



Texto: Javier Castellanos Ramos y Dilmar Santiago Rodríguez. Fertilab, laboratorio de análisis de suelos.

## El análisis del suelo diagnóstico, calidad y asertividad

### TENDENCIAS EN LOS ANÁLISIS DE SUELOS

La búsqueda de soluciones extractoras universales sigue siendo un tema que inquieta a muchos laboratorios, ya que junto con la aparición de los espectrofotómetros de emisión por plasma (ICP) es posible analizar cientos de muestras en un solo día (Mallarino y Sawyer, 1999). Esto hace el análisis muy económico; sin embargo, la historia reciente nos ha dicho que se sacrifica demasiado la calidad del diagnóstico, pues se pierde precisión al intentar evaluar con un solo extractante la disponibilidad de los 12 elementos: nitratos ( $\text{NO}_3$ ), fósforo (P), potasio (K), calcio (Ca), magnesio (Mg), sodio (Na), azufre (S), hierro (Fe), zinc (Zn), manganeso (Mn), cobre (Cu), boro (B), y en el caso de los suelos ácidos: aluminio (Al) e hidrógeno (H). Algunas referencias que fundamentan la baja eficiencia de los métodos multielementales, como Mehlich 3, se citan a continuación:

Para interpretar el análisis de fósforo es necesario saber el método de análisis de suelo antes de que se derive cualquier recomendación de fertilización. Esta consideración es imprescindible, ya que se han desarrollado muchos métodos para probar la disponibilidad de fósforo para los cultivos. Así, algunos laboratorios están interesados en el empleo de pruebas que no utilicen extracciones recomendadas tradicionalmente para P. Aquí es donde subyace la cuestión de si el método Mehlich 3 es eficiente o no. Para discutirlo, es necesario recordar primero que el resultado del análisis de un laboratorio es la culminación de todo el método de análisis de suelos, incluyendo la extracción y el método de medición analítica. Mehlich 3 es un extractante multielemental y los nutrientes son medidos en ICP. El Comité Central Regional para Pruebas de Suelos y Análisis de Plantas de Estados Unidos (NCR 13) y la Universidad Estatal de Iowa (Iowa State University, ISU) no recomiendan la determinación de fósforo con el método ICP, extraído con Mehlich 3, pues las variaciones de las concentraciones de P medidas con ICP, en comparación con el método colorimétrico estándar, miden hasta 40% más P, y hacer correcciones en este sentido no es una estrate-

gia eficaz. Además, no recomiendan el uso de Mehlich 3 para determinar Ca, Mg y la capacidad de intercambio catiónico (CIC) en suelos calcáreos y de micronutrientes en cualquier tipo de suelo, debido a la falta de correlación. Las interpretaciones de micronutrientes, en particular del zinc, se basan en pruebas de DTPA y para los requerimientos de cal en el método conocido como SMP, desarrollado por Shoemaker, McLean y Pratt en 1961. Para cada región geográfica, la ISU recomienda emplear solo los métodos autorizados y calibrados en esos suelos, esto significa el reconocimiento tanto de la extracción del laboratorio como del método de análisis químico (Mallarino y Sawyer, 1999). Por su parte, Pittman *et al.* (2004), al realizar pruebas con 6400 muestras de suelo en la Universidad Estatal de Oklahoma, encontraron claras diferencias entre analizar Mehlich 3 con ICP y Mehlich 3 con el método colorimétrico. A pesar de esto, muchos laboratorios utilizan el Mehlich 3-ICP para análisis de fósforo, sin considerar que esta práctica podría llevar a la mala aplicación de nutrientes y contribuir a pérdidas de cosechas o efectos ambientales negativos. Kleinman *et al.* (2015) sugieren que la obtención de factores o ecuaciones de corrección no es un asunto trivial, pues las relaciones están potencialmente influenciadas por el tipo de suelo y por factores como el pH del suelo y la materia orgánica.

En suelos de Ohio, las recomendaciones de fertilización fosfórica en los cultivos se basan en el método de Bray-Kurtz P1-colorimétrico. Comese *et al.* (2007), al trabajar en rotaciones de maíz, trigo y soya con dosis crecientes de fertilizantes fosfatados encontraron que el método Bray & Kurtz I es el que mejor se adapta a las prácticas de diagnóstico y recomendaciones regionales de uso de fertilizantes fosforados. Concluyeron que Mehlich 3 sobreestima el valor a partir de 15 ppm de P en el suelo. Bray & Kurtz I es el método que mejor detectó la variación de las dosis agregadas de fósforo.

