

---

## Comparación de procedimientos para analizar fertilizantes potásicos<sup>a</sup>

*Comparison of procedures to analyze potassium fertilizer*

**Magaly Ruiz<sup>1</sup>, Francisca Sosa<sup>2</sup>, Carmen E. Carrillo de Cori<sup>2</sup>, Carmen Aída A. de Valls<sup>2</sup>, José G. Escalona<sup>2</sup>, Linda M. Aular<sup>2</sup>, Luis Castillo<sup>3</sup>, Ayuramy Martínez<sup>4</sup>, Oscar Gamboa<sup>2</sup>, Rómulo Noguera<sup>5</sup>, Shirley Fernández<sup>5</sup>, Mariela Navas<sup>4</sup>, Beatriz Arrieche<sup>6</sup>, Carmen Silva<sup>4</sup>, Tirso Díaz<sup>4</sup>, Isabel Arrieche<sup>4</sup>, Rosana Figueroa<sup>2</sup>.**

<sup>1</sup> Universidad Rómulo Gallegos-CIESA [magaruizdager@gmail.com](mailto:magaruizdager@gmail.com); <sup>2</sup> Universidad Central de Venezuela (UCV) Facultad de Agronomía [franciscasosac@yahoo.es](mailto:franciscasosac@yahoo.es); <sup>3</sup> EDAFOFINCA [edafofin@cantv.net](mailto:edafofin@cantv.net); <sup>4</sup> Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas (INIA) [jarrrieche@inia.gob.ve](mailto:jarrrieche@inia.gob.ve); <sup>5</sup> Universidad Centro Occidental Lisandro Alvarado (UCLA) [shirquim@yahoo.es](mailto:shirquim@yahoo.es); <sup>6</sup> Ministerio del Ambiente y de los Recursos Naturales (MARN-Lