mg</b>	Magnesio
<b>p. a.</b>	Para análisis
<b>ppm</b>	Partes por millón
<b>%</b>	Porcentaje
<b>K</b>	Potasio



## GLOSARIO

<b>Espectroscopía</b>	Técnica instrumental utilizada para determinar la composición cualitativa y cuantitativa de una muestra mediante la comparación con estándares o espectros conocidos de otras muestras.
<b>ICP-OES</b>	Espectrofotómetro de Emisión Óptica con Plasma de Acoplamiento Inductivo (ICP-OES por sus siglas en inglés).
<b>Plasma</b>	Cuarto estado de agregación de la materia con un estado fluido similar al estado gaseoso en el cual una porción de sus partículas están cargadas eléctricamente y no poseen equilibrio electromagnético.
<b>Resina de Intercambio iónico</b>	Material sintético que está compuesto de grupos polares incorporados a una matriz de un polímero sintético, el cual tiene la capacidad de intercambiar iones contenidos en su estructura con iones en una solución de electrolitos, siempre y cuando sean de la misma carga.
<b>VAN</b>	Valor Actual Neto.



## RESUMEN

La investigación que a continuación se presenta es el desarrollo y la implementación de un análisis de determinación de fósforo, potasio, calcio y magnesio en suelo, extraídos con resinas de intercambio iónico y la posterior comparación de los resultados con el método usado como análisis de rutina, Mehlich 3.

Para ello se analizaron muestras de suelo de 3 diferentes regiones de plantaciones de palma de aceite preparados con el Método de Resinas y se cuantificaron los nutrientes con un espectrofotómetro ICP-OES. Se comparó la extracción con este método con la realizada por Mehlich 3 en las mismas muestras. En los resultados se muestra que únicamente para el fósforo la extracción es mayor en todas las regiones, con los otros elementos la extracción es menor o ligeramente mayor. Además se muestra el porcentaje de extracción de cada elemento por resinas sobre lo extraído con Mehlich 3, en los cuales se muestra la misma tendencia, a pesar de ello no hay diferencia significativa entre la extracción de estos elementos hecha por cada método.

Por otro lado se realizó un análisis de inversión, en la cual se muestra que el método de Mehlich 3 es más rentable para el laboratorio, sin embargo la implementación del Método de Resinas reduce los costos de fertilización por hectárea de suelo.

La parte experimental fue realizada en el Laboratorio de Análisis de Suelos y Foliare de NaturAceites, S. A., NaturAlab.



## **OBJETIVOS**

### **General**

Implementar una metodología de extracción por resinas de intercambio iónico y lectura por espectroscopía ICP-OES en el Laboratorio de Análisis de Suelos y Foliare, para cuantificar fósforo, calcio, magnesio y potasio en muestras de suelo usadas para el diagnóstico de la fertilidad de suelos en plantaciones de palma de aceite.

### **Específicos**

1. Implementar una metodología de extracción de fósforo, calcio, magnesio y potasio; utilizando resinas de intercambio iónico y cuantificación por espectroscopía ICP-OES en el laboratorio de análisis de suelos y foliares.
2. Comparar la extracción de fósforo del suelo utilizando resinas de intercambio iónico contra la extracción por el método Mehlich 3.
3. Establecer concentraciones de fósforo en controles utilizados para verificar el correcto funcionamiento del equipo, el método y la calidad de los resultados, mediante un gráfico de control al utilizar la extracción por resinas de intercambio iónico.

4. Comparar el comportamiento del fósforo, calcio, magnesio y potasio en las 3 regiones de plantaciones de palma de aceite de Naturaceites, utilizando los valores obtenidos con la metodología de resinas de intercambio iónico.
5. Determinar cuál de las metodologías comparadas es más rentable para el laboratorio y estimar el impacto económico que tiene la implementación de la metodología de resinas de intercambio iónico en los gastos de fertilización de la empresa.

## **Hipótesis**

### **Hipótesis científica**

Es posible la implementación de una metodología de determinación de fósforo extraído con resinas de intercambio iónico y cuantificación por espectroscopía ICP-OES en el Laboratorio de Análisis de Suelos y Foliare, NaturAlab de NaturAceites, S. A. como alternativa al método utilizado actualmente (Mehlich 3) para análisis de suelo.

### **Hipótesis estadística**

### **Hipótesis investigación (Hi)**

En la implementación de un método de cuantificación por espectroscopía ICP-OES para determinación de fósforo, calcio, magnesio y potasio extraídos por resinas de intercambio iónico, hay diferencia significativa con la extracción por el método Mehlich 3, para cuantificar de los mismos metales.

### **Hipótesis nula (H<sub>0</sub>)**

En la implementación del método de cuantificación por espectroscopía ICP-OES para determinación de fósforo, calcio, magnesio y potasio extraídos por resinas de intercambio iónico, no hay diferencia significativa con la extracción por el método Mehlich 3, para cuantificar los mismos metales.



## INTRODUCCIÓN

En la agroindustria de la palma de aceite, una de las actividades más importantes y que representan mayores costos es la fertilización. Esto se debe a que manteniendo la nutrición y sanidad de las plantaciones, se busca asegurar rendimientos óptimos en la extracción de aceite. Para realizar la fertilización es necesario realizar un diagnóstico de fertilidad de suelos, el cual tiene como base la interpretación de los resultados de análisis de muestras de suelos de las plantaciones.

Existen diferentes métodos para el análisis de suelo y la determinación de los nutrientes disponibles para las plantas. Sin embargo se ha observado un problema con la mayoría de los métodos: puede que la concentración de la fracción de los elementos no sea la disponible para los cultivos, lo cual da paso a una interpretación errada y como consecuencia una recomendación inapropiada, influyendo directamente en los rendimientos de los cultivos y los costos. En los últimos años se ha desarrollado una nueva metodología, que se dice permite determinar necesidades reales del suelo, esta es la extracción de nutrientes del suelo por medio de resinas de intercambio iónico.

Con base en ello se buscó implementar el Método de Resinas de intercambio iónico en NaturAlab y se comparó la extracción de fósforo, potasio, calcio y magnesio con este método y el utilizado como análisis de rutina, Mehlich 3 utilizando espectroscopía ICP-OES para analizar los extractos. Además se buscó determinar qué método de extracción es más rentable para el laboratorio y comprobar los beneficios que tiene el método implementado, estimando el impacto económico que tiene en los costos de fertilización.



## 1. ANTECEDENTES

NaturAceites, S. A. es una empresa que se dedica a la producción y comercialización de aceite de palma, margarinas y mantecas. Para ello cuentan con plantaciones de palma de aceite en 3 regiones diferentes: San Luis, Petén, Franja Transversal del Norte en Alta Verapaz y Polochic en Izabal.

Con el fin de asegurar una producción óptima en la empresa se realizan diagnósticos de fertilidad de las plantaciones de palma de aceite. Para ello se realizan análisis de muestras de suelos y foliares de las plantaciones en el Laboratorio de Análisis de Suelos y Foliares, NaturAlab, el cual está ubicado en el municipio de Fray Bartolomé de la Casas en el departamento de Alta Verapaz. Este laboratorio surgió para suplir las necesidades del Departamento Técnico Agrícola, encargado del monitoreo de fertilidad y sanidad de las plantaciones, con el fin de solucionar problemas de tiempo y costos, puesto que anteriormente las muestras eran enviadas a laboratorios nacionales y generalmente el tiempo de espera de resultados era prolongado, así como los costos elevados.

El análisis de suelos realizado en NaturAlab consiste en la determinación de potencial de hidrógeno, acidez y cuantificación de nutrientes disponibles para las plantas. Actualmente este último se realiza utilizando la metodología Mehlich 3, el cual es un método de extracción de varios elementos que sirve para determinar fósforo, calcio, magnesio y potasio como cationes intercambiables básicos ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ ), entre otros.

La cuantificación de fósforo y otros nutrientes en los suelos es importante para el diagnóstico de fertilidad de plantaciones y planificación de fertilización en los cultivos. Para la determinación de fósforo disponible en el suelo y otros nutrientes, existen diferentes metodologías, la mayoría basadas en la extracción química. En los últimos años se han desarrollado nuevas metodologías que permiten cuantificar de mejor manera el fósforo disponible; una de estas metodologías es la de extracción por medio de resinas de intercambio iónico. Se ha demostrado que por medio de esta se logran determinar necesidades reales del suelo en cuanto a nutrientes disponibles y también es un método apropiado para su aplicación en diferentes tipos de suelos.

De igual manera para realizar la cuantificación de los nutrientes en los extractos de las muestras de suelo, existen diferentes técnicas. Entre ellas se encuentra la espectroscopía ICP, la cual permite determinar concentraciones de hasta 72 elementos en una muestra líquida, con una sensibilidad que varía desde algunos microgramos hasta nanogramos por litro.

La metodología de extracción de fósforo, potasio, calcio y magnesio por resinas de intercambio iónico en muestras de suelo, no es un procedimiento totalmente estudiado en el país, a pesar de que hay estudios que demuestran que es superior a los más utilizados. Es por ello que se busca la implementación de la misma en NaturAlab para comparar los niveles de nutrientes extraídos contra los métodos utilizados como análisis de rutina, esperando que con los resultados de esta investigación se pueda contribuir a la adecuación de la metodología para el diagnóstico de la fertilidad de los suelos en plantaciones de palma y determinar el impacto económico que puede tener su implementación.

## 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1. Adsorción e intercambio iónico

La adsorción es un fenómeno mediante el cual se da la transferencia selectiva de uno o más solutos desde una fase fluida hacia partículas sólidas, concentrándose en la superficie de estas últimas. Se pueden diferenciar 2 tipos de fenómenos de adsorción<sup>1</sup>.

El primer tipo es la adsorción física, el cual resulta de las fuerzas intermoleculares de atracción entre las moléculas del sólido y la sustancia que se adsorbe. Es llamado también adsorción de *van der Waals* y es fácilmente reversible. Aquí la sustancia se concentra totalmente sobre la superficie del sólido sin sufrir cambios, es decir que no se disuelve ni penetra en el mismo.

El otro tipo de adsorción es la quimisorción o también llamado adsorción activada. Esta resulta de la interacción química entre el sólido y la sustancia adsorbida en donde a pesar de que no se dé la formación de otros compuestos, la fuerza de adhesión es mayor que la fuerza en la adsorción física. Este proceso es generalmente irreversible, porque en la desorción se puede comprobar que la sustancia original sufrió cambios químicos.

Por otro lado existe un fenómeno muy parecido a la adsorción, el intercambio iónico. Este es un fenómeno por medio del cual se da de forma reversible el intercambio de iones entre algunos sólidos y una solución de electrolitos, lo cual permite la separación y fraccionamiento de solutos

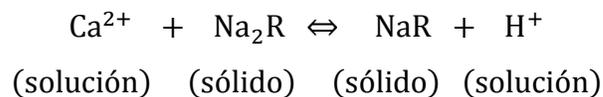
---

<sup>1</sup> TREYBAL, Robert E. *Operaciones de Transferencia de Masa*. p. 626.

electrolitos. La naturaleza de esta operación sólido-líquido es química, sin embargo no solamente abarca la interacción de los iones con el sólido, sino también la difusión de los mismos dentro de la fase sólida. Este es un proceso más complejo que la adsorción, pero pueden aplicarse las mismas técnicas, pues los resultados obtenidos son muy similares<sup>2</sup>.

Un intercambio iónico es básicamente una reacción química entre iones en solución e iones en una fase sólida insoluble. En este proceso el sólido retira ciertos iones de la solución y libera iones de reemplazo para conservar su electroneutralidad.

Para ejemplificar una reacción de intercambio iónico se muestra a continuación la ecuación básica del ablandamiento del agua.



[Ec. Núm. 1]<sup>3</sup>

En donde  $R$  representa al sólido. Aquí los cationes en solución, como el  $\text{Ca}^{2+}$ , se difunden por los poros del sólido y se intercambian con los iones  $\text{Na}^+$  del sólido

La reacción inversa es conocida como desorción y con ella se da la regeneración del sólido. En su mayoría los sólidos de intercambio iónico son resinas o polímeros sintéticos. Sin embargo este es un tema que se tratará con mayor profundidad más adelante.

---

<sup>2</sup> TREYBAL, Robert E. *Operaciones de Transferencia de Masa*. p. 626.

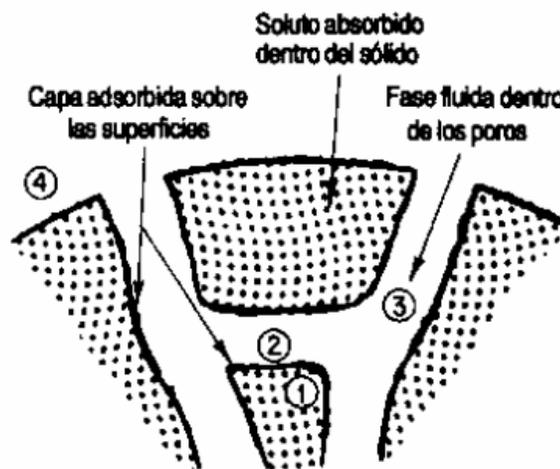
<sup>3</sup> GEANKOPLIS, C. G. *Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias*. p. 784.

### 2.1.1. Transferencia de masa en el intercambio iónico

Es una operación de separación que se basa en la transferencia de materia líquido-sólido. Esta operación implica la transferencia de especies iónicas, desde la fase fluida al sólido por intercambio o desplazamiento de iones no semejantes de la misma carga, que se encuentran inicialmente unidos por fuerzas electrostáticas a grupos funcionales superficiales del sólido.

En la siguiente figura se muestran los medios de toma y almacenamiento de soluto por medio de una partícula sorbente, en los poros o en la superficie de estos, o dentro de una estructura permeable y homogénea tipo gel, o en ambos<sup>4</sup>.

Figura 1. Formas de captación dentro de la partícula



Fuente: PERRY, Robert H. *Manual del Ingeniero Químico*. Sección 16. p. 5.

<sup>4</sup> PERRY, Robert H. *Manual del Ingeniero Químico*. Sección 16. p. 5.

En la figura anterior se muestra la naturaleza física y la ubicación de los pasos individuales en el mecanismo de transporte<sup>5</sup>, identificados como sigue a continuación:

- (1) Difusión en el estado sorbido (en una fase uniforme semilíquida o sólida o en la capa superficial del poro), difusión en la parte de partícula.
- (2) Reacción en los límites de la fase, este proceso es muy rápido.
- (3) Difusión en el poro para la fase fluida dentro de las partículas para algunas resinas de intercambio iónico.
- (4) La transferencia de masa entre las superficies externas de las partículas del sorbente y de la fase fluida circundante.
- (5) El mezclado o la falta de este entre las diferentes partes del equipo de contacto, también puede darse debido a la llamada dispersión axial.

La difusión en la fase de partícula, controla la velocidad de transferencia de masa en sistemas con una alta concentración de soluto en la fase del fluido, así como en los sistemas con una baja concentración total en la fase fluida los efectos del lado del fluido controlan el mecanismo (pasos 3, 4 o 5).

Entre los pasos 1 y 3, la diferencia es que están separados por el paso 2 y ocurren en fases diferentes. Por otro lado los mecanismos 4, 3 y 2, así como los 4, 2 y 1 ocurren en serie. En el caso de algunos sorbentes ocurren ambos mecanismos en paralelo y el más rápido es el que controla la velocidad.

En el caso de los pasos 1, 2 y 3 las velocidades son independientes del arreglo particular del proceso seleccionado para una partícula dada de sorbente, con un potencial de impulso constante. Caso contrario para los pasos 4 y 5 sus contribuciones dependen del tipo de equipo usado.

---

<sup>5</sup> PERRY, Robert H. *Manual del Ingeniero Químico*. Sección 16. p. 21.

### 2.1.2. Aplicaciones del intercambio iónico

Las técnicas de operación utilizadas para la adsorción se utilizan también para el intercambio iónico por su gran similitud. Por ello mismo en las aplicaciones del intercambio iónico a nivel industrial pueden encontrarse tratamientos por lotes o por etapas de soluciones, operaciones en lecho fluidizado o fijo y operaciones continuas a contracorriente. Las percolaciones en lecho fijo son de las más comunes.

Tal vez la aplicación más notable de las resinas intercambiadoras, es la separación de metales de las tierras raras mediante técnicas cromatográficas. El intercambio iónico ha sido utilizado en métodos cromatográficos para el fraccionamiento de mezclas iónicas de varios componentes, además estas técnicas han sido aplicadas en el tratamiento de lodos de minerales (“resina en pulpa”) para la obtención de metales valiosos<sup>6</sup>.

Por otro lado una de las aplicaciones más comunes del intercambio iónico es el ablandamiento de agua. La deionización del agua puede hacerse por medio de percolación, pasándola primero a través de un intercambiador catiónico y luego a través de un intercambiador aniónico. Esto se hace utilizando un lecho formado por una mezcla homogénea de resinas aniónica y catiónica, ambas de tipo fuerte, por medio de lo cual es posible eliminar de forma simultánea de todos los iones hasta llevarla a la neutralidad. Los intercambiadores iónicos también se han utilizado para el tratamiento y concentración de soluciones de desecho diluidas.

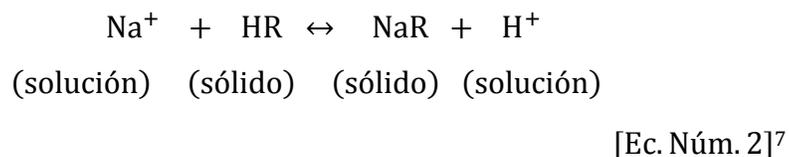
---

<sup>6</sup> TREYBAL, Robert E. *Operaciones de Transferencia de Masa*. p. 709.