Al realizar calibraciones de potasio con Mehlich 3 en maíz y soya para suelos de Iowa, Barbagelata *et al.* (2002) detectaron la necesidad de ajustar los niveles de K para in-

terpretar y hacer recomendaciones de fertilización, y concluyeron que la investigación debe estar centrada en proporcionar información para el establecimiento de diferentes interpretaciones de K para diferentes suelos.

En Brasil, un estudio realizado por Carmo *et al.* (2011) en el cultivo de trigo, en el que se evaluaron diferentes extractantes para micro nutrientes (Cu, Zn, Fe y Mn), entre ellos Mehlich 3 y DTPA encontraron que Mehlich 3 era menos eficiente en la estimación de Zn y Fe disponible para las plantas, por su parte el método DTPA fue el agente de extracción más indicado. Para el caso del boro, Mehlich 3 es un extractante problemático, pues contiene fluor, que puede liberar B del vidrio de borosilicato, o el B puede ser absorbido por el vidrio y se absorbe en un momento posterior. Incluso con el uso de recipientes de plástico, el análisis de B con ICP-AES es propenso a dificultades debido a que el nebulizador de vidrio y la antorcha está en contacto con la solución antes de entrar en el plasma (Sikora y Moore, 2014).

Considerando lo anterior, los métodos de diagnóstico que usan al menos 6 extractantes: cloruro de potasio para extraer nitratos ( $\text{NO}_3$ ); acetato de amonio para extraer Ca, Mg, Na y K; método del DTPA para extraer Fe, Cu, Zn, y Mn; agua caliente para extraer B, cloruro de potasio para extraer S y, en el caso de los suelos ácidos, cloruro de potasio para extraer aluminio e hidrógeno, han resultado mucho más efectivos para diagnosticar la fertilidad del suelo. Con los métodos multielementales se redujeron los costos, pero se perdió precisión. Por esta razón debe buscarse un balance entre rapidez, costo y la efectividad del análisis. Los análisis específicos, es decir, aquellos que usan 6 o 7 soluciones extractoras, son un poco más costosos por la cantidad de trabajo y reactivos que involucran, pero sin duda alguna son muy superiores y mucho más eficientes para diagnosticar la fertilidad del suelo, además de dar más información al usuario, al igual que de gran utilidad al momento de implementar la recomendación de la fertilización.

## LOS ANÁLISIS DE SUELOS EN MÉXICO

Debido al bajo costo del método de Mehlich 3, se ha propiciado que laboratorios extranjeros que operan en México promuevan su uso en el país. Sin embargo, los especialistas en suelos del país no han aprobado éste por no estar correlacionado ni calibrado en México y por no tener la evidencia de que funciona correctamente para la mayoría de los suelos mexicanos. Su uso permite abaratar el costo de los análisis, pero se reduce la eficiencia en el diagnóstico con respecto a los métodos aprobados por la Norma Oficial Mexicana (NOM-021-RECNAT-2000). Incluso, en los Estados Unidos son muchos más los labora-

torios que usan hasta 6 extracciones para diagnosticar la fertilidad del suelo que aquellos que usan el método de Mehlich 3 (Sikora y Moore, 2014), debido a las mismas razones que aquí exponemos. Por otro lado, la comunidad científica de edafólogos mexicanos se inclina por no recomendarlo como método de diagnóstico de la fertilidad del suelo, pues la ausencia de correlación y calibración en el ámbito regional de un método determinado le resta valor para su uso como herramienta de diagnóstico de la fertilidad del suelo. Esto es vital para mantener la credibilidad en los análisis de suelos ante los usuarios. Es imprescindible que los laboratorios mexicanos se apeguen a las metodologías de análisis que marca la Norma Oficial Mexicana.