## 2.2. Sólidos y resinas de intercambio iónico

Los sólidos de intercambio iónico son aquellos con capacidad de intercambiar iones contenidos en su estructura con iones en una solución de electrolitos, siempre y cuando sean de la misma carga. Actualmente la mayoría de los sólidos de intercambio de iones son resinas o polímeros sintéticos.

Las resinas de intercambio iónico son materiales sintéticos compuestos de grupos polares, ácidos o básicos, incorporados a una matriz de un polímero sintético y actúan tomando iones de soluciones y cediendo cantidades equivalentes de otros iones. Algunos tipos de resinas poliméricas sintéticas contienen grupos sulfónicos, carboxílicos o fenólicos, y estos grupos aniónicos pueden intercambiar cationes. El intercambio iónico realizado con este tipo de resinas puede representarse con la siguiente ecuación:

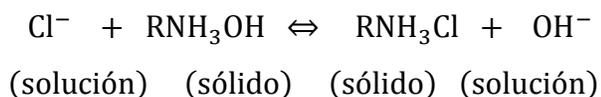


En donde  $R$  representa a la resina sólida. El  $\text{Na}^+$  puede intercambiarse por  $\text{H}^+$  u otros cationes en la resina sólida.

Existe otro tipo de resinas sintéticas similares que sirven para intercambiar aniones y  $\text{OH}^-$  en solución, las cuales contienen grupos amino para este fin. El intercambio iónico realizado con estas resinas se puede ejemplificar con la siguiente ecuación:

---

<sup>7</sup> GEANKOPLIS, C. G. *Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias*. p. 784.



[Ec. Núm. 3]<sup>8</sup>

En el proceso de intercambio iónico se utiliza una fase sólida que contiene grupos de enlace, que transportan una carga iónica, ya sea positiva o negativa, junto con iones desplazables de carga opuesta: contraiones.

La mayor parte de los intercambiadores de iones utilizan resinas que son preformadas y posteriormente sometidas a una reacción química, como el poliestireno, o formadas a partir de monómeros activos (ácidos olefínicos, aminas o fenoles). Sin embargo las zeolitas naturales (polímeros de silicatos inorgánicos) fueron los primeros intercambiadores de iones y actualmente se utilizan las zeolitas naturales y sintéticas

En el intercambio iónico se da una reacción reversible que comprende cantidades químicamente equivalentes, por lo tanto al realizarse una operación de desorción, el sorbente sólido (sólido de intercambio) puede conservar el ion que se encontraba inicialmente por medio de una regeneración, después de su uso. El intercambio iónico entre electrolitos fuertes generalmente se da hasta que agota casi por completo la capacidad estequiométrica del intercambiador, por lo tanto la capacidad total del sorbente es prácticamente constante; sin importar la composición de la solución tratada. Se presenta una excepción aparente cuando se trata de un ácido o una base débil, ya sea en la resina o en la solución (o en ambas), en que la capacidad aparente de la resina puede ser mucho menor que su valor estequiométrico<sup>9</sup>.

---

<sup>8</sup> GEANKOPLIS, C. G. *Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias*. p. 784.

<sup>9</sup> PERRY, Robert H. *Manual del Ingeniero Químico*. Sección 16. p. 6

Existen diferentes tipos de resinas de intercambio iónico y cada una presenta afinidad a ciertas moléculas o especies de iones. Por ejemplo, las resinas de intercambio iónico a base de quelatos, presentan de manera extraordinaria una alta selectividad para determinados cationes. Una resina comercial (Dowex A-1), contiene grupos de enlace de iminodiaceto unidos a una matriz de poliestireno y muestra gran afinidad respecto al cobre, níquel, cobalto y hierro<sup>10</sup>. A continuación se describen los tipos de resinas en base a los grupos funcionales que poseen.

### **2.2.1. Tipos y clases de resinas de intercambio iónico**

Las resinas de intercambio iónico contienen grupos funcionales de enlace que permiten realizar el intercambio, ácido sulfónico o amonio cuaternario. Estas se clasifican de acuerdo a su función como resinas de intercambio catiónico que intercambian cationes y de intercambio aniónico que intercambian aniones, no existen resinas que puedan intercambiar ambos iones al mismo tiempo.

#### **2.2.1.1. Resinas de intercambio catiónico**

Estas resinas se caracterizan por intercambiar iones positivos como  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Na}^+$  y se clasifican como de ácido fuerte o de ácido débil, dependiendo de su grado de acidez.

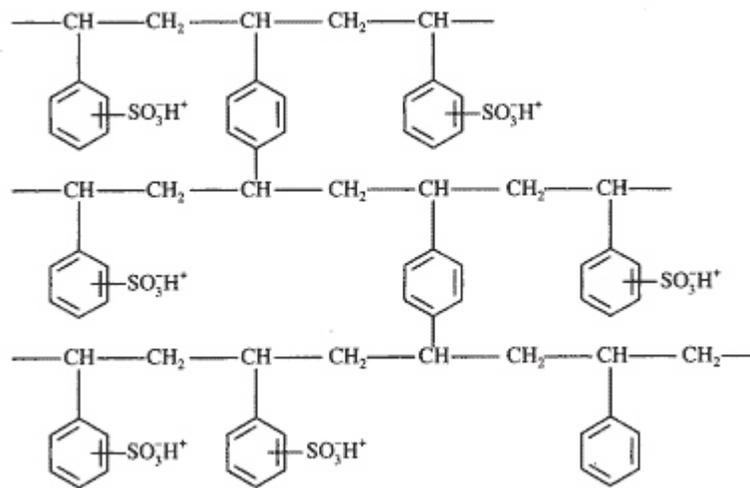
- Resinas de intercambio catiónico de ácido fuerte: contienen grupos de ácido sulfónico ( $-\text{SO}_3\text{H}$ ) como grupos de intercambio. Se clasifican como fuertemente ácidos, debido a la disociación de estos grupos. Pueden usarse en todo el rango de potencial de hidrógeno para llevar a cabo

---

<sup>10</sup> PERRY, Robert H. *Manual del Ingeniero Químico*. Sección 16. p. 6.

reacciones de intercambio iónico. Para la regeneración de esta resina se utiliza una solución de ácido clorhídrico o ácido sulfúrico y generalmente se encuentra en la forma de sodio  $\text{Na}^+$ .

Figura 2. **Estructura de resina de intercambio catiónico de ácido fuerte**



Fuente: SKOOG, Douglas A. *Fundamentos de Química Analítica*, Vol. 2. p. 718.

- Resinas de intercambio catiónico de ácido débil: contienen grupos carboxil ( $-\text{COOH}$ ) como grupos de intercambio y presenta acidez débil. El grupo carboxil es debilmente ácido, no se disocia en soluciones ácidas y no hay capacidad de intercambio iónico. Estas resinas son fácilmente regeneradas a la forma  $\text{H}^+$ , pero solamente pueden ser usadas en un limitado rango de potencial de hidrógeno.

Las primeras resinas fueron hechas por condensación de ácidos sulfónicos aromáticos, como el ácido fenolsulfónico con formaldehído. Dado que las resinas contienen grupos de ácido sulfónico y grupos fenólicos, son

bifuncionales. Las resinas se producen bajo la forma de gránulos duros y oscuros de forma irregular.

Estas resinas fenólicas han tenido una diversidad de aplicaciones analíticas, sin embargo las resinas de estireno-divinilbenceno son preferidas para análisis químicos. Estas son producidas mediante la sulfonación de un copolímero de estireno con divinilbenceno. En este copolímero el divinilbenceno se entrecruza entre las cadenas del estireno polimerizado.

Los niveles de entrecruzamiento pueden ser ajustados y depende de la cantidad de divinilbenceno; a mayor cantidad de divinilbenceno utilizado, más frágil será el polímero. El grado de entrecruzamiento se define en términos de porcentaje de divinilbenceno añadido durante la polimerización. Las resinas comerciales generalmente están hechas de copolímeros de estireno, etilvinilbenceno y divinilbenceno.

La sulfonación es realizada con ácido sulfúrico y, en promedio cerca de un grupo de ácido sulfónico se encuentra presente por cada anillo de benceno en este tipo de productos comerciales. Esto le otorga una capacidad de intercambio de aproximadamente 5 miliequivalentes por cada gramo seco de resina en forma de H<sup>+</sup>.

#### **2.2.1.2. Resinas de intercambio aniónico**

Este tipo de resinas intercambia aniones como Cl<sup>-</sup> o SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> y se clasifican de acuerdo a la fuerza de su base, como sigue a continuación:

- Resinas de intercambio aniónico base fuerte: poseen un grupo amonio cuaternario como grupo de intercambio, el cual es de base fuerte y se

disocia dentro de  $=N^+OH^-$ , no solamente en ácidos sino también en soluciones básicas. Pueden descomponer sales neutras y son capaces de capturar iones de ácidos débiles como: ácido carbónico y ácido salicílico. Tienen propiedades de intercambio iónico en todo el rango de potencial de hidrógeno. Este tipo de resinas se clasifica en 2 tipos<sup>11</sup>:

- Tipo I con un grupo trimetilamonio  $R-N^+(CH_3)_3$ , y
  - Tipo II con un grupo dimetiletanolamonio  $R-N^+(CH_3)_2CH_2CH_2OH$
- Resinas de intercambio aniónico base débil: tienen como grupos de intercambio amino primario y terciario, las cuales exhiben basicidad débil y pueden tener un grupo de intercambio sencillo o una mezcla de 2 o más grupos aminos, estos no se disocian en soluciones alcalinas y no existe intercambio iónico en ellas.

La mayoría de este tipo de resinas se produce por la introducción de grupos intercambiadores unidos estructuralmente a resinas de poliestireno-divinilbenceno. El método principal para preparar resinas de base fuerte tiene como primer paso; introducir grupos de cloruro de metilo al copolímero por medio de un tratamiento con éter de clorometil en presencia de un agente expansivo. El tratamiento de las resinas clorometiladas con aminas terciarias, como trimetilamina, produce una sal cuaternaria de amonio, la forma de cloruro de una resina de intercambio aniónico de base fuerte.

### 2.2.1.3. Otro tipo de resinas

Otros tipos de resinas, sin importancia en este estudio, pueden ser macroporosas o tipo gel o bien resinas especiales como las quelantes.

---

<sup>11</sup> VALCÁRCEL, M.; Gómez, A. *Técnicas Analíticas de Separación*. p. 258.

### **2.3. Extracción sólido-líquido**

La extracción sólido-líquido o también llamada lixiviación se utiliza para disolver materia soluble a partir de su mezcla con un sólido insoluble. Para ello se separa el soluto deseado o elimina un soluto indeseable de una fase sólida, al ponerse en contacto con una fase líquida.

Ambas fases entran en contacto íntimo y el soluto o los solutos pueden difundirse desde el sólido a la fase líquida, lo que produce una separación de los componentes originales del sólido<sup>12</sup>. En la lixiviación la cantidad de material soluble separado, es generalmente mayor que en un lavado de filtración ordinaria. La desintegración de un sólido ayuda a la extracción del material soluble.

### **2.4. El fósforo y otros nutrientes en los suelos**

En los procesos bioquímicos de las plantas como la fotosíntesis, el fósforo es un elemento de suma importancia, pues no sería posible realizar si no existen los niveles adecuados. La disponibilidad de fósforo y otros nutrientes en los suelos está condicionada por diferentes procesos edáficos que afectan a su disponibilidad<sup>13</sup>.

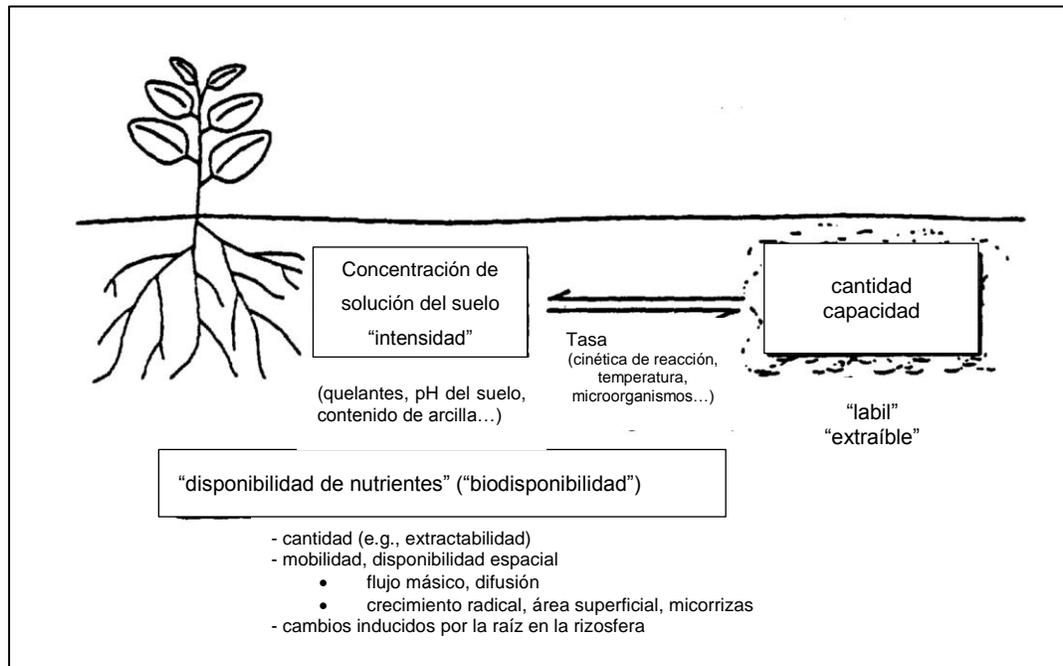
Luego del fósforo los elementos que son más importantes para el desarrollo de las plantas son el potasio, calcio y magnesio (en orden de importancia). En el suelo no existe fósforo en su forma libre, sino combinado en fosfatos de diferente naturaleza y estado, procedentes del material de origen o de los fertilizantes que han sido añadidos, lo cual será explicado más adelante.

---

<sup>12</sup> GEANKOPLIS, C. G. *Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias*. p. 800.

<sup>13</sup> NEGRÍN, Miguel Ángel. *Especiación de fósforo en suelos ándicos*. p. 6.

Figura 3. **Biodisponibilidad de nutrientes minerales**



Fuente: Fitonutrición, Relación intensidad/cantidad, factores vegetales y consecuencias para el ensayo del suelo. <http://fitonutricion.net46.net/contenido/13-06.html> Consulta: 27 de abril de 2014.

La disponibilidad de nutrientes en el suelo para las plantas, depende de varios factores, tales como: el tipo de suelo, potencial de hidrógeno, entre otros. El fósforo forma compuestos de baja solubilidad en los suelos y por lo tanto da como resultado bajos contenidos en la solución del suelo como en la fase sólida. Esto provoca que a las plantas se les dificulte absorber este elemento. La solubilidad se describe como el proceso por medio del cual el fósforo (P) disponible se encuentra en 2 formas aprovechables para la plantas, de tal manera que el fósforo total disponible para la plantas se mantiene en equilibrio con la solución del suelo.



Las raíces de las plantas absorben el fósforo de la solución del suelo, y rompen el equilibrio entre las fases sólida y la que está en solución. Por lo tanto, la nutrición de las plantas dependerá de la desorción del fósforo de la fase sólida a la líquida, aunque el fosforo inorgánico en el suelo puede asociarse con el hierro (Fe), aluminio (Al) y calcio (Ca), ello se muestra en la siguiente representación<sup>14</sup>:



Por lo tanto, el fósforo no lábil es el que forma compuestos insolubles y el lábil el que esta inmediatamente disponible para las plantas y que puede pasar de estar disponible a fósforo no lábil de una forma irreversible.

#### **2.4.1. Formas del fósforo en el suelo**

Las formas y las cantidades en las que el fósforo puede presentarse en el suelo varían de acuerdo con los factores de formación del mismo. En ecosistemas jóvenes con suelos que han sido ligeramente alterados, la mayor parte del fósforo proviene de los minerales primarios, cuya alteración da lugar a una fracción lábil de disponibilidad inmediata para las plantas. En ecosistemas con un moderado régimen de alteración, gran parte del fósforo se encuentra formando parte de compuestos orgánicos o adsorbidos a minerales secundarios de arcilla. Finalmente, los ecosistemas con suelos altamente alterados presentan formas de fósforo no lábiles ocluidas o formando parte de compuestos orgánicos estables<sup>15</sup>.

---

<sup>14</sup> RAIJ, Bernardo van. *Informaciones Agronómicas*. p. 9.

<sup>15</sup> NEGRÍN, Miguel Ángel. *Especiación de fósforo en suelos ándicos*. p. 6.

Las formas orgánicas e inorgánicas del fósforo en el suelo pueden agruparse en<sup>16</sup>:

- Minerales primarios: forma más estable del fósforo inorgánico, debido a la baja solubilidad que presenta en los minerales.
- Fósforo soluble: extraíble con agua o soluciones salinas.
- Fósforo lábil: formas intercambiables con resinas u otro extractor.
- Fósforo no lábil: incluye minerales secundarios originados por quimisorción sobre todo óxidos de aluminio de hierro y carbonatos, constituye una fracción de menor disponibilidad.
- Fósforo ocluido: es el encapsulado por minerales y su disponibilidad es a muy largo plazo.

Es importante conocer la procedencia, evolución y comportamiento de cada una de las formas del fósforo, pues no todas están disponibles para la nutrición de cultivos y algunas no están disponibles desde el inicio. A pesar de que no existe una terminología definida para agrupar todas las formas de fósforo, la clasificación más simple de ellas, se da dependiendo de su naturaleza primaria. La fracción total de fósforo (PT) del suelo, a su vez se subdivide en otras dos: la fracción inorgánica (PI); asociada al fósforo de naturaleza mineral y la fracción orgánica (PO); asociada a la materia orgánica del suelo. La relación entre las 3 fracciones vendría dada por<sup>16</sup>:

$$PT = PI + PO$$

Así pueden estimarse las fracciones de fósforo disponibles en el suelo, conociendo la fracción total y la inorgánica, se obtiene la fracción orgánica.

---

<sup>16</sup> NEGRÍN, Miguel Ángel. *Especiación de fósforo en suelos ándicos*. p. 7.

## 2.5. Análisis de suelos

Las diferencias entre la composición química de suelos es el resultado de la proporción entre contenidos de materia orgánica y minerales, así como de la variabilidad de los tipos de compuestos que constituyen la fracción mineral. Una parte de la variación en la concentración de elementos en la fracción mineral, depende de las variaciones en la composición del material del suelo progenitor. Por otro lado las diferencias de composición son el resultado del flujo de materia y energía que entra y sale del suelo, uno de los flujos que más afectan, esto es la pérdida de cationes por lixiviación, la pérdida o ganancia de yeso por procesos de transporte pluvial y eólicos, y para los elementos activos en los procesos biológicos el enriquecimiento sobre la superficie terrestre.

En el suelo generalmente se clasifican los elementos como elementos mayores o menores, y a pesar de que no existe una distinción exacta entre estos, los elementos mayores se caracterizan por estar en concentraciones suficientes para formar fases discretas, que pueden determinar las propiedades de suelos y rocas. Por otro lado los elementos traza no forman fases con una abundancia significativa como para contribuir a las propiedades del sistema total, pues se encuentran a concentraciones demasiado bajas. Sólo 8 elementos se encuentran a una concentración que excede el 1 por ciento de la corteza terrestre y se clasifican siempre como elementos mayores o macronutrientes, estos son: O, Si, Al, Fe, Ca, Mg, Na y K. Estos más el carbono son los elementos más abundantes en los suelos.

Para determinar los elementos que se encuentran presentes en el suelo se recurren a métodos de análisis de suelo, los cuales tienen por objetivo determinar la concentración de los elementos en suelos. Los análisis químicos de suelos consisten en la extracción de los nutrientes del mismo mediante

soluciones químicas. Existen muchas diferentes soluciones extractoras que extraerán diferentes cantidades de los nutrimentos en los diferentes tipos de suelos.

Por sí solo, un análisis de suelo no tiene valor; es una cifra que solamente puede reflejar o no la disponibilidad de un nutrimento para las plantas. Estas extracciones tendrán un sentido agronómico sí guardan alguna relación con la acción que hacen las raíces de las plantas en el suelo. Si no se ha comprobado, que existe una relación lineal entre la cantidad de nutriente extraído analíticamente con el desarrollo de la planta, el valor de un análisis de suelo carece de significado. Además es muy importante establecer el punto o nivel de elemento extraído con esa solución extractora, a partir del cual los rendimientos que se obtienen del cultivo son casi iguales. De ahí que el diagnóstico químico de la fertilidad del suelo para ser adecuado y confiable deba apoyarse en 2 aspectos esenciales:

- En el uso de soluciones extractoras de la fracción disponible adecuadas para los diferentes grupos de suelos.
- En la utilización de niveles críticos (altos, medios y bajos) confiables, calibrados para la solución extractora más adecuada según los grupos de suelos, y según los cultivos.

Un análisis de suelo actualmente, es una actividad central de proceso de corrección de suelo, que se inicia con la retirada de una muestra, siguiendo con el análisis químico y la prescripción de cantidades adecuadas de correctivos de suelo y fertilizantes, y termina con la aplicación de estos insumos. Lo más común es hacer determinaciones de macro y micronutrientes, materia orgánica, potencial de hidrógeno, y acidez y aluminio, ocasionalmente se analiza nitrógeno en el suelo, sin embargo no es un procedimiento de rutina porque

generalmente es un elemento muy volátil, bastante soluble en agua y arrastrado por lixiviación. A continuación se describen brevemente los análisis de importancia para esta investigación:

### **2.5.1. Mehlich 3**

Este método de análisis de suelo es una variante del Método Mehlich 1. Utiliza un extractante multielemental mejorado para P, K, Ca, Mg, Cu, Fe, Mn y Zn<sup>17</sup>. Actualmente es utilizado comúnmente porque es adecuado para una gran variedad de suelos, tanto ácidos como alcalinos en la reacción.

El principio del Método Mehlich 3 es similar en principio al de Bray y Kurtz P-1, porque contiene una solución ácida de fluoruro de amonio. La solución extractora de este método contiene ácido acético, el cual contribuye a la liberación de fósforo disponible en la mayoría de los suelos. Es más eficaz que el Método Mehlich 1 en la predicción de la respuesta de los cultivos al fósforo en suelos neutros y alcalinos, porque la acidez del extractante se neutraliza menos por el carbonato de calcio. Varios estudios han demostrado que Mehlich 3 está altamente correlacionado con el fósforo extraído de los suelos por el Método Bray y Kurtz P-1, Mehlich 1 y Olsen.

Para el Método Mehlich 3, un valor de 45 a 50 miligramos por kilogramo, es generalmente considerado como óptimo para el crecimiento de las plantas y los rendimientos de los cultivos, por encima de los valores críticos utilizados para otras pruebas estándar de fósforo en el suelo, como el Método Bray y Kurtz P-1, Mehlich 1 y Olsen.

---

<sup>17</sup> RAYMENT, George; Lyons, David. *Soil Chemical Methods*. p. 398.

### 2.5.2. Resinas de intercambio iónico

Este es un método de análisis de suelo en el cual se emplean resinas de intercambio iónico para la cuantificación del fósforo lábil en los suelos (así como de otros elementos disponibles). Es una alternativa al uso de extractantes químicos y se considera que es uno de los mejores métodos para determinar fósforo disponible para las plantas<sup>18</sup>.

La extracción de fósforo con la resina de intercambio iónico se realiza en una suspensión de agua y esta condición simula mejor que otros métodos la dinámica de absorción de fósforo por las raíces de las plantas. Para el análisis se utiliza una solución de cloruro de amonio en ácido clorhídrico, con lo cual se da la desorción del fósforo de la resina. Las resinas de intercambio simulan la forma de actuar de las raíces de las plantas. La cantidad de fósforo sorbido por la resina depende solamente de la cantidad de fósforo desorbido o solubilizado de la matriz del suelo y no de las propiedades de la resina. Se considera un método más eficaz que la extracción con bicarbonato o agua, debido a su bajo coste, simplicidad y elevada correlación con la cantidad de fósforo exportada por la planta. Además presenta valores correctos sin importar el potencial de hidrógeno del suelo.

Este es un método ampliamente utilizado en Brasil, el ingeniero agrónomo Bernardo van Raij, es quien ha hecho grandes investigaciones sobre el tema y actualmente forma parte del Centro de Suelos y Recursos Agroambientales del Instituto Agronómico en Campinas, Brasil. Es un método estandarizado por el mismo instituto y ampliamente recomendado.

---

<sup>18</sup> RAIJ, B. van. *Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais*. p. 189 .

### 2.5.3. Espectroscopía ICP-OES

La espectroscopía de emisión por plasma de acoplamiento inductivo (ICP) es una técnica utilizada actualmente para la determinación de concentraciones de elementos en suelos. El principio de funcionamiento para el ICP consiste en la medición de la luz característica emitida por los elementos excitados con una antorcha de plasma. La sensibilidad para la mayoría de elementos, varía desde microgramos hasta nanogramos por litro por estas técnicas. Las muestras deben estar en solución<sup>19</sup>.

Figura 4. **Espectrómetro ICP-OES**



Fuente: Perkin Elmer. <http://www.perkinelmer.com/Catalog/Product/ID/OPTIMA8000>. Consulta: 27 de abril de 2014

<sup>19</sup>Espectroscopía de Plasma ICP-OES, <http://laboratorioteccnicasinstrumentales.es/analisis-quimicos/espectroscopa-de-plasma-icp-oes>. Consulta: 27 de abril de 2014.

El plasma de acoplamiento inductivo (ICP) es una fuente de ionización, que junto a un espectrofotómetro de emisión óptico (OES) constituye el equipo de ICP-OES. En esta técnica, la introducción continua de la muestra líquida y un sistema de nebulización forma un aerosol que es transportado por el argón a la antorcha del plasma, acoplado inductivamente por radio frecuencia. En el plasma, debido a las altas temperaturas generadas, los analitos son atomizados e ionizados, generándose los espectros de emisión atómicos de líneas características. Los espectros son dispersados por la red de difracción y el detector sensible a la luz se encarga de medir las intensidades de las líneas. La información es procesada por el sistema informático.

Los análisis que se ofrecen incluyen prácticamente todos los elementos de la tabla periódica en una amplia variedad de muestras líquidas y sólidas, ya que puede medir elementos simultáneamente.

## **2.6. Muestreo de suelos**

Tiene como propósito generar información referente al estado nutricional de las plantaciones de palma a partir de su respectivo análisis nutricional. Generalmente en una plantación de palma de aceite se realizan 2 tipos de muestreo: el general y el de lotes de seguimiento, en ambos se hacen medición de parámetros de las palmas y también se hace la toma de muestras, tanto de suelo como de foliares y raquis. En este caso se describirá cómo se hace el muestreo en la empresa Naturaceites, S. A.

El muestreo general se hace para la medición de parámetros y toma de muestras foliares y de suelos en la totalidad de pantes de una finca. La medición de parámetros de crecimiento es hecha en el mes de febrero y agosto;

la toma de muestras foliares es únicamente en febrero y toma de muestras de suelo en el mes de agosto.

Los lotes de seguimiento corresponden a la cantidad de pantes que representan a una finca en variedades de cultivar. Aproximadamente un pante puede representar 500 o menos hectáreas de plantación de la misma variedad. Las actividades que se llevan a cabo en un lote de seguimiento son repetitivas bimestralmente, correspondiendo a los meses impares.

Durante el muestreo general se toman submuestras por cada pante, puesto que al final se analizará una sola muestra por cada pante de cada una de las fincas. Una submuestra es una palma por hectárea, es decir; siendo el pante de 50 hectáreas, serán 50 submuestras (palmas) en el pante. Las submuestras son establecidas al azar en forma de zig-zag; una vez establecidas serán las mismas palmas que posteriormente servirán para la medición de parámetros y para la obtención de muestras, tanto foliares como de suelos.

Para que las muestras finales que son llevadas al laboratorio para el análisis nutricional del suelo sean representativas, se preparan con el Método de Cuarteo, en el cual se mezclan todas las submuestras de cada pante, teniendo como resultado final una muestra homogénea. En este método de preparación de muestras se coloca la muestra de campo sobre una superficie plana, dura y limpia, en la cual no pueda haber pérdida de material ni contaminación con materias extrañas, se homogeneiza el material traspapelando toda la muestra y acomodándolo en una pila cónica, depositando cada paleada sobre la anterior. Por medio de la pala, se ejerce presión sobre el vértice, aplanando con cuidado la pila hasta obtener un espesor y un diámetro uniformes. El diámetro obtenido deberá ser aproximadamente de 4 a 8 veces el

espesor del material. Luego la pila aplanada se divide en 4 partes iguales y se eliminan 2 de las partes diagonalmente opuestas, incluyendo todo el material fino. Finalmente se mezcla y homogeneiza el material restante, se cuartea sucesivamente hasta reducir la muestra al tamaño requerido para las pruebas.

En la realización del muestreo general se deben considerar ciertos aspectos tales como: el horario de labor; el cual en el área agrícola es de lunes a viernes de 6:00 a 15:00 horas y sábados de 6:00 a 11:00 horas. El muestreo general se realiza en dos etapas diferentes en el año: toma de muestras foliares en el mes de febrero y toma de muestras del suelo en el mes de agosto en época no lluviosa; la medición de parámetros de crecimiento en ambos meses, por aparte el muestreo general debe realizarse en todos los pantes de cada una de las fincas.

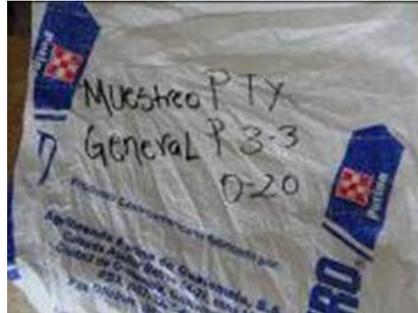
Respecto a los lotes de seguimiento (muestreos y medición de parámetros), estos se realizan cada 2 meses a lo largo del año y en pantes específicos. Cada palma debe ser marcada, en palma joven, en el peciolo y palma adulta, en el estipe, con las iniciales MG si corresponde a Muestreo General o con LS si corresponde a Lote de Seguimiento.

### **2.6.1. Procedimiento general para el muestreo general**

El procedimiento general para la realización del muestreo de suelos es el siguiente, el cual está definido en *el Manual de medición de parámetros y toma de muestras de Naturaceites*:

- Identificación de costales nuevos para transportar las muestras de suelos. Debe incluir los siguientes datos: tipo de proceso, finca y pante.

Figura 5. **Identificación de costales**



Fuente: Naturaceites, S. A.

- Ubicar la palma identificada para muestreo general (paso 2 del muestreo general del mes de febrero). Ubicar la palma correspondiente al muestreo general, debe estar identificada con las iniciales Muestreo General (MG), generalmente en letras blancas. Para la ubicación de estas en el campo se basan en registros con el número de pante, centro frutero, número de hilera y numero de palma

Figura 6. **Palma identificada para muestreo general**



Fuente: Naturaceites, S. A.

- Introducir el barreno helicoidal en el suelo para extraer muestra de una profundidad de 0-20 centímetros, extraer dicho suelo y colocarlo en el costal con su identificación correspondiente. Esta actividad se realiza en el área de plateo de la palma.
- En años múltiplos de 5 (2005, 2010, 2015, sucesivamente) introducir el barreno para extraer muestra de una profundidad de 20 a 40 centímetros y colocar el suelo en el costal correspondiente.
- Entregar las muestras y los formatos al encargado de nutrición vegetal para su posterior traslado al área de recepción de muestras del laboratorio agrícola.



### 3. DISEÑO METODOLÓGICO

#### 3.1. Variables

En la tabla I se presentan las variables involucradas en la implementación de la nueva metodología y su clasificación por el tipo de variable, por otro lado en la tabla II se presenta la variable a manipular en esta investigación y su rango de variación:

Tabla I. **Variables del método**

<b>Variable</b>	<b>Independiente</b>	<b>Dependiente</b>	<b>Constante</b>	<b>No constante</b>
Núm. de regiones	X		X	
Núm. de lotes por región		X		X
Núm. de muestras		X		X
Concentración de fósforo		X		X
Concentración de potasio		X		X
Concentración de calcio		X		X
Concentración de magnesio		X		X
Concentración de estándares para curvas de calibración del ICP	X		X	

Fuente: elaboración propia.

Tabla II. **Variables a manipular**

<b>Núm.</b>	<b>Variable</b>	<b>Dimensional</b>	<b>Rango de variación</b>
1	Método de extracción de nutrientes del suelo	--	1-2
2	Condiciones del espectrofotómetro (método)	--	1-2

Fuente: elaboración propia.

### **3.2. Delimitación del campo de estudio**

Este trabajo de investigación se desarrolló en el Laboratorio Químico de Análisis de Suelos y Foliare, NaturAlab de la empresa Naturaceites, S. A., en donde se implementó una nueva metodología de análisis de suelos y se compararon los resultados con el utilizado actualmente.

### **3.3. Recursos humanos disponibles**

Para la realización de este trabajo de investigación los recursos humanos disponibles son los siguientes:

- Investigador: José Carlos Boanerges Leppe de León
- Encargado: Ing. Agr. César Luis Chávez
- Asesor: Inga. Adela María Marroquín González
- Asesor-supervisor: Inga. Lorena Victoria Pineda Cabrera
- Auxiliares del laboratorio

### **3.4. Recursos materiales disponibles**

En la realización de esta investigación se emplearon diferentes equipos, cristalería y reactivos, los cuales fueron proporcionados en su totalidad por NaturAlab, en donde se implementó el método.