## CONCEPTOS DE CORRELACIÓN Y CALIBRACIÓN

Para que un procedimiento de análisis de suelo sea autorizado para su uso debe cumplir el siguiente desarrollo: 1) la evaluación de varias soluciones extractoras y métodos de análisis; 2) correlacionar el rendimiento del cultivo o la

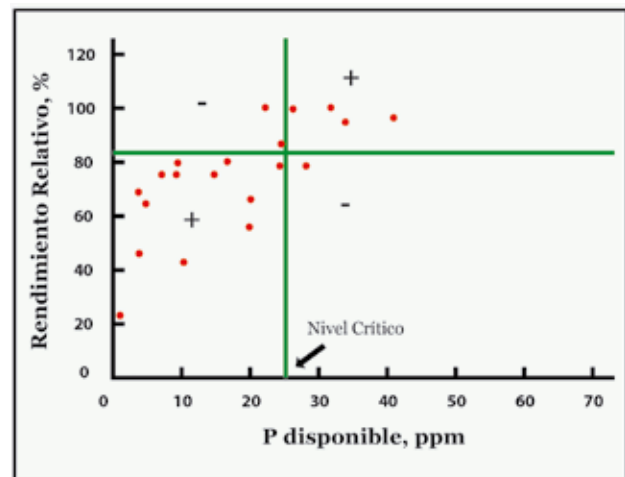


Figura 1. Ejemplo del diagrama de dispersión entre el rendimiento relativo y el contenido de P-Bray en el suelo, que muestra el nivel crítico por el procedimiento de Cate-Nelson (1971).

cantidad del nutriente extraído por el mismo, con la cantidad de nutriente extraído por cada una de las soluciones extractoras; y 3) calibración del procedimiento analítico, que consiste en estimar la concentración del elemento extraído a la cual ya no se observa una respuesta en rendimiento; es decir, estimar el nivel crítico por encima del cual es improbable la respuesta al nutriente en cuestión.

Con adecuada precisión, la correlación define el método analítico que mejor refleja el contenido del nutriente disponible en el suelo con relación al crecimiento del cultivo, y predice con mayor precisión la respuesta del cultivo a dicho nutriente. El grado de correlación puede variar con la clase de suelo.

Por otra parte, la calibración es el proceso mediante el cual se establecen los niveles considerados como críticos. El procedimiento más usado para definir los niveles críticos es el propuesto por Cate y Nelson (1971), cuyo diagrama se presenta en la figura 2. Posteriormente con otros estudios estadísticos de regresión, más detallados, se propone una serie de valores interpretativos que van desde muy bajo o deficiente, hasta muy alto o excesivo. Sin estos valores no se pueden interpretar los análisis de suelo. En la figura 3 se presentan las características de estos niveles, los cuales Fertilib respalda con su propia investigación. Un método no calibrado ni correlacionado en campo, arroja resultados poco confiables y hay reportes de que aun en los Estados Unidos existen muchas regiones donde el método de Mehlich 3 no ha sido correlacionado ni calibrado y, en el mejor de los casos, solo se han hecho correlaciones con los métodos convencionales, para estimar un factor de conversión y poder establecer los niveles de suficiencia para fines de interpretación.

### MÉTODOS DE DIAGNÓSTICO AUTORIZADOS EN MÉXICO

En octubre de 2000, el Diario Oficial de la Federación publicó la Norma Oficial Mexicana 021-RECNAT-2000, la cual establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos, estudios, muestreo y análisis con aplicación en todo el territorio nacional. Esta norma tiene como propósito que los proveedores de servicios de análisis estén debidamente regulados, con la finalidad de proporcionar a los usuarios un servicio de calidad y de alta confiabilidad en la información analítica, evitando que cada laboratorio use el método que mejor le convenga por razones de bajo costo. A continuación se muestra un resumen de las metodologías autorizadas por la NOM 021 para su uso en México.

**N-Nítrico (N-NO<sub>3</sub>).** Es el N del suelo que está disponible para su uso inmediato por el cultivo. Se extrae mediante una solución extractora de KCl, seguida de la destilación con arrastre de vapor. También se puede estimar mediante el método de la columna de reducción de cadmio.

**Fosforo (P).** Se determina mediante los Métodos de Olsen (suelos neutros o calcáreos) y Bray1 (Suelos ácidos o neutros). Los niveles críticos van de 10-15 ppm para el método de Olsen y 25-30 ppm para el método de Bray1.