#### **3.4.1. Equipo**

El equipo utilizado para la preparación de las muestras y cuantificación de los nutrientes del suelo son los siguientes:

- Agitadora orbital marca Tecnal
- Aparato separador de resinas marca Tecnal
- Panel de recuperación de resinas marca Tecnal
- Espectrofotómetro ICP-OES Optima 8300 marca Perkin Elmer

#### **3.4.2. Cristalería y materiales**

Para la preparación de soluciones y los extractos que son leídos en el espectrofotómetro, resultantes de la preparación de muestras de suelo, se utilizaron los siguientes materiales y cristalería:

- *Beakers* de 100, 250 y 1 000 mililitros
- Pipetas volumétricas y pipeteadores de 50 mililitros
- Pipetas automáticas de 1, 5 y 10 mililitros
- Balones volumétricos de 50 y 1 000 mililitros
- Probeta de 100 mililitros
- Bolas de vidrio con 2 centímetros de diámetro
- Envases plásticos de 75 mililitros

- Bandejas de espuma de poliestireno
- Cuchara medidora para muestras de suelo de 2,5 centímetros cúbicos
- Cuchara medidora para resina de 2,5 centímetros cúbicos con fondo de malla de poliéster
- Varillas de vidrio y de plástico
- Tamiz núm. 40
- Piseta plástica de 250 mililitros
- Pichel plástico de 2 litros
- Papel filtro Whatman núm. 2
- Papel *parafilm*
- Tubos de ensayo de plástico de 15 mililitros

### **3.4.3. Reactivos**

Para realizar la extracción y cuantificación de los nutrientes de interés del suelo con la metodología implementada se utilizaron los siguientes reactivos:

- Resina de intercambio aniónico tipo base fuerte
- Resina de intercambio catiónico tipo ácido fuerte
- Ácido clorhídrico (HCl) para análisis
- Hidróxido de sodio (NaOH) para análisis
- Cloruro de amonio (NH<sub>4</sub>Cl) para análisis
- Bicarbonato de sodio (NaHCO<sub>3</sub>) para análisis
- Fosfato monobásico de potasio (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) para análisis
- Cloruro de calcio dihidratado (CaCl<sub>2</sub> \* 2H<sub>2</sub>O) para análisis
- Sulfato de magnesio heptahidratado (MgSO<sub>4</sub> \* 7H<sub>2</sub>O) para análisis
- Estándares para ICP de P, K, Ca y Mg de 1 000 partes por millón
- Gases para el ICP: argón, nitrógeno y aire comprimido

### **3.5. Técnicas cuantitativas y cualitativas**

Las técnicas cuantitativas y cualitativas utilizadas para la implementación del Método de Extracción por Resinas de Intercambio Iónico y la cuantificación de nutrientes en muestras de suelo, los niveles de control a establecer para el método y las comparaciones a realizar entre métodos, se definen a continuación:

- Medición por espectroscopía ICP-OES de la concentración de fósforo, potasio, calcio y magnesio en extractos de muestras de suelo por duplicado de diferentes plantaciones de palma de aceite preparados con el Método de Extracción por Resinas de Intercambio Iónico.
- Determinación de la diferencia porcentual entre la extracción de fósforo del método implementado, resinas de intercambio iónico, y el método utilizado como análisis de rutina, Mehlich 3 para comparar las cantidades extraídas de este elemento por cada uno de los métodos.
- Construcción de gráficos de control para la concentración de fósforo en muestras control extraído mediante el método de extracción por resinas de intercambio iónico y cuantificación por ICP-OES.
- Determinación de la metodología que resulta más rentable para el laboratorio a partir de un análisis económico
- Estimación del impacto económico que tiene la implementación del Método de Extracción por Resinas de Intercambio Iónico en sustitución del Método Mehlich 3 en los costos de fertilización.

- Elaborar un manual de procedimiento de preparación de muestras como resultado de la implementación del método de extracción de fósforo, potasio, calcio y magnesio por resinas de intercambio iónico, en el cual se incluya la preparación de soluciones y otros aspectos importantes, según el método estandarizado por el Instituto Agronómico de Campinas, Brasil.

### **3.6. Recolección y ordenamiento de la información**

Es importante destacar que el muestreo del suelo y la preparación de las muestras no están comprendidos entre las actividades a realizar en esta investigación, puesto que dentro de la organización existe un departamento encargado de ello. El muestreo está a cargo del Departamento Técnico Agrícola de NaturAceites, S. A. y es realizado de acuerdo al *Manual de medición de parámetros y toma de muestras*, desarrollado por ellos mismos para la toma de muestras de suelo, basados en procedimientos estandarizados. Este método está ampliamente desarrollado en el marco teórico del presente informe (véase sección 2.6)

Las muestras de suelo utilizadas para esta investigación ingresaron al laboratorio con perfil 0-20 (profundidad de muestreo de 0 a 20 centímetros), correspondientes al muestreo general. Al ser recibidas son preparadas en el Área de Secado, Molido y Tamizado, en donde se realizan estas actividades como preparación previa al análisis.

Cada uno de los procedimientos para realizar las mediciones especificadas en las diferentes técnicas cuantitativas, con los cuales se generarán los datos necesarios para la investigación, es detallado a continuación:

### **3.6.1. Medición de concentraciones de fósforo, potasio, calcio y magnesio en muestras de suelo**

Para la medición de las concentraciones de los nutrientes en el suelo, se debe preparar cada muestra cómo se detalla a continuación, basados en el método estandarizado por el Instituto Agronómico de Campinas, Brasil:

- Agregar 2,5 centímetros cúbicos de muestra de suelo en el envase plástico.
- Agregar 25 mililitros de agua y una bola de vidrio a cada muestra.
- Tapar los frascos y agitar a 220 revoluciones por minuto durante 15 minutos para promover la desintegración del suelo.
- Retirar la bola de vidrio lavando con un poco de agua y agregar 2,5 centímetros cúbicos de mezcla de resinas.
- Tapar el frasco y agitar durante 16 horas a 220 revoluciones por minuto.
- Abrir los frascos después de la larga agitación y transferir con un chorro de agua la suspensión de suelo y resina a los tamices del separador de resinas.
- Voltar los tamices sobre los embudos del separador de resinas y agregar 50 mililitros de solución extractora de cloruro de amonio en ácido clorhídrico.
- Dejar en reposo 30 minutos, tapar y agitar una hora a 220 revoluciones por minuto.
- Filtrar los extractos con papel filtro núm. 2 y colocarlos en los tubos de ensayo de plástico.
- Colocar los tubos de ensayo en las gradillas y llevar al ICP.
- Programar el método de resinas en el ICP y comenzar el análisis.
- Al terminar el análisis copiar los datos proporcionados por el equipo.

### **3.6.2. Comparación de la extracción de fósforo realizada por ambos métodos**

Para comparar la extracción de fósforo realizada por ambos métodos, será necesario recurrir a la base de datos de las muestras analizadas con el Método Mehlich 3 y se realizará el siguiente procedimiento:

- Realizar un promedio de las concentraciones de fósforo para cada muestra.
- Realizar un promedio de las concentraciones de fósforo por región.
- Determinar la diferencia de concentración de fósforo extraído con resinas de intercambio iónico y el extraído por Mehlich 3.
- Determinar el porcentaje de extracción de fósforo con resinas de intercambio iónico sobre la extracción de fósforo por Mehlich 3.

### **3.6.3. Datos de muestras de suelo control**

La construcción de un gráfico control para la concentración de fósforo en muestras de suelo control, debe ser realizado mediante el análisis de estas por el Método de Resinas. A continuación se describe la manera en la que deben ser tomados los datos de la muestra control:

- Colocar 10 muestras control entre las muestras que serán analizadas mediante el Método de Extracción por Resinas de Intercambio Iónico.
- Realizar la preparación de estas muestras de igual forma que se realiza para las demás, como está descrito en el procedimiento anterior.
- Analizar los extractos mediante el espectrofotómetro ICP-OES.
- Recolectar los datos de concentración de fósforo en muestras control.
- Repetir el procedimiento otras 2 veces en diferentes días.

#### **3.6.4. Costos por análisis**

El análisis económico para determinar qué metodología es más rentable para el laboratorio, será realizado mediante un análisis de inversión, por medio del Valor Actual Neto (VAN). Para realizarlo será necesario lo siguiente:

- Definir la inversión inicial (equipos, entre otros).
- Definir gastos mensuales (reactivos, mano de obra, otros insumos).
- De ser posible, definir ingresos por método, suponiendo un número igual de muestras por analizar.
- Realizar el cálculo del VAN utilizando la función para este fin del programa Microsoft Excel, para un período de tiempo igual para ambos métodos.

#### **3.6.5. Costos de fertilización**

Se obtienen mediante el cálculo de la cantidad de fertilizante que es necesario agregar para llevar al suelo a los niveles óptimos de los diferentes nutrientes, a continuación se describe la manera en la que se obtienen:

- Determinar la diferencia entre el nivel óptimo de cada nutriente en el suelo y el reportado según el análisis de las muestras.
- Elegir el tipo de fertilizante a utilizar como fuente de cada elemento necesario y calcular según la proporción que contenga de cada elemento, cuál es la cantidad necesaria de fertilizante a utilizar.
- Determinar el costo de la cantidad de fertilizante a utilizar por cada una de las regiones de plantaciones de palma de aceite.
- Realizar el procedimiento para los resultados de ambos métodos.

### 3.7. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

Todos los datos que se tomaron en las mediciones realizadas durante el desarrollo experimental de la investigación, fueron tabulados en las tablas que se muestran a continuación:

Tabla III. **Concentraciones de nutrientes en muestras de suelo de la región I**

	Núm. de muestra	P (ppm)		K (cmol <sup>+</sup> /L)		Ca (cmol <sup>+</sup> /L)		Mg (cmol <sup>+</sup> /L)	
		Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2
<b>Región I</b>	1								
	2								
	3								
	4								
	5								
	6								
	7								
	8								
	9								
	10								
	11								
	12								
	13								
	14								
	15								
	16								
	17								
	18								
	19								
	20								

Fuente: elaboración propia.

Tabla IV. **Concentración de nutrientes en muestras de suelo de la región II**

Región II	Núm. de muestra	P (ppm)		K (cmol <sup>+</sup> /L)		Ca (cmol <sup>+</sup> /L)		Mg (cmol <sup>+</sup> /L)	
		Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2
	1								
	2								
	3								

Fuente: elaboración propia.

Tabla V. **Concentración de nutrientes en muestras de suelo de la región III**

Región III	Núm. de muestra	P (ppm)		K (cmol <sup>+</sup> /L)		Ca (cmol <sup>+</sup> /L)		Mg (cmol <sup>+</sup> /L)	
		Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2
	1								
	2								
	3								
	4								
	5								
	6								
	7								
	8								
	9								
	10								
	11								
	12								
	13								

Fuente: elaboración propia.

Tabla VI. **Concentración de nutrientes en muestras control**

<b>Fecha</b>	<b>Núm. de muestra</b>	<b>P (ppm)</b>	<b>K (cmol<sup>+</sup>/L)</b>	<b>Ca (cmol<sup>+</sup>/L)</b>	<b>Mg (cmol<sup>+</sup>/L)</b>
Día 1	1				
	2				
	3				
	4				
	5				
	6				
	7				
	8				
	9				
	10				
Día 2	1				
	2				
	3				
	4				
	5				
	6				
	7				
	8				
	9				
	10				
Día 3	1				
	2				
	3				
	4				
	5				
	6				
	7				
	8				
	9				
	10				

Fuente: elaboración propia.

Tabla VII. **Porcentaje de extracción de fósforo extraído por resinas sobre el extraído por Mehlich 3**

	Núm. de muestra	Fósforo extraído con resinas (ppm)	Fósforo extraído con Mehlich 3 (ppm)	Diferencia entre resinas y Mehlich 3	Porcentaje de extracción de resinas sobre Mehlich 3
Núm. de región	1				
	2				
	3				
	4				
	5				
	6				
	7				
	8				
	n				

Fuente: elaboración propia.

Tabla VIII. **Flujo de caja del análisis de suelo**

Flujos	Años			
	0	1	2	3
Inversión				
Total de egresos				
Flujo de caja				

Fuente: elaboración propia.

### 3.8. Análisis estadístico

Los parámetros estadísticos utilizados en el análisis de los resultados son la media aritmética, desviación estándar y se realizaron 2 análisis de varianza para determinar si hay diferencia entre los métodos de extracción de fósforo, potasio, calcio y magnesio en muestras de suelo y para comparar el comportamiento de los mismos metales en 3 diferentes regiones de plantaciones de palma de aceite.

#### 3.8.1. Media aritmética

Se calculó la media aritmética para las concentraciones de nutrientes en cada región, los cuales pueden observarse en los datos calculados, con la siguiente ecuación:

$$\bar{x} = \frac{\sum_0^i x_i}{n} \quad [\text{Ec. Núm. 3}]^{20}$$

En donde:

$\bar{x}$  = media aritmética

$x_i$  = dato *i*ésimo

$n$  = número de datos

#### 3.8.2. Desviación estándar

Para un conjunto de datos, la desviación estándar se determina a partir de la siguiente ecuación:

---

<sup>20</sup> MILLER, James; Miller. *Estadística y quimiometría*. p. 21.

$$s = \sqrt{\sum_i \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad [\text{Ec. Núm. 4}]^{21}$$

En donde:

s = desviación estándar

$\bar{x}$  = media aritmética

$x_i$  = dato *i*ésimo

n = número de datos

### 3.8.3. Análisis de varianza

Los análisis de varianza que se realizan son 2, uno para determinar si existe diferencia entre los métodos de extracción utilizados y otro para determinar si existe diferencia entre el comportamiento de los nutrientes entre regiones de plantación. El análisis de varianza que se utiliza es de 2 factores, en el primer caso el método de extracción y las concentraciones de nutrientes; para el segundo caso los factores son las diferentes regiones de plantaciones y la concentración de los nutrientes en el suelo.

En un análisis de varianza de 2 factores se pretende comprobar en qué grado las diferencias que se encuentran entre las variables dependientes se explican por las diferencias entre los tratamientos. También permite estudiar simultáneamente los efectos de 2 fuentes de variación. En este caso se tienen varias observaciones para cada muestra. El análisis se realizará basándose en las siguientes fórmulas:

---

<sup>21</sup> MILLER, James; Miller. *Estadística y quimiometría*. p. 22.

Tabla IX. **Análisis de varianza de dos factores con n réplicas**

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F calculada
<b>Factor A (tratamientos)</b>	$SSA = \frac{1}{bn} \sum_{i=1}^a T_i^2 - \frac{T_{..}^2}{N}$	$a - 1$	$s_1^2 = \frac{SSA}{a - 1}$	$\frac{s_1^2}{s^2}$
<b>Factor B (bloques)</b>	$SSB = \frac{1}{an} \sum_{j=1}^b T_j^2 - \frac{T_{...}^2}{N}$	$(b - 1)$	$s_2^2 = \frac{SSB}{(b - 1)}$	$\frac{s_2^2}{s^2}$
<b>Interacción de dos factores AB</b>	$SS(AB)$	$(a - 1)(b - 1)$	$s_3^2 = \frac{SS(AB)}{(a - 1)(b - 1)}$	$\frac{s_3^2}{s^2}$
<b>Error</b>	$SS(E)$	$ab(n - 1)$	$s^2 = \frac{SSE}{ab(n - 1)}$	
<b>Total</b>	$SST$	$abn - 1$		

Fuente: WALPOLE, Ronald E. *Probabilidad y Estadística*. p. 569.

En donde:

T = suma de las N observaciones

$T_{i..}$  = suma de las observaciones para el i-ésimo nivel del factor A

$T_{.j.}$  = suma de las observaciones para el j-ésimo nivel del factor B

n = número de repeticiones

N = número total de observaciones

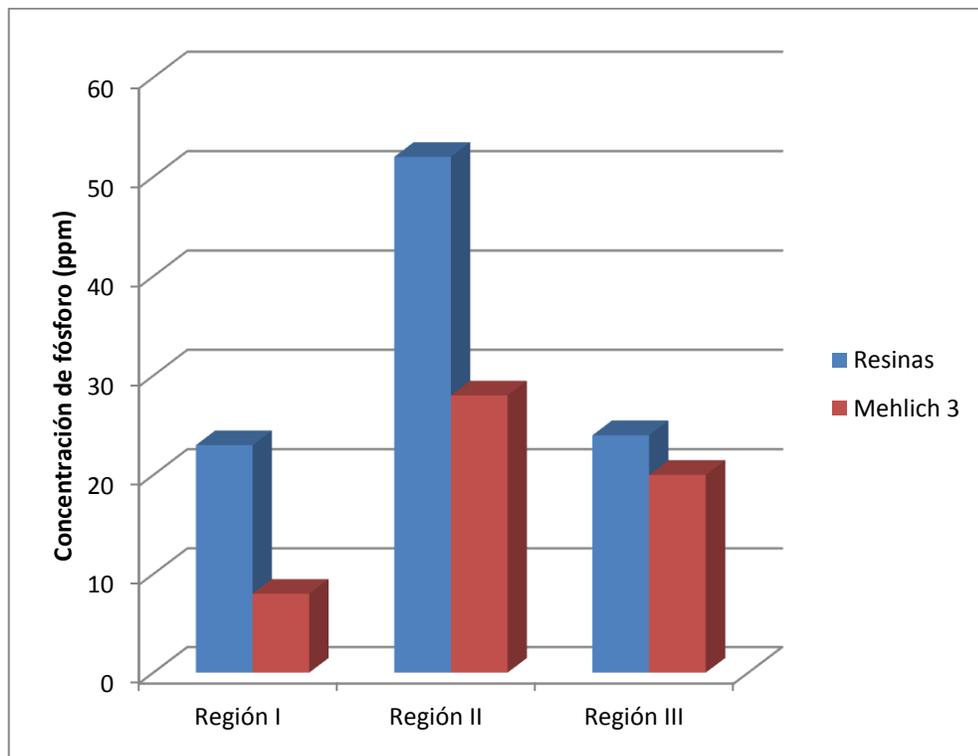
a = número de tratamientos

b = número de bloques

## 4. RESULTADOS

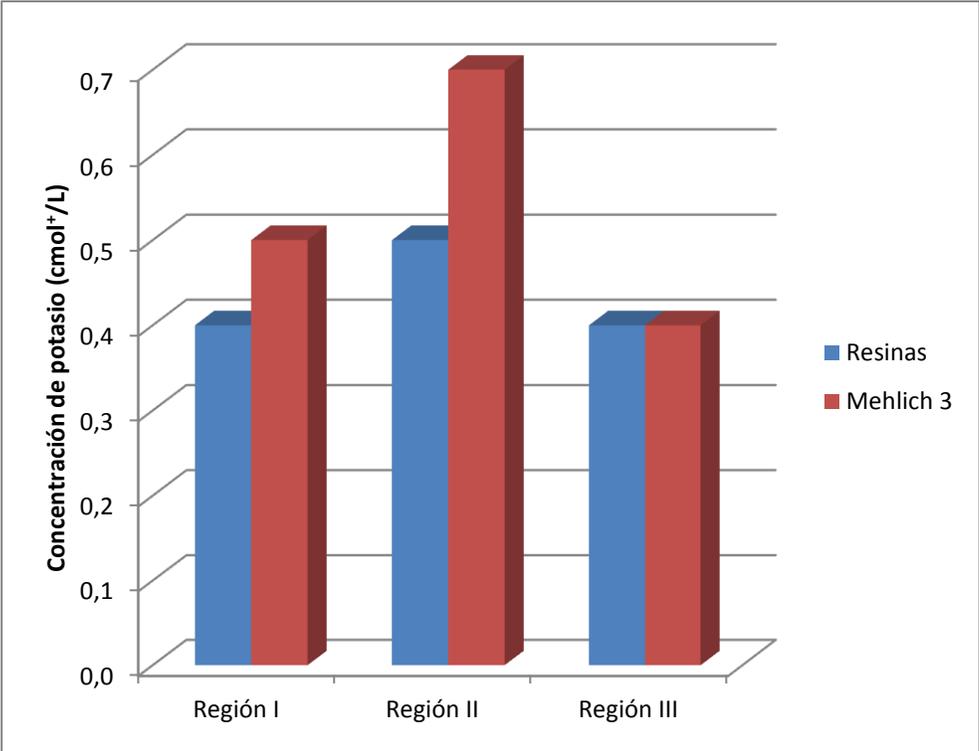
A continuación se muestran las gráficas y tablas de los resultados obtenidos a partir de las mediciones realizadas para la implementación del Método de Resinas y su comparación con el Método de Mehlich 3.

Figura 7. **Gráfica comparativa entre la extracción promedio de fósforo por resinas de intercambio iónico y Mehlich 3**



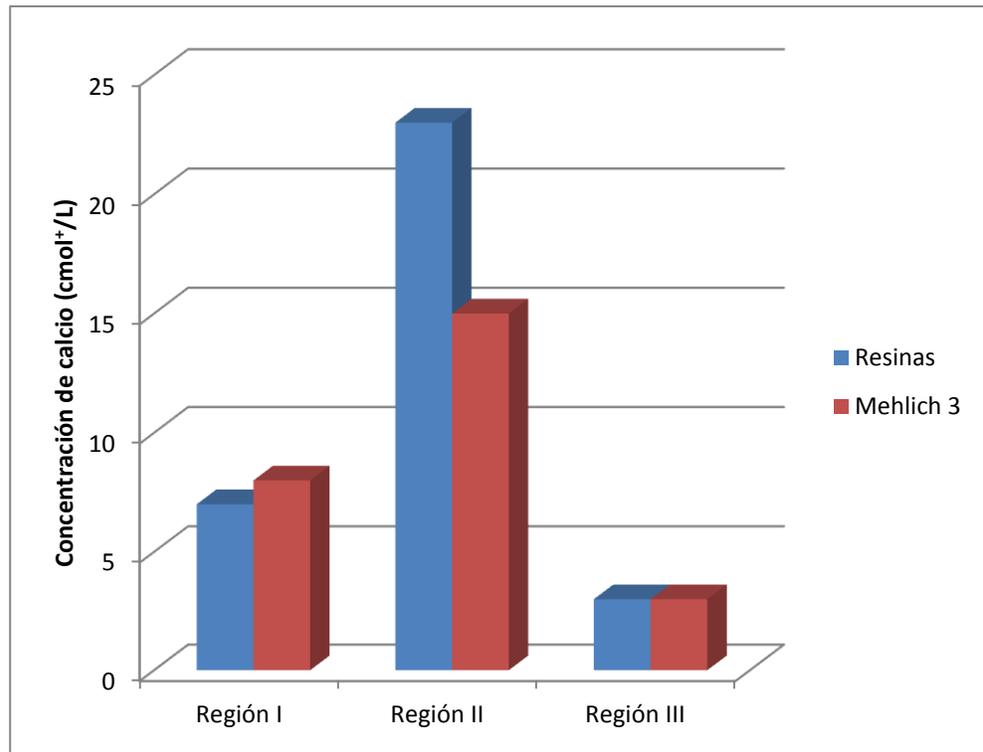
Fuente: análisis estadístico, apéndice.

Figura 8. **Gráfica comparativa entre la extracción promedio de potasio por resinas de intercambio iónico y Mehlich 3**



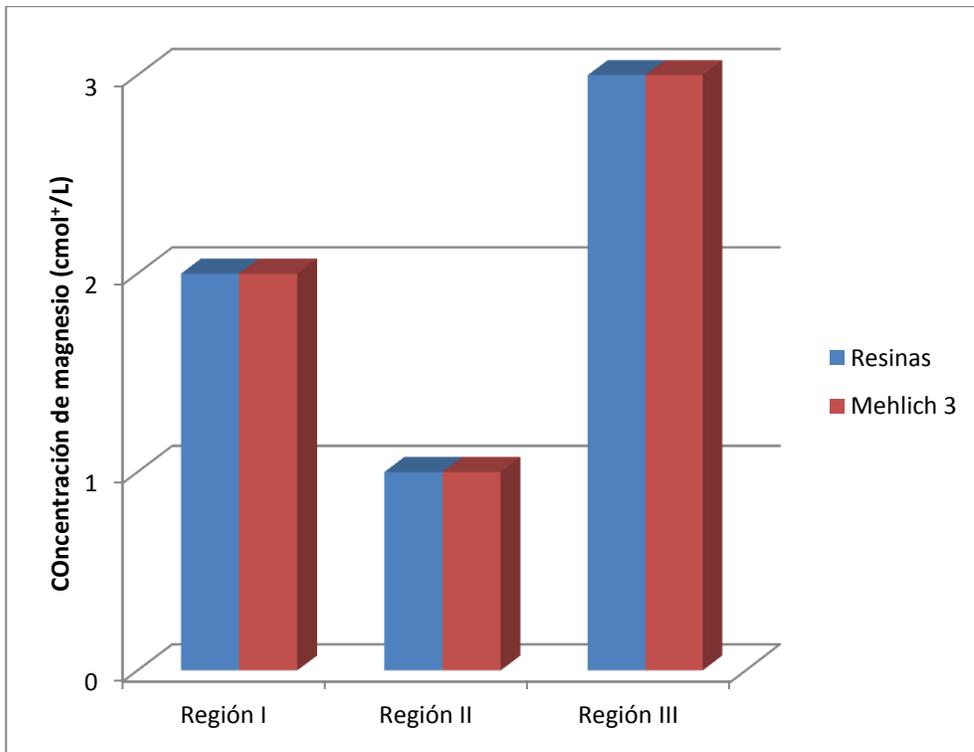
Fuente: análisis estadístico, apéndice.

Figura 9. **Gráfica comparativa entre la extracción promedio de calcio por resinas de intercambio iónico y Mehlich 3**



Fuente: análisis estadístico, apéndice.

Figura 10. **Gráfica comparativa entre la extracción promedio de magnesio por Resinas de intercambio iónico y Mehlich 3**



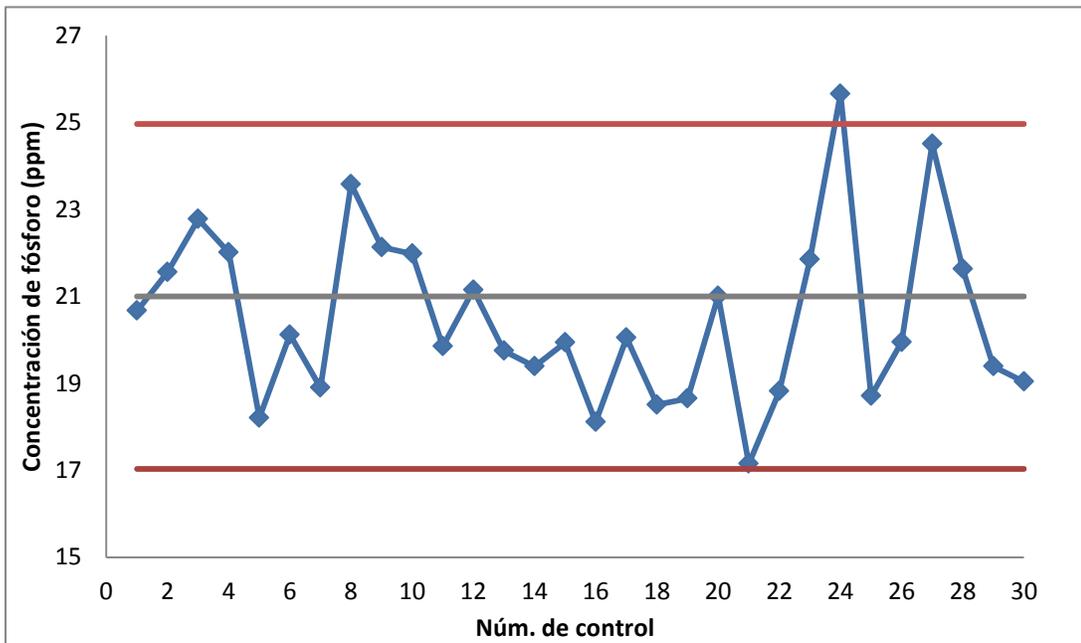
Fuente: análisis estadístico, apéndice.

Tabla X. **Diferencia porcentual de las extracciones entre resinas de intercambio iónico y Mehlich 3**

	Diferencias porcentuales entre resinas y Mehlich 3 (%)			
	P (ppm)	K (cmol <sup>+</sup> /L)	Ca (cmol <sup>+</sup> /L)	Mg (cmol <sup>+</sup> /L)
<b>Región I</b>	235	-0,03	-10,3	-8,8
<b>Región II</b>	141	-32,6	62,9	-5,1
<b>Región III</b>	104	1,0	17,1	47,8

Fuente: análisis estadístico, apéndice.

Figura 11. **Gráfico de control para la concentración de fósforo en suelo control analizado con la extracción por resinas de intercambio iónico**



Fuente: datos originales, apéndice.

Tabla XI. **Comparación de concentración de nutrientes extraídos con resinas de intercambio iónico en tres plantaciones**

	<b>P (ppm)</b>	<b>K (cmol<sup>+</sup>/L)</b>	<b>Ca (cmol<sup>+</sup>/L)</b>	<b>Mg (cmol<sup>+</sup>/L)</b>
<b>Región I</b>	23	0,4	7	2
<b>Región II</b>	52	0,5	23	1
<b>Región III</b>	24	0,4	3	3

Fuente: análisis estadístico, apéndice.

Tabla XII. **Comparación de Valor Actual Neto (VAN)**

	<b>Extracción por Mehlich 3</b>	<b>Extracción por Resinas de intercambio iónico</b>
<b>VAN (\$)</b>	- 420 847,61	- 441 243,91

Fuente: datos calculados, apéndice.

Tabla XIII. **Costo estimado de fertilización por hectárea**

	<b>Costo de fertilización por hectárea (\$/ha)</b>	
	<b>Mehlich 3</b>	<b>Resinas de intercambio iónico</b>
<b>Región I</b>	452,00	238,00
<b>Región II</b>	105,00	48,00
<b>Región III</b>	175,00	105,00

Fuente: datos calculados, apéndice.

## 5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

En los resultados se muestra la extracción promedio de fósforo, potasio, calcio y magnesio por 2 métodos diferentes de análisis de suelo, cuantificados por espectrofotometría ICP-OES en 3 distintas regiones de plantación de palma de aceite; los porcentajes promedio de extracción para los mismos elementos por resinas de intercambio iónico sobre la extracción por Mehlich 3 para los mismos elementos; un gráfico de control para la concentración de fósforo en suelo control analizada con el Método de Resinas y además los resultados del Valor Actual Neto para los 2 métodos de análisis de suelo y una estimación del costo de fertilización que tiene el uso de los resultados de cada método.

La figura 7 muestra el promedio de fósforo extraído por región por cada uno de los métodos. Se observa que en las 3 regiones se extrajo mayor cantidad de fósforo con el Método de Resinas de intercambio iónico que con Mehlich 3. La figura 8 muestra la misma comparación para el caso del potasio, en la cual se observa que en la región I y II la extracción promedio por Mehlich 3 es mayor que la realizada por resinas, sin embargo es igual para la región III. En el caso del calcio (figura 9) en la región I, la extracción promedio es mayor con Mehlich 3, en la región II es mayor con resinas y en la región III es igual para ambos métodos. Por último en el caso del magnesio (figura 10) se observa en las 3 regiones que la extracción promedio es igual con ambos métodos.

Se realizó un análisis de varianza para determinar si existía diferencia significativa en la extracción de fósforo, calcio, magnesio y potasio con resinas de intercambio iónico y Mehlich 3. El análisis de varianza muestra para las variaciones entre métodos un valor del parámetro de Fischer calculado igual a

1,575, menor al valor tabulado con 0,95 de aceptabilidad y un grado de libertad, el cual es igual a 3,238, por lo cual se acepta la hipótesis nula, véase apéndice 21. En base a ello se determinó que no existe diferencia significativa entre las extracciones para fósforo, potasio, calcio y magnesio por el Método de Resinas de intercambio iónico y la realizada con Mehlich 3 para los mismos metales.

Por cada muestra analizada se determinó un porcentaje de cuánto fue extraído por resinas de intercambio iónico (más o menos, según sea el caso) sobre lo extraído con Mehlich 3 para cada elemento. En la tabla X se puede observar que únicamente en el caso del fósforo el porcentaje promedio por región fue positivo. En el caso del potasio, calcio y magnesio en la región I y II existen extracciones negativas, es decir que Mehlich 3 extrajo más de estos elementos que el método de resinas en la mayoría de muestras analizadas. En la región III es la única en donde la extracción por resinas presenta porcentajes de extracción positivos.

Como parte de la implementación de la metodología de extracción por resinas de intercambio iónico se realizó un *Manual de Procedimiento para la Preparación de Muestras de Suelo con Resinas de Intercambio Iónico*, el cual puede encontrarse en los anexos, este contiene todos los lineamientos para preparar las muestras, la mezcla de resinas y las soluciones que se utilizan. Además se realizó un gráfico de control para la concentración de fósforo en el suelo control para esta metodología. En la figura 11 se observa el cambio de concentración de este elemento en diferentes muestras de suelo control. Se fijan como límites de control superior e inferior para esta metodología, 25 y 17 partes por millón respectivamente, con ello hay un único punto que queda fuera del control del gráfico, el cual tiene una causa atribuible. Se trabajarán con estos límites para mantener bajo control de calidad los resultados de las muestras que el laboratorio analiza con este método, por cada 9 muestras

analizadas se incluirá una muestra control y si el resultado de este se encuentra por debajo o por arriba de los límites fijados la corrida completa deberá repetirse.

La tabla XI muestra el promedio de la concentración de los elementos cuantificados en las muestras de cada región, utilizando el Método de Resinas de Intercambio Iónico. En el caso de fósforo, la región II tiene la mayor concentración, 52 partes por millón, y la región I la menor, únicamente una parte por millón menor que en la región III, 23 y 24 respectivamente. La concentración de potasio es igual en la región I y III, 0,4 centimol carga por litro y de 0,5 en la región II. La concentración de calcio es por mucho, mayor en la Región II y menor en la región III. Por último en el caso del magnesio no existe mayor diferencia en la concentración, pues es de 2, 1 y 3 centimol carga por litro en las regiones I, II y III, respectivamente.

Se realizó un análisis de varianza para determinar si existía diferencia significativa entre el comportamiento de las concentraciones de nutrientes por región. El análisis de varianza muestra para las variaciones entre regiones un valor del parámetro de Fischer calculada igual a 2,377, menor al valor tabulado con 0,95 de aceptabilidad y 2 grados de libertad, el cual es igual a 5,143 por lo cual se acepta la hipótesis nula, véase apéndice 21. En base a ello se determinó que no existen diferencias significativas entre el comportamiento de nutrientes en el suelo entre estas 3 regiones de plantaciones de palma de aceite.

Con el fin de comparar ambos métodos de análisis de suelo se estudió cuál resulta más rentable para NaturAlab. Debido a la situación de la empresa no fue posible recabar todos los datos necesarios para realizar el análisis de inversión adecuado, por lo tanto esta comparación se realizó en base al VAN de

cada uno tomando en cuenta únicamente los egresos, de manera que el más rentable corresponde al del valor menos negativo. En la tabla XII se muestra que Mehlich 3 tiene el menor valor negativo con - \$ 420 847,61, lo cual significa que es la mejor alternativa de inversión.

Sin embargo se puede observar en la tabla XIII que al implementar el Método de Extracción por Resinas de Intercambio Iónico y utilizar los resultados para el diagnóstico de fertilidad de suelos y la posterior recomendación de fertilización, el costo de fertilización por hectárea de suelo en las regiones I, II y III se reduce en 214, 57 y 70 dólares respectivamente. Al considerar las grandes extensiones de las plantaciones el ahorro en fertilización es significativo, es por ello que se concluye que el uso de esta metodología presenta más beneficios para la empresa que Mehlich 3, por lo tanto se recomienda su utilización en análisis de rutina.

## 6. LOGROS OBTENIDOS

Como resultado del Ejercicio Profesional Supervisado, la metodología de extracción por resinas de intercambio iónico quedó implementada correctamente en NaturAlab y se comenzó a utilizar como procedimiento de análisis de suelos para muestras especiales.

Como parte de la implementación de esta nueva metodología se desarrollaron manuales de procedimiento que abarcan todos los aspectos necesarios para hacer la extracción con resinas de intercambio. Esto incluye capacitación al personal para la realización de las soluciones utilizadas en el procedimiento, el uso de los equipos y preparación de muestras.

Además como parte importante para hacer los datos confiables se estableció un gráfico de control sobre concentración de fósforo en controles para verificar el funcionamiento del equipo, el desarrollo del método y la calidad de los resultados.