**Potasio (K), Calcio (Ca), Magnesio (Mg) y Sodio (Na).** Estos cationes se extraen con acetato de amonio 1 N a pH 7 y se cuantifican por absorción atómica o mediante ICP. En suelos calcáreos se recomienda extraer con acetato de amonio 1 N a pH de 8.5, para evitar sobreestimaciones de Ca y Mg.

**Hierro (Fe), Manganeseo (Mn), Zinc (Zn) Cobre (Cu).** Son extraídos con DTPA y cuantificados por absorción atómica o mediante ICP. El nivel crítico considerado para Fe y Mn es del orden de 5 ppm, para zinc 1 ppm y para cobre va de 0.5 a 1 ppm.

**Boro (B).** Se extrae mediante una solución caliente y diluida de CaCl<sub>2</sub> y se cuantifica mediante ICP o azometina H. Su nivel crítico es del orden de 0.8 a 1 ppm y el nivel excesivo es mayor a 4 ppm.

**Azufre (S).** El método es semicuantitativo. El S se extrae con KCl y la determinación se realiza en forma turbidimétrica. El nivel crítico es de 5-10 ppm.

Como se mencionó al inicio, el uso de soluciones extractoras específicas es la forma más acertada y precisa para la determinación de nutrientes en el suelo. Un laboratorio apegado a la NOM y con un riguroso control de calidad permite otorgar a los usuarios diagnósticos asertivos. Fertilib utiliza 6 soluciones extractoras con el fin de realizar



Figura 2. Interpretación de los análisis de los nutrimentos en el suelo. Gráficos a colores mediante los cuales Fertilib reporta los niveles de cada nutrimento en el suelo.

un diagnóstico preciso de la fertilidad en los suelos neutros o alcalinos y 7 en los suelos ácidos. Esto encarece ligeramente el análisis, pero sin duda alguna, lo hace más confiable y certero.

## EL CONTROL DE CALIDAD EN LOS LABORATORIOS

El control de calidad y el uso de metodologías apropiadas permiten a los laboratorios mantener la certeza en los análisis que ofrecen. El análisis de suelo que ofrece un laboratorio confiable es una guía robusta para recomendar las dosis de fertilización, pues es la base para asegurar un exitoso programa de fertilización. De esta idea deriva la importancia de un diagnóstico asertivo y de calidad, pues de él dependerá que se tomen decisiones correctas en materia de nutrición vegetal. El establecimiento y seguimiento de un riguroso control de calidad es la única forma que define "confiabilidad" en los laboratorios. La normativa tiene como propósito supervisar el desempeño de los laboratorios, donde el control de calidad interno y externo son parte muy importante del proceso. La intercomparación permite medir y estandarizar procesos con



Figura 3. Control de calidad externo. Acreditación e inter-comparaciones en los que participa el laboratorio Fertilab.

laboratorios internacionales como parte del control de calidad externo. Los programas de intercomparación en los que participa Fertilab son el Programa Norteamericano de Calidad Analítica (<http://www.naptprogram.org/pap/labs>), con la acreditación oficial durante cinco años consecutivos, el Wageningen Evaluating Program for Analytical Laboratories (wepal) y el programa isp-Colpos-Sociedad Mexicana de la ciencia del Suelo (figura 4). Además, en 2013 Fertilab fue acreditado en ISO-9001-2008.

Adicionalmente se lleva a cabo un control de calidad interno mediante el uso de patrones certificados que permiten asegurar la certidumbre en el análisis. Estos patrones de concentración conocidos para cada uno de los elementos analizados y el uso de blancos, se corren en cada lote de 10 muestras y permiten asegurar la certidumbre del análisis en las muestras que se reciben de los clientes. Los datos son analizados estadísticamente y permiten generar los rangos e intervalos de trabajo, así como los criterios de validación de la determinación. Este proceso se denomina control estadístico del proceso (cep), el cual también

se utiliza en la industria automotriz desde hace muchos años.

## ¿CÓMO ELEGIR LOS SERVICIOS DE UN LABORATORIO?

A continuación se citan 11 criterios que sirven de guía para una acertada elección de un laboratorio.