Por último se determinó que la metodología de resinas de intercambio iónico eleva los costos para el laboratorio, sin embargo resulta en un ahorro para la empresa al disminuir los costos de fertilización.



## CONCLUSIONES

1. Como resultado de la implementación del método de extracción de fósforo, potasio, calcio y magnesio con resinas de intercambio iónico se desarrolló un *Manual de Procedimiento para la Preparación de Muestras de Suelo por Resinas de Intercambio Iónico*, véase anexos.
2. La diferencia porcentual entre las extracciones de fósforo, potasio, calcio y magnesio entre resinas de intercambio iónico y Mehlich 3 en la región I es de: 235, -0,03, -10,3 y -8,8 respectivamente.
3. La diferencia porcentual entre las extracciones de fósforo, potasio, calcio y magnesio entre resinas de intercambio iónico y Mehlich 3 en la región II es de: 141, -32,6, 62,9 y -5,1 respectivamente.
4. La diferencia porcentual entre las extracciones de fósforo, potasio, calcio y magnesio entre resinas de intercambio iónico y Mehlich 3 en la región III es de: 104, 1, 17,1 y 47,8 respectivamente.
5. Los límites de control superior e inferior para el fósforo en la muestra de suelo control para el aseguramiento de la calidad de los resultados son de 25 y 17 partes por millón, respectivamente.

6. No existe diferencia significativa entre el comportamiento de la concentración promedio de fósforo, potasio, calcio y magnesio en suelo de las 3 regiones de plantaciones de palma de aceite de NaturAceites, S. A. para el análisis con resinas de intercambio iónico según el Análisis de Varianza realizado.
7. El método de análisis de suelo más rentable para NaturAlab considerando únicamente los egresos para el laboratorio es Mehlich 3 por presentar el Valor Actual Neto menos negativo, de \$ - 420 847,61.
8. El uso de los resultados del Método de Resinas de Intercambio Iónico para las recomendaciones de fertilización presenta una reducción de los costos de fertilización de al menos 70 dólares por hectárea de plantación y por lo tanto se considera más rentable para la empresa.

## RECOMENDACIONES

1. Realizar un análisis económico más detallado para determinar el verdadero impacto que tiene el uso de los resultados del análisis con resinas de intercambio iónico en los costos de fertilización.
2. Asegurarse de que las muestras que serán analizadas presenten el porcentaje humedad y el tamaño de partícula adecuados.
3. Al agregar la mezcla de resinas a cada muestra de suelo prestar mucha atención que esta sea homogénea, evitar la separación de las resinas.
4. Durante la preparación de las muestras con extracción por resinas de intercambio iónico, es importante cuidar los tiempos de lavado de las resinas y de agitación de muestras.
5. Mantener siempre húmeda la mezcla de resinas.
6. Validar la metodología de resinas de intercambio iónico utilizando muestras del Instituto Agronómico de Campinas, Brasil.
7. Establecer niveles críticos del Método de Resinas de Intercambio Iónico en campo.
8. En caso de no utilizar un espectrofotómetro ICP-OES realizar un análisis previo de las condiciones del método más óptimas para evitar contaminación e interferencias en la lectura.

9. Se recomienda el uso como análisis de rutina de suelo el Método de Extracción con Resinas de Intercambio Iónico para el análisis de fósforo, potasio, calcio y magnesio.

## BIBLIOGRAFÍA

1. ÁLVAREZ MONTERROSO, Byron Rodrigo. *Determinación de Iones Intercambiables de Suelo (P, K, Ca y Mg) en Regiones Cafetaleras de Guatemala, a través de Diferentes Métodos Analíticos*. Trabajo de graduación de Ing. Química. Universidad del Valle de Guatemala, Guatemala, 2011. 173 p.
2. GEANKOPLIS, Christie. *Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias*; Traducido del Inglés por Jorge Rodríguez Gonzales, 2a ed. México: Compañía Editorial Continental, S. A. de C. V.; 1995. 831 p.
3. GREEN, Don. *Perry's Chemical Engineers' Handbook*, 8a ed. Estados Unidos: McGraw-Hill, 2007. 2735 p.
4. MCCABE, Warren; SMITH, Julian; HARRIOT, Peter. *Operaciones unitarias en ingeniería química*. 4a ed. España: McGraw-Hill/Interamericana, 1991. 1112 p.
5. NEGRÍN MEDINA, Miguel Ángel. *Especiación de fósforo en suelos ándicos de las Islas Canarias*. Tesis doctoral. Universidad de Burgos, España, 2005. 229 p.

6. PALMA VARGAS, Gonzalo. *Uso de resinas de intercambio iónico para evaluar la disponibilidad de fósforo en suelos*. Trabajo de graduación de maestría. Instituto Interamericano de Ciencias Agrícolas de la OEA, Costa Rica, 1970. 111 p.
7. RAMOS DE OLIVEIRA, Vinicius. *Relatório de Estágio Supervisionado*. Centro Universitario de la Fundación Educacional de Barretos, Brasil, 2008. 20 p.
8. RAYMENT, George E; LYONS, David J. *Soil Chemical Methods – Australasia*. Australia, CSIRO Publishing, 2011. 495 p.
9. REDEL HEMBERGER, Yonathan David. *Fraccionamiento de fósforo en suelos volcánicos provenientes de ecosistemas agrícolas y forestales del centro sur de Chile*. Tesis doctoral. Universidad de la Frontera, Chile, 2007. 108 p.
10. SAMUELSON, Olof. *Ion Exchange Separations In Analytical Chemistry*. John Wiley & Sons. Nueva York, 1963. 474 p.
11. TREYBAL, Robert E. *Operaciones de Transferencia de Masa*. 2a ed. México: McGraw-Hill. 858 p.
12. VAN RAIJ, B.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A.; PROCHNOW, L. *Resina de intercambio iónico para determinar la disponibilidad de fósforo en el suelo*. *Informaciones Agronómicas*. Julio 2009, Núm. 74, p. 11-14

13. VAN RAIJ, B.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A.; PROCHNOW, L.  
*Análise Química para Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais.*  
Campinas, Instituto Agrônomo, 2001. 285 p.
14. WALPOLE, Myers & Myers. *Probabilidad y estadística para ingenieros.*  
Pearson education. 6a ed. México, 1999. 752 p.



## **APÉNDICES**



## DATOS ORIGINALES

Apéndice 1. Nutrientes extraídos con resinas en región I

	Núm. de muestra	P (partes por millón)		K (cmol <sup>+</sup> /L)		Ca (cmol <sup>+</sup> /L)		Mg (cmol <sup>+</sup> /L)	
		Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2
<b>Región I</b>	1	25	34	4,2	4,3	61	62	13	13
	2	21	22	3,6	3,6	74	78	14	14
	3	28	35	3,9	4,1	54	59	13	13
	4	26	29	2,2	2,1	386	285	20	19
	5	32	34	4,0	4,1	74	68	15	15
	6	30	25	5,0	3,2	61	46	26	19
	7	50	66	4,5	5,1	88	89	17	17
	8	29	27	5,2	4,4	58	56	13	13
	9	20	15	6,1	5,0	41	41	16	16
	10	23	30	6,4	4,9	116	100	26	26
	11	24	23	5,7	5,7	38	37	15	15
	12	13	14	4,9	5,2	50	54	10	10
	13	11	17	6,0	5,3	17	18	5	5
	14	13	18	4,7	5,3	24	24	7	7
	15	16	18	2,6	2,1	52	52	10	11
	16	7	6	2,0	1,9	22	19	7	6
	17	10	9	2,4	2,4	30	28	11	11
	18	6	10	4,3	4,2	29	28	12	11
	19	11	16	2,9	0,6	8	49	15	16
	20	37	35	3,1	2,9	176	169	41	40

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2. **Nutrientes extraídos con resinas en región II**

Región II	Núm. de muestra	P (partes por millón)		K (cmol <sup>+</sup> /L)		Ca (cmol <sup>+</sup> /L)		Mg (cmol <sup>+</sup> /L)	
		Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2
		1	15	17	1,6	1,2	492	326	7
2	58	72	5,9	6,5	130	148	10	11	
3	77	76	6,9	6,8	146	143	11	11	

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3. **Nutrientes extraídos con resinas en región III**

Región III	Núm. de muestra	P (ppm)		K (cmol <sup>+</sup> /L)		Ca (cmol <sup>+</sup> /L)		Mg (cmol <sup>+</sup> /L)	
		Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 1	Corrida 2
		1	18	17	4,1	4,2	4	3	2
2	44	39	3,3	2,7	4	3	3	2	
3	14	20	3,7	3,7	39	33	47	42	
4	16	18	3,5	3,4	63	64	67	68	
5	70	67	4,3	4,8	29	29	147	153	
6	7	3	6,0	6,2	7	7	6	6	
7	15	12	6,0	6,7	9	9	5	6	
8	28	31	1,5	1,5	97	102	63	67	
9	8	9	3,6	3,1	5	4	4	3	
10	17	17	4,0	4,1	12	7	5	5	
11	32	31	3,3	3,0	5	4	3	3	
12	36	26	1,9	2,0	138	121	74	77	
13	15	16	1,9	1,8	17	16	13	12	

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4. **Nutrientes extraídos con Mehlich 3 en región I**

<b>Región I</b>	<b>Núm. de muestra</b>	<b>P (ppm)</b>	<b>K (cmol<sup>+</sup>/L)</b>	<b>Ca (cmol<sup>+</sup>/L)</b>	<b>Mg (cmol<sup>+</sup>/L)</b>
	1	9	5,5	96	20
	2	5	4,2	99	20
	3	6	5,4	85	21
	4	5	5,4	273	20
	5	5	4,6	77	18
	6	7	4,8	71	30
	7	33	5,9	100	21
	8	16	3,3	57	12
	9	8	4,2	42	16
	10	13	8,1	109	27
	11	7	6,2	45	17
	12	4	5,4	58	11
	13	3	6,3	20	6
	14	7	4,7	24	6
	15	6	2,0	55	10
	16	3	1,1	18	5
	17	3	1,5	34	11
	18	3	3,0	30	11
	19	6	2,9	83	24
20	11	6,8	167	41	

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 5. **Nutrientes extraídos con Mehlich 3 en región II**

<b>Región II</b>	<b>Núm. de muestra</b>	<b>P (ppm)</b>	<b>K (cmol<sup>+</sup>/L)</b>	<b>Ca (cmol<sup>+</sup>/L)</b>	<b>Mg (cmol<sup>+</sup>/L)</b>
	1	6	4,7	252	7
	2	20	5,7	65	16
	3	58	10,7	128	9

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 6. **Nutrientes extraídos con Mehlich 3 en región III**

<b>Región III</b>	<b>Núm. de muestra</b>	<b>P (ppm)</b>	<b>K (cmol<sup>+</sup>/L)</b>	<b>Ca (cmol<sup>+</sup>/L)</b>	<b>Mg (cmol<sup>+</sup>/L)</b>
	1	32	3,0	4	3
	2	39	2,0	4	4
	3	5	1,8	12	6
	4	5	5,2	65	62
	5	11	6,8	31	162
	6	2	6,9	8	6
	7	23	6,4	10	5
	8	19	2,6	75	37
	9	10	3,2	4	3
	10	23	4,6	9	6
	11	68	2,9	5	4
	12	7	3,6	120	64
	13	20	2,1	18	14

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 7. **Muestras control para resinas de intercambio iónico**

Fecha	Núm. de muestra	P (ppm)	K (cmol <sup>+</sup> /L)	Ca (cmol <sup>+</sup> /L)	Mg (cmol <sup>+</sup> /L)
<b>Día 1</b>	1	21	3,0	17	8
	2	22	3,2	16	6
	3	23	3,2	17	7
	4	22	2,9	15	6
	5	18	2,8	15	7
	6	20	2,9	15	6
	7	19	3,1	15	6
	8	24	3,0	16	6
	9	22	3,2	17	7
	10	22	2,9	16	7
<b>Día 2</b>	1	20	3,0	17	7
	2	21	3,0	24	7
	3	20	3,0	17	6
	4	19	3,0	17	6
	5	20	3,2	17	7
	6	18	3,5	20	8
	7	20	2,8	16	6
	8	19	2,8	15	6
	9	19	3,0	17	7
	10	21	2,6	18	7
<b>Día 3</b>	1	17	2,6	15	6
	2	19	2,8	16	6
	3	22	2,9	17	7
	4	26	2,7	17	6
	5	19	2,8	17	6
	6	20	2,7	15	6
	7	25	2,8	17	6
	8	22	2,8	17	6
	9	19	2,9	17	6
	10	19	2,3	15	6

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 8. **Flujo de caja para Mehlich 3**

Flujos	Años (tasa: 4.75%)			
	0	1	2	3
Inversión	\$ 188 247,50			
Total de egresos	\$ 68 274,00	\$ 68 274,00	\$ 72 463,00	\$ 74 820,00
Flujo de caja	-\$ 68 274,00	-\$ 68 274,00	-\$ 72 463,00	-\$ 74 820,00

Fuente: NaturAlab, NaturAceites, S. A.

Apéndice 9. **Flujo de caja para resinas de intercambio iónico**

Flujos	Años (tasa: 4.75%)			
	0	1	2	3
Inversión	\$ 194 660,00			
Total de egresos	\$ 72 000,00	\$ 72 000,00	\$ 76 075,00	\$ 80 668,00
Flujo de caja	-\$ 72 000,00	-\$ 72 000,00	-\$ 76 075,00	-\$ 80 668,00

Fuente: NaturAlab, NaturAceites, S. A.

## DATOS CALCULADOS

Apéndice 10. **Porcentaje de extracción de resinas sobre Mehlich 3 en región I**

	Núm. de muestra	Fósforo extraído con resinas (ppm)	Fósforo extraído con Mehlich 3 (ppm)	Diferencia entre resinas y Mehlich 3	Porcentaje de extracción de resinas sobre Mehlich 3 (%)
<b>Región I</b>	1	30	9	21	233,3
	2	21	5	16	320,0
	3	32	6	26	433,3
	4	27	5	22	440,0
	5	33	5	28	560,0
	6	28	7	21	300,0
	7	58	33	25	75,8
	8	28	16	12	75,0
	9	18	8	10	125,0
	10	27	13	14	107,7
	11	24	7	17	242,9
	12	14	4	10	250,0
	13	14	3	11	366,7
	14	16	7	9	128,6
	15	17	6	11	183,3
	16	7	3	4	133,3
	17	9	3	6	200,0
	18	8	3	5	166,7
	19	14	6	8	133,3
	20	36	11	25	227,3

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 11. **Porcentaje de extracción de resinas sobre Mehlich 3 en región II**

<b>Región II</b>	<b>Núm. de muestra</b>	<b>Fósforo extraído con resinas (ppm)</b>	<b>Fósforo extraído con Mehlich 3 (ppm)</b>	<b>Diferencia entre resinas y Mehlich 3</b>	<b>Porcentaje de extracción de resinas sobre Mehlich 3</b>
	1	16	6	10	166,7
	2	65	20	45	225,0
	3	76	58	18	31,0

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 12. **Porcentaje de extracción de resinas sobre Mehlich 3 en región III**

<b>Región III</b>	<b>Núm. de muestra</b>	<b>Fósforo extraído con resinas (ppm)</b>	<b>Fósforo extraído con Mehlich 3 (ppm)</b>	<b>Diferencia entre resinas y Mehlich 3</b>	<b>Porcentaje de extracción de resinas sobre Mehlich 3</b>
	1	18	32	-14	-43,8
	2	42	39	3	7,7
	3	17	5	12	240,0
	4	17	5	12	240,0
	5	69	11	58	527,3
	6	5	2	3	150,0
	7	13	23	-10	-43,5
	8	29	19	10	52,6
	9	9	10	-1	-10,0
	10	17	23	-6	-26,1
	11	31	68	-37	-54,4
	12	31	7	24	342,9
	13	15	20	-5	-25,0

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 13. **Valor Actual Neto para dos metodologías de análisis de suelo**

	<b>Extracción por Mehlich 3</b>	<b>Extracción por Resinas de intercambio iónico</b>
<b>VAN (\$)</b>	- 420 847,61	- 441 243,91

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 14. **Costo de fertilización por cada método**

	<b>Costo de fertilización por hectárea (\$/ha)</b>	
	<b>Mehlich 3</b>	<b>Resinas de intercambio iónico</b>
<b>Región I</b>	452,00	238,00
<b>Región II</b>	105,00	48,00
<b>Región III</b>	175,00	105,00

Fuente: elaboración propia.

## ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Apéndice 15. **Promedio de extracción por región con resinas de intercambio iónico**

	<b>P (ppm)</b>	<b>K (cmol+/L)</b>	<b>Ca (cmol+/L)</b>	<b>Mg (cmol+/L)</b>
<b>Región I</b>	23	0,4	7	2
<b>Región II</b>	52	0,5	23	1
<b>Región III</b>	24	0,4	3	3

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 16. **Promedio de extracción por región con Mehlich 3**

	<b>P (ppm)</b>	<b>K (cmol+/L)</b>	<b>Ca (cmol+/L)</b>	<b>Mg (cmol+/L)</b>
<b>Región I</b>	8	0,5	8	2
<b>Región II</b>	28	0,7	15	1
<b>Región III</b>	20	0,4	3	3

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 17. **Porcentaje promedio de extracción de resinas sobre Mehlich 3**

	<b>Porcentaje de extracción de Resinas sobre Mehlich 3 (%)</b>			
	<b>P</b>	<b>K</b>	<b>Ca</b>	<b>Mg</b>
<b>Región I</b>	235	-0,03	-10,3	-8,8
<b>Región II</b>	141	-32,6	62,9	-5,1
<b>Región III</b>	104	1,0	17,1	47,8

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 18. **Promedio y desviación estándar de elementos extraídos con resinas en suelo control**

	<b>P (ppm)</b>	<b>K (cmol+/L)</b>	<b>Ca (cmol+/L)</b>	<b>Mg (cmol+/L)</b>
<b>Promedio</b>	21	2,9	17	6
<b>Desviación</b>	1,984	0,225	1,682	0,538

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 19. **Análisis de varianza para comparación entre métodos**

<b>Origen de las variaciones</b>	<b>Suma de cuadrados</b>	<b>Grados de libertad</b>	<b>Promedio de los cuadrados</b>	<b>F</b>
Métodos	102,92	1	102,92	1,57
Bloques	2 426,60	3	808,87	12,38
Interacción	213,43	3	71,14	1,09
Total	3 788,34	23		

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 20. **Análisis de varianza para comparación entre regiones**

<b>Origen de las variaciones</b>	<b>Suma de cuadrados</b>	<b>Grados de libertad</b>	<b>Promedio de los cuadrados</b>	<b>F</b>
Regiones	339,502	2	169,751	2,377
Elementos	2 025,523	3	675,174	9,454
Error	428,505	6	71,418	
<b>Total</b>	<b>2 793.529</b>	<b>11</b>		

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 21. **Comparación del parámetro de Fischer**

<b>Parámetro</b>	<b>Valor de F calculado</b>	<b>Valor de F tabulado con 0,95 de aceptabilidad</b>	<b>Hipótesis nula</b>	<b>Hipótesis alterna</b>
<b>Métodos</b>	1,575	3,238	Se Acepta	Se Rechaza
<b>Regiones</b>	2,377	5,143	Se Acepta	Se Rechaza

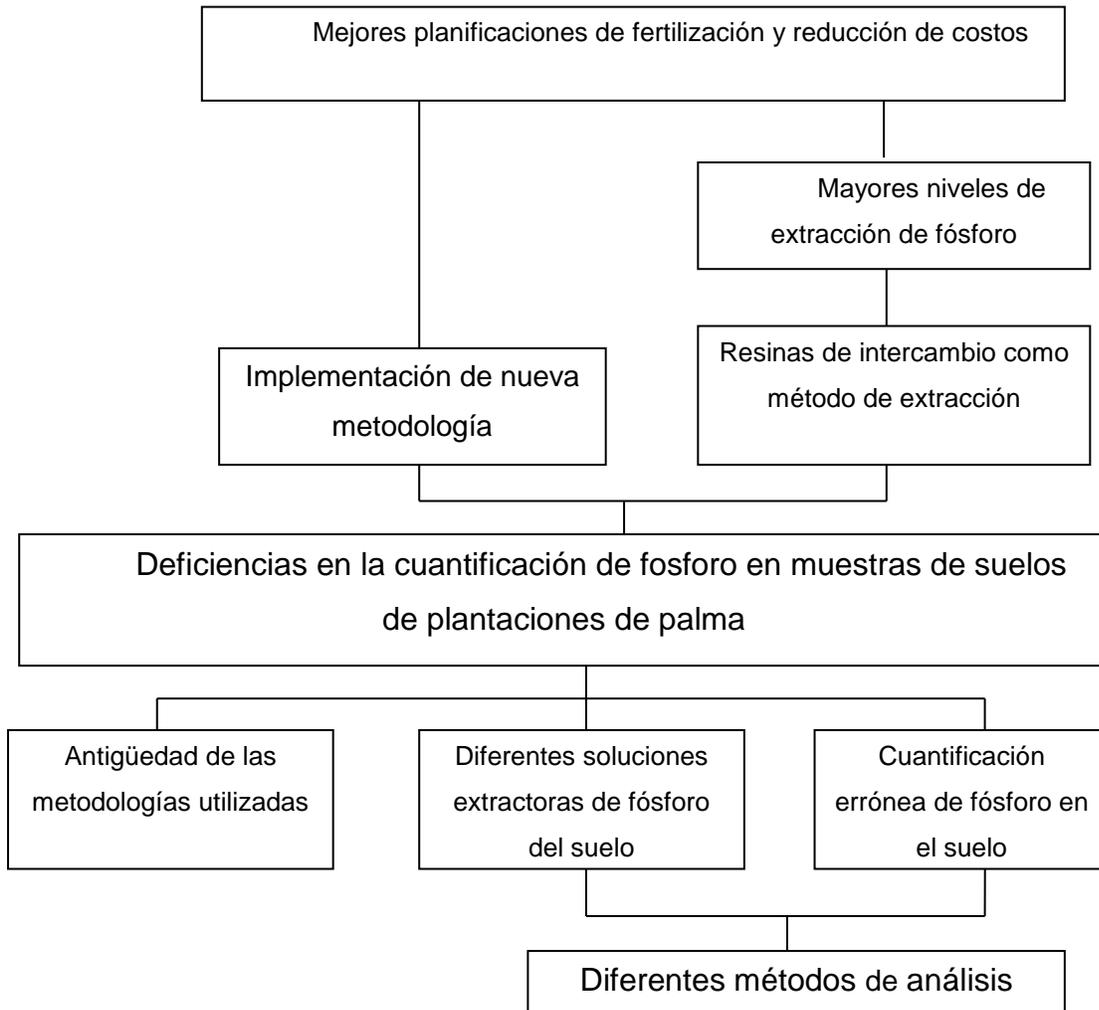
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 22. **Tabla de requisitos académicos**

Área	Cursos	Temas
Química	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Química 3</li> <li>• Análisis cuantitativo</li> <li>• Química ambiental</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Manejo de cristalería y equipo de laboratorio</li> <li>• Los métodos analíticos en el análisis cuantitativo</li> <li>• Manejo de datos estadísticos en el laboratorio</li> <li>• Ciclos biogeoquímicos</li> </ul>
Fisicoquímica	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Laboratorio de Fisicoquímica 1</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Adsorción e intercambio iónico</li> </ul>
Operaciones unitarias	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Transferencia de Masa (IQ-4)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Fundamentos de transferencia de masa</li> <li>• Extracción sólido - líquido</li> </ul>
Complementaria	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Estadística 1</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Medidas de tendencia central</li> </ul>

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 23. **Árbol de problemas**



Fuente: elaboración propia.

## **ANEXOS**



	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	1 de 14

<b>ÍNDICE</b>		
<b>Núm.</b>	<b>TEMA</b>	<b>PÁGINA</b>
<b>1</b>	Propósito y alcance	2
<b>2</b>	Comentario agronómico	2
<b>3</b>	Responsabilidades	2
<b>4</b>	Principio del método	3
<b>5</b>	Reactivos	3
<b>6</b>	Equipo y materiales	4
<b>7</b>	Preparación y mantenimiento de la mezcla de resinas	5
<b>8</b>	Preparación de soluciones estándar para calibración	10
<b>9</b>	Procedimiento de preparación de muestras	10
<b>10</b>	Diagrama de bloques	13
<b>11</b>	Puntos críticos	14
<b>12</b>	Referencias externas	14
<b>13</b>	Referencias internas	14

<b>ELABORÓ:</b>	<b>FECHA:</b>	<b>FIRMA:</b>
José Carlos Boanerges Leppe de León	27/01/2014	
<b>REVISÓ:</b>	<b>FECHA:</b>	<b>FIRMA:</b>
Cesar Luis Chávez	07/02/2014	
<b>APROBÓ:</b>	<b>FECHA:</b>	<b>FIRMA:</b>
César Luis Chávez	11/02/2014	

	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	2 de 14

## 1. PROPÓSITO Y ALCANCE

Este método se utiliza para la determinación de P, K, Ca y Mg en muestras de suelo, extraídos mediante resinas de intercambio iónico, elementos que serán cuantificados posteriormente por medio de ICP-OES.

## 2. COMENTARIO AGRONÓMICO

Existen diferentes metodologías para la determinación de fósforo disponible en el suelo basados en la extracción química. En los últimos años se han desarrollado nuevas metodologías que permiten cuantificar de mejor manera el fósforo disponible; una de estas metodologías es la de extracción por medio de resinas de intercambio iónico. Se ha demostrado que por medio de esta se logran determinar necesidades reales del suelo en cuanto a nutrientes disponibles (incluyendo también Ca, Mg y K) y también se ha observado que es apropiado para su aplicación tanto en suelos ácidos como básicos. La cuantificación de fósforo en los suelos es importante para contribuir a la planificación de fertilización de las plantaciones de palma.

## 3. RESPONSABILIDADES

### 3.1 Es responsabilidad del especialista técnico:

- 3.1.1 Elaborar y actualizar el presente procedimiento.
- 3.1.2 Elaborar y/o documentar los métodos de ensayo

	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	3 de 14

### 3.3 Es responsabilidad del jefe de laboratorio:

3.2.1 Aprobar este procedimiento

3.2.2 Vigilar el cumplimiento de este instructivo.

3.2.2 Realizar su trabajo según las responsabilidades asignadas en este instructivo.

## 4. PRINCIPIO DEL MÉTODO

La extracción de fósforo con la resina de intercambio iónico se realiza en una suspensión de agua y esta condición simula mejor que la dinámica de otros métodos de absorción de fósforo, calcio, magnesio y potasio por las raíces de las plantas. Para el análisis se utiliza una solución de cloruro de amonio en ácido clorhídrico, con lo cual se da la desorción del fósforo de la resina. Las resinas de intercambio simulan la forma de actuar de las raíces de las plantas. La cantidad de fósforo sorbido por la resina depende solamente de la cantidad de fósforo desorbido o solubilizado de la matriz del suelo y no de las propiedades de la propia resina. Se considera un método más eficaz que la extracción con bicarbonato o agua debido a su bajo coste, simplicidad y elevada correlación con la cantidad de fósforo exportada por la planta. Además presenta valores correctos sin importar el potencial de hidrógeno del suelo.

## 5. REACTIVOS

- Resina de intercambio aniónico tipo base fuerte
- Resina de intercambio catiónico tipo ácido fuerte
- Agua desmineralizada

	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	4 de 14

- Ácido clorhídrico (HCl) para análisis
- Hidróxido de sodio (NaOH) para análisis
- Cloruro de amonio (NH<sub>4</sub>Cl) para análisis
- Bicarbonato de sodio (NaHCO<sub>3</sub>) para análisis
- Fosfato monobásico de potasio (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) para análisis
- Cloruro de calcio dihidratado (CaCl<sub>2</sub> \* 2H<sub>2</sub>O) para análisis
- Sulfato de magnesio heptahidratado (MgSO<sub>4</sub> \* 7H<sub>2</sub>O) para análisis
- Estándares para ICP de calcio, magnesio, potasio y fósforo

## 6. EQUIPOS Y MATERIALES

### 6.1 Equipo

- Agitadora orbital: con movimiento circular horizontal, con rotación mínima de 220 revoluciones por minuto, y bandejas de aluminio para 3 unidades de bandejas de espuma de poliestireno, cada una con 10 espacios para colocar los recipientes.
  - Se pueden utilizar otros tipos de agitadores. Lo importante es que haya una agitación continua para mantener la suspensión de la suciedad y arcilla durante la agitación.
- Aparato separador de resina: tiene un conjunto de 10 tamices con abertura de malla de 0,4 milímetros, usado para la separación de la resina del suelo.
- Panel de recuperación de resina.
- Dispensador para volúmenes de 25 milímetros.

	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	5 de 14

## 6.2 Materiales y cristalería

- Bandejas de espuma de poliestireno para 10 envases plásticos
- Envases plásticos de 75 mililitros
- Cuchara medidora para muestras de 2,5 centímetros cúbicos de suelo
- Cuchara medidora para muestras de 10 centímetros cúbicos de suelo
- Cuchara medidora para 2,5 centímetros cúbicos de resina, con fondo de malla de poliéster
- Pipetas volumétricas de 50 mililitros y pipeteadores
- Balones volumétricos de 50 y 100 mililitros
- Probeta de 100 mililitros
- Bolas de vidrio con alrededor de 2 centímetros de diámetro
- *Beaker* de 100 y 1 000 mililitros
- Varillas de vidrio y de plástico
- Tamiz núm. 40
- Piseta
- Pichel plástico de 2 litros
- Papel filtro núm. 2 y papel *parafilm*
- Balones aforados de 50 mililitros
- Pipetas automáticas de 1, 5 y 10 mililitros

## 7. PREPARACIÓN Y MANTENIMIENTO DE LA MEZCLA DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO

	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	6 de 14

## 7.1 Pre acondicionamiento

Tomar cantidades iguales de resina catiónica y aniónica y mezclarlas en el tamiz núm. 40, agitar el tamiz y humedecer la mezcla de resinas con agua desmineralizada. Descartar las partículas finas que pasan a través de las mallas. Mezclar a partes iguales por volumen de resina retenida en el tamiz hasta el volumen deseado en un pichel plástico de 2 litros y adicionar al menos 2 veces en volumen de agua.

Por cada 1 000 mililitros de la mezcla de resina, preparar una solución que contiene aproximadamente 5 gramos de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , 4 de  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  y 2 de  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , disolviendo por separado estas sales en la menor cantidad posible de agua y adicionar una solución cada vez a la resina con agitación. Añadir 10 mililitros de HCl 1 molar (véase I-G-003) y colocar la solución resultante en contacto con la mezcla de resina durante dos semanas, agitando ocasionalmente.

Para eliminar la mayor parte de la sal, con la ayuda de un *beaker* lavar la mezcla de resina 5 veces con agua, pasar la resina del pichel al *beaker* y viceversa. Entre un lavado y otro, dejar la mezcla de resina decantar y desechar el líquido sobrenadante y también los fragmentos de resina que no decanten con facilidad. El agua debe agregarse tratando de mezclar totalmente la resina para lavarla perfectamente.

	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	7 de 14

Transferir la resina a una columna de filtración correspondiente al tubo más grande del panel de recuperación, para transferirlo más fácilmente puede utilizarse un chorro de agua desmineralizada (con la piseta) para limpiar el *beaker* que contiene la mezcla de resinas. Mediante el ajuste de la salida de la fase líquida, dejar eluir lentamente con las soluciones descritas a continuación, a fin de dejar siempre una capa de líquido de aproximadamente 1 centímetros sobre la resina.

Para cada volumen de mezcla de resinas, pasar en secuencia 5 volúmenes de agua, 5 de NaOH 1 M (véase I-G-005), 5 de agua y 5 de HCl 1 M. En seguida, pasar 10 volúmenes de NH<sub>4</sub>Cl 1 M (véase I-G-008) y 1 volumen de agua. El lavado de la resina debe hacerse lentamente debido a que la transferencia de iones a través de las perlas de resina se produce por el proceso de difusión, el cual requiere tiempo. Cada solución que se eluye en la columna debe dejarse pasar en 2 horas por litro.

## 7.2 Tratamiento de la resina para el uso

En un *beaker* colocar la mezcla de resina que se encuentra con la ayuda de una probeta, medir una cantidad de la mezcla de resinas suficientes para el uso en la semana, teniendo cuidado para evitar la segregación de las resinas aniónicas y catiónicas. Para evitar la segregación de las resinas es importante agitar la mezcla de resinas antes de agregar cada vez a la probeta.

	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	8 de 14

Para cada volumen de resina preparar 5 volúmenes de  $\text{NaHCO}_3$  1 M a pH 8,5 (véase I-G-010), el pH debe ajustarse según la preparación de la solución. Colocar la mezcla de resina medida en un *beaker* y añadir aproximadamente un tercio del volumen de solución de  $\text{NaHCO}_3$ , dejando en contacto durante al menos 1 hora, agitando de vez en cuando con una varilla de vidrio.

A continuación, transferir la resina a la columna de elución, a la más pequeña del panel de recuperación y promover el paso del resto de la solución de  $\text{NaHCO}_3$  1 M, lo que debe hacerse en unas pocas horas, aproximadamente 2

horas por cada litro de solución. A continuación, pasar lentamente 20 volúmenes de agua, cada litro de agua debe hacerse pasar en 3,5 horas.

La resina debe ser usada inmediatamente, colocarla en un *beaker* y tapar para evitar su contaminación. Es conveniente iniciar a preparar la resina antes del fin de semana, para que el tratamiento con bicarbonato de sodio se pueda hacer con su debido tiempo. Iniciar el lavado con agua en el final de la tarde del jueves, regular el flujo de manera que se extiende durante la noche y concluir la mañana siguiente. Si no es posible hacerlo por la noche será necesario continuar el día siguiente.

### 7.3 Recuperación de la resina

Recoger la resina utilizada en un *beaker*. Lavar 5 veces con agua, eliminando el líquido sobrenadante, inclusive los desechos orgánicos de suelos y los

	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	9 de 14

fragmentos de resina. Transferir la resina utilizada de un *beaker* a otro con ayuda de un chorro de agua, de forma que la arena permanezca en la parte inferior del primer *beaker*. Procurar eliminar la mayor parte de materia orgánica que queda en la resina.

Acumular la resina durante varios días para la realización de la fase de recuperación solo una vez por semana. Medir el volumen de resina a ser recuperada con una probeta, transferir a la columna de elución (a la mayor del panel de recuperación de resina). Hacer pasar 10 volúmenes de solución de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1 M y en seguida con 1 volumen de agua. En este caso debe hacerse pasar cada litro de solución entre 2,5 a 3 horas. La resina tratada debe ser acondicionada en un frasco rotulado, con la designación de “resina recuperada”. Esta se encuentra lista para su uso.