1. Cuántas y cuáles determinaciones realiza el laboratorio.
2. Qué tiempos de entrega ofrece al usuario.
3. Certificación en ISO-9001-2008.
4. Qué acreditaciones internacionales tiene.
5. Qué intercalibraciones tiene con diferentes laboratorios en el mundo.
6. Qué metodologías de análisis propias para México, y que marca la NOM, usa.
7. Qué investigaciones de sus métodos realiza
8. Qué patrones certificados usa.
9. Qué muestras patrón por cada 10 análisis usa
10. Si su reporte es amigable.
11. Si otorga una interpretación y una recomendación de la fertilización sin costo para el cliente.

Los altos rendimientos en los cultivos son el resultado de múltiples factores que se inician con un buen diagnóstico de la fertilidad del suelo. Es importante utilizar un adecuado sistema de muestreo, un buen procedimiento de análisis, autorizado por la Norma Oficial Mexicana, y un buen control de calidad analítica en el laboratorio. El siguiente paso es llevar a cabo una buena interpretación de los resultados de los análisis y posteriormente generar una adecuada recomendación de la fertilización, a partir de una meta determinada de rendimiento. ▶

### Referencias

- Barbagelata, P. A., Mallarino, A. P. y Wittry, D. J. (2002). Iowa Soil-Test Field Calibration Research Update: Potassium and the Mehlich-3 icp Phosphorus Test. Department of Agronomy, Iowa State University, Ames, Iowa. 11 p.
- Bray, R. H. y Kurtz, L. T. (1945). Determination of Total, Organic, and Available Forms of Phosphates in Soils. *Soil Sci.* 59: 39-45.
- Carmo, M., Mansano, M. V. y Steiner, F. (2011). Assessment of Micronutrient Extractants from Soils of Paraná, Brazil. *R. Bras. Ci. Solo.* 35: 2093-2103.
- Café, R. B., Jr. y Nelson, L. A. (1971). A Simple Statistical Procedure for Partitioning Soil Test Correlation into Two Classes. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 35: 658-659.
- Chapman, H. D. y Kelly, W. P. (1930). The Determination of the Replaceable Bases and Bases Exchange Capacity of Soils. *Soil Sci.* 30: 391-406.
- Cole, C. V., Dean, L. A., Olsen, J. K. y Watanabe, F. S. (1954). Estimation of Available Phosphorus in Soils by Extraction with Sodium Bicarbonate. USDA. Circ. 939. US Gov. Print. Office. Washington, DC.
- Comese, R., González, M., López, M. V., Madero, M. y Moreno, G. (2007). Comparación de los Métodos de Bray & Kurtz 1 y Mehlich III en la Determinación de la Disponibilidad de Fósforo en Suelos con Fertilizaciones Continuas. *Cl. Suelo (Argentina)*, 25(1): 23-29.
- Kleinman, P., Mallarino, A. P., Pierzynski, G., Sullivan, D., Wolf, A. y Zhang, H. (2015). Phosphorus Determination in Waters and Extracts of Soils and By-Products: Inductively Coupled Plasma Spectrometry versus Colorimetric Procedures. Southern Extension and Research Activity (sera) – 17. Consultado el 10 de abril de 2015. (<http://www.sera17.ext.vt.edu/>).
- Mallarino, A. P. y Sawyer, J. E. (1999). Differentiating and Understanding the Mehlich 3, and Olsen Soil Phosphorus Tests. Department of Agronomy, Iowa State University. 6 p.
- Mehlich, A. (1953). Determination of P, K, Na, Ca, Mg y NH<sub>4</sub>. Soil Test Div. Mimeo. North Carolina Dep. Agric., Raleigh. USA.
- Morgan, M. F. (1941). Chemical Soil Diagnosis by the Universal Soil Testing System. Connecticut. Agric. Exp. Bull. 450. Univ. of Connecticut, Storrs. USA.
- Mullen, R. y Watson, M. (2007). Understanding Soil Tests for Plant-Available Phosphorus. The Ohio State University. 4 p.
- Pittman, J. J., Schroder, J. L. y Zhang, H. (2004). Differences of Phosphorus in Mehlich 3 Extractants Determined by Colorimetric and Spectroscopic Methods. *Soil Science and Plant Analysis*, 36: 1641-1659.
- Sikora, F. J. y Moore, K. P. (2014). Soil Test Methods From the Southeastern United States. Southern Cooperative Series Bulletin No. 419. 219 p.