Después de un uso prolongado, alrededor de un año es conveniente tratar la resina con 5 volúmenes de  $\text{NaOH}$  1 M, antes del tratamiento con cloruro de amonio, para eliminar la materia orgánica. Realizar el tratamiento rápidamente con soda agitando esporádicamente con la varilla y después de una hora lavar con 5 volúmenes de agua, 5 volúmenes de  $\text{HCl}$  1 molar y 5 volúmenes de agua. En seguida, realizar el tratamiento descrito en el párrafo anterior.

	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	10 de 14

## 8. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES ESTÁNDARES PARA CALIBRACIÓN

La preparación de los estándares utilizados para realizar la calibración del ICP debe realizarse en balones volumétricos de 50 milímetros. Es necesario rotular los balones y luego agregar los mililitros de cada uno de los estándares con una concentración de 1 000 partes por millón tal y como se muestra en la siguiente tabla:

Estándar	mL de Ca	mL de Mg	mL de K	mL de P
Bk	0/50	0/50	0/50	0/50
ST1	1/50	0.1/50	0,05/50	0,025/50
ST2	2/50	0.25/50	0,15/50	0,075/50
ST3	4/50	0,5/50	0,45/50	0,15/50
ST4	5/50	0,75/50	0,6/50	0,25/50

Luego de agregar las alícuotas en cada balón aforarlos con solución de NH<sub>4</sub>Cl 0,8 M en HCl 0,2 M (véase I-G-009).

## 9. PROCEDIMIENTO DE EXTRACCIÓN EN MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO

- Transferir 2,5 centímetros cúbicos de suelo a un frasco plástico de 75 mililitros usando la cuchara medidora y una varilla de plástico.
- Agregar 25 mililitros de agua desmineralizada y una bola de vidrio, con ayuda del dispensador de agua.
- Tapar el frasco y agitar durante 15 minutos para promover la desintegración del suelo.

○

	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	11 de 14

- Es necesario programar la agitadora orbital por 15 minutos y agitar a 220 revoluciones por minuto.
- Retirar la bola de vidrio, lavándola con la ayuda de un chorro de agua, el mínimo posible.
- Adicionar 2,5 centímetros cúbicos de resina a cada muestra.
  - Medir la resina con la cuchara medidora equipada con fondo de malla de poliéster, utilizar una varilla plástica para dar 4 golpes a la cuchara de manera que la resina se compacte y el volumen agregado sea el correcto. Evitar la separación de la resina aniónica, para ello es importante agitar la mezcla de resina cada vez que se va a agregar a la muestra. Si queda mucha resina pegada a la pared exterior de la cuchara medidora es necesario lavarla con agua, devolviendo ese exceso al *beaker* que contiene la resina. Para facilitar que la mezcla de resinas sea homogénea es importante eliminar el exceso de agua, de manera que la mezcla tenga una consistencia pastosa, de esta manera se asegura que cada tipo de resina vaya en la proporción correcta para no afectar los resultados.
- Tapar el frasco y agitar durante 16 horas.
  - Programar el agitador orbital a una velocidad de 220 revoluciones por minuto por 16 horas, de preferencia aprovechando el período nocturno.
  - En la agitación es importante que la suspensión esté en constante revolvimiento, para acelerar la transferencia de los elementos químicos del suelo a la resina. El proceso de transferencia implica la disolución de fosfato lábil y la difusión de fósforo y los demás

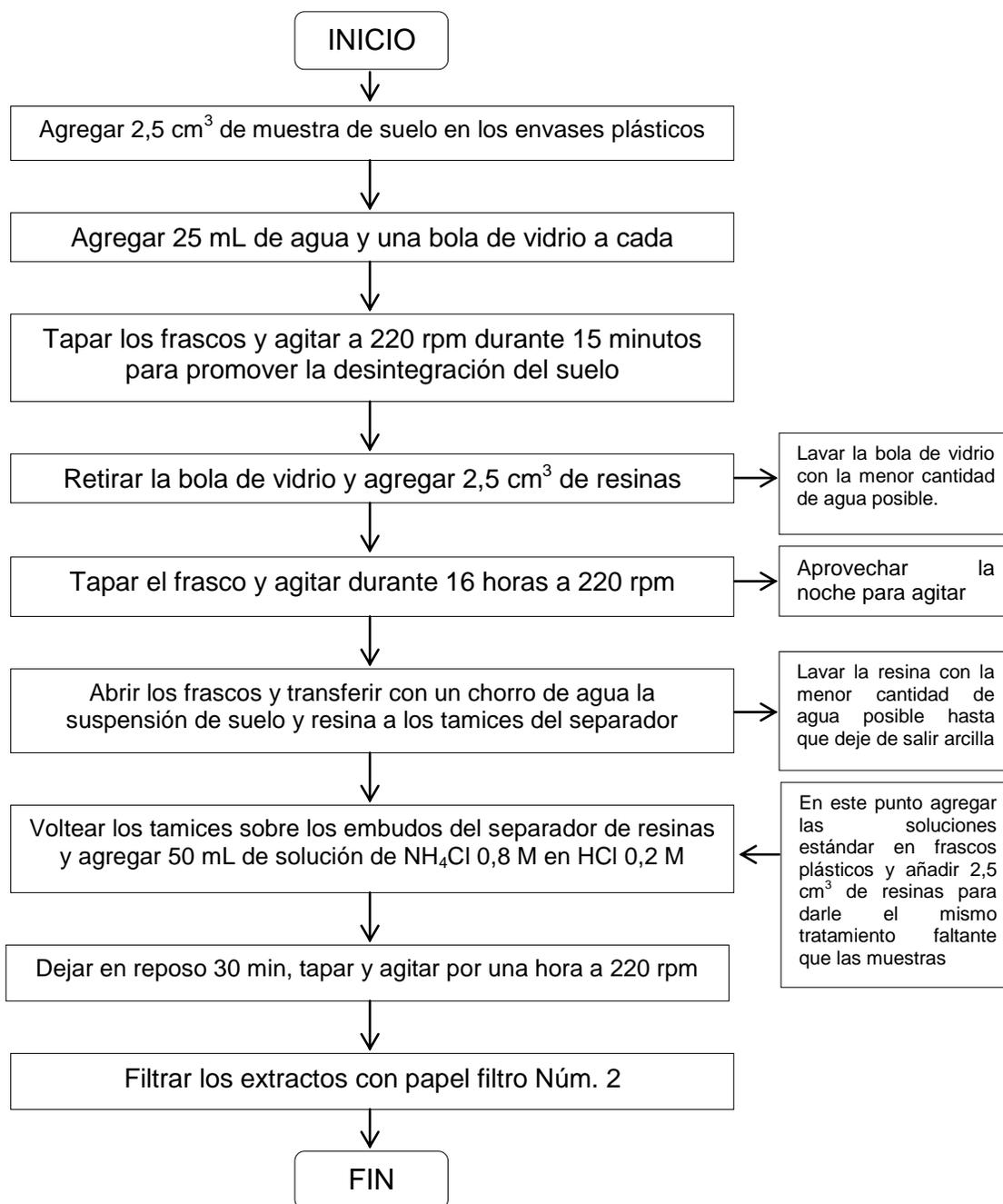
	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	12 de 14

elementos del suelo a la resina. Es una etapa que exige tiempo, no siendo posible realizarla en períodos más cortos.

- Abrir los frascos y transferir, con un chorro de agua, la suspensión de suelo y resina al tamiz con malla de poliéster de 0,4 milímetros de abertura que se encuentra en el separador de resinas.
- Lavar la resina con el mínimo de agua posible hasta que deje de salir arcilla.
- Voltear el tamiz sobre los embudos colocados encima de los frascos plásticos de 75 mililitros.
- Transferir toda la resina del tamiz a un frasco usando exactamente 50 mL (o 2\*25 mL con el dispensador automático) de solución de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  0.8 M en HCl 0.2 M. (véase I-G-009)
- Transferir en este punto también los 50 mililitros de las soluciones estándar de trabajo Bk, ST1, ST2, ST3, ST4 a frascos plásticos de 75 mililitros y adicionar 2.5 centímetros cúbicos de mezcla de resinas a cada uno, de igual manera que se agrega a las muestras de suelo.
- Dejar en reposo por cerca de 30 minutos, para permitir la evolución del gas carbónico.
- Cerrar los frascos y agitar por una hora, a 220 revoluciones por minuto, inclusive aquellos conteniendo las soluciones estándar de trabajo.
  - Asegurar los frascos en las bandejas utilizando cinta adhesiva.
- Filtrar los extractos utilizando papel filtro núm. 2. Los extractos están listos para las determinaciones de calcio, magnesio, potasio y fósforo.

	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	13 de 14

## 10. DIAGRAMA DE BLOQUES DEL PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS



	<b>PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO CON RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b>	Código:	P-G-0007
		Versión:	01
		Página:	14 de 14

## 11. PUNTOS CRÍTICOS DEL PROCEDIMIENTO

- Lavado de resinas: los tiempos en los cuales se hace fluir las soluciones para tratamiento de las resinas no debe ser menor al indicado
- Agitación de las muestras: la agitación debe de hacerse durante el tiempo establecido.
- Adición de la mezcla de resinas a las muestras: evitar la segregación de las resinas

## 12. REFERENCIAS EXTERNAS

- VAN RAIJ, B.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A. y PROCHNOW, L. *Análise Química para Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais*. Campinas, Instituto Agronômico, 2001. 285p.

## 13. REFERENCIAS INTERNAS

- I-G-003 “Preparación de solución de Ácido Clorhídrico (HCl) 1 N”
- I-G-005 “Preparación de solución de Hidróxido de sodio (NaOH) 1 N”
- I-G-008 “Preparación de solución de Cloruro de Amonio (NH<sub>4</sub>Cl) 1 M”
- I-G-009 “Preparación de solución de Cloruro de Amonio (NH<sub>4</sub>Cl) 0.8 M en Ácido Clorhídrico (HCl) 0.2 N”
- I-G-010 “Preparación de solución de Bicarbonato de sodio (NaHCO<sub>3</sub>)1 M”

<b>Preparación de solución de Ácido Clorhídrico 1 N</b>				
<b>Código:</b> I-G-003	<b>Página</b> 01 <b>de</b> 02			
<b>Uso:</b> P-G-0007 "Preparación de muestras de suelo con resinas"				
<b>Reactivos:</b>	<b>Cristalería y Equipo:</b>			
→ Ácido clorhídrico (HCl)* → Agua desmineralizada *Grado analítico.	→ Balón volumétrico de 1 000 mL → Pisseta plástica de 250 mL → <i>Beaker</i> de 100 mL → Pipeta automática de 10 mL			
<b>Procedimiento:</b>				
<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Agregar unos 90 mL de ácido clorhídrico en el <i>beaker</i> de 100 mL.</li> <li>2. Pipetear 8 veces de 10 mL en 10 mL, 80 mL de HCl y transferirlos al balón volumétrico de 1 000 mL.</li> <li>3. Pipetear 3 mL de HCl y agregarlos al balón.</li> <li>4. Aforar el balón con agua desmineralizada.</li> </ol> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Alternativo a este procedimiento pueden utilizarse ampollas de titrisol de HCl 1 N, en caso de tener que preparar más de 1 L.</li> </ul>				
<b>Conversiones:</b>				
<b>Reactivos</b>	<b>0,5 L</b>	<b>1 L</b>	<b>2 L</b>	<b>5 L</b>
Ácido clorhídrico	41,5 mL	83 mL	166 mL	415 mL



<b>Preparación de solución de Hidróxido de Sodio 1 N</b>				
<b>Código:</b> I-G-005	<b>Página</b> 01 <b>de</b> 02			
<b>Uso:</b> P-G-0007 "Preparación de muestras de suelo con resinas"				
<b>Reactivos:</b>	<b>Cristalería y Equipo:</b>			
→ Hidróxido de sodio (NaOH)* → Agua desmineralizada *Grado analítico.	→ Balón volumétrico de 1 000 mL → Pisseta plástica de 250 mL → <i>Beaker</i> de 250 mL → Varilla de vidrio → Balanza analítica			
<b>Procedimiento:</b>				
<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Pesar en la balanza analítica 40 g de NH<sub>4</sub>Cl en un <i>beaker</i> de 250 mL.</li> <li>2. Agregar agua desmineralizada y disolverlo utilizando una varilla de vidrio, teniendo cuidado con el aumento de la temperatura.</li> <li>3. Dejar enfriar unos 10 minutos.</li> <li>4. Transferir a un balón de 1 000 mL.</li> <li>5. Aforar el balón con agua desmineralizada.</li> </ol> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Alternativo a este procedimiento pueden utilizarse ampollas de titrisol de NaOH 1 N, en caso de tener que preparar más de 1 L.</li> </ul>				
<b>Conversiones:</b>				
<b>Reactivos</b>	<b>0,5 L</b>	<b>1 L</b>	<b>2 L</b>	<b>5 L</b>
Ácido clorhídrico	20 g	40 g	80 g	200 g



<b>Preparación de solución de Cloruro de Amonio 1 N</b>				
<b>Código:</b> I-G-008	<b>Página</b> 01 <b>de</b> 02			
<b>Uso:</b> P-G-0007 "Preparación de muestras de suelo con resinas"				
<b>Reactivos:</b>	<b>Cristalería y Equipo:</b>			
→ Cloruro de amonio (NH <sub>4</sub> Cl)* → Agua desmineralizada *Grado analítico.	→ Balanza analítica → Balón volumétrico de 1 000 mL → Piseta plástica de 250 mL → <i>Beaker</i> de 250 mL → Varilla de vidrio			
<b>Procedimiento:</b>				
1. Pesar en la balanza analítica 53,5 g de NH <sub>4</sub> Cl en un <i>beaker</i> de 250 mL. 2. Agregar agua desmineralizada y disolverlo utilizando una varilla de vidrio. 3. Transferir a un balón de 1 000 mL y llevar casi al aforo. 4. Dejar reposar por 30 minutos para que la solución alcance temperatura ambiente. 5. Aforar el balón con agua desmineralizada.				
<b>Conversiones:</b>				
<b>Reactivos</b>	<b>0,5 L</b>	<b>1 L</b>	<b>2 L</b>	<b>5 L</b>
Cloruro de amonio	26,75 g	53,5 g	107 g	267,5 g



Preparación de solución de Cloruro de Amonio 0.8 N/HCl 0.2 N				
Código: I-G-009	Página 01 de 02			
Uso: P-G-0007 "Preparación de muestras de suelo con resinas"				
Reactivos:	Cristalería y Equipo:			
<ul style="list-style-type: none"> <li>→ Cloruro de amonio (NH<sub>4</sub>Cl)*</li> <li>→ Ácido clorhídrico (HCl)*</li> <li>→ Agua desmineralizada</li> <li>*Grado analítico.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>→ Balanza analítica</li> <li>→ Balón volumétrico de 1 000 mL</li> <li>→ Pisseta plástica de 500 mL</li> <li>→ <i>Beaker</i> de 250 mL</li> <li>→ <i>Beaker</i> de 50 mL</li> <li>→ Pipeta automática de 10 mL</li> <li>→ Varilla de vidrio</li> </ul>			
Procedimiento:				
<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Pesar en la balanza analítica 42,8 g de NH<sub>4</sub>Cl en un <i>beaker</i> de 250 mL.</li> <li>2. Agregar agua desmineralizada y disolverlo utilizando una varilla de vidrio.</li> <li>3. Transferir a un balón de 1 000 mL y agregar agua hasta <math>\frac{3}{4}</math> de su capacidad.</li> <li>4. Agregar en un <i>beaker</i> de 50 mL aproximadamente 20 mL de HCl 37%.</li> <li>5. Pipetear 16,6 mL de HCl 37% y transferirlos al balón de 1 000 mL que contiene el NH<sub>4</sub>Cl disuelto.</li> <li>6. Aforar el balón con agua desmineralizada.</li> </ol>				
Conversiones:				
Reactivos	0,5 L	1 L	2 L	5 L
Cloruro de amonio	21,4 g	42,8 g	85,6 g	214 g
HCl 37%	8,3 mL	16,6 mL	33,2 mL	83 mL



Preparación de solución de Bicarbonato de Sodio 1 N							
Código: I-G-010	Página 01 de 02						
Uso: P-G-0007 "Preparación de muestras de suelo con resinas"							
<b>Reactivos:</b>		<b>Cristalería y Equipo:</b>					
→ Bicarbonato de sodio (NaHCO <sub>3</sub> )* → Hidróxido de sodio → Agua desmineralizada → *Grado analítico.		→ Balón volumétrico de 1 000 mL → Pisseta plástica de 250 mL → <i>Beaker</i> de 1 000 mL → Varilla de vidrio → Balanza analítica → Plancha de calentamiento y agitación → Barra agitadora magnética → Potenciómetro					
<b>Procedimiento:</b>							
<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Pesar en la balanza analítica 84 g de NH<sub>4</sub>Cl en un <i>beaker</i> de 1 000 mL.</li> <li>2. Agregar alrededor de 900 mL de agua desmineralizada y agregar la barra agitadora magnética.</li> <li>3. Poner a agitar y calentar a unos 75 °C hasta que se disuelva el bicarbonato de sodio.</li> <li>4. Dejar enfriar la solución a temperatura ambiente.</li> <li>5. Transferir a un balón de 1 000 mL y aforar con agua desmineralizada.</li> <li>6. Colocar la solución en un <i>beaker</i> de 1 000 mL y medir el pH. (En esta medición el pH es de entre 7,8 a 8,2)</li> <li>7. Ajustar el pH a 8,5 con una solución de hidróxido de sodio al 20% y agitando con una varilla de vidrio.</li> </ol>							
<b>Conversiones:</b>							
<b>Reactivos</b>	<b>0,5 L</b>	<b>1 L</b>	<b>2 L</b>	<b>5 L</b>			
Ácido clorhídrico	42 g	84 g	168 g	420 g			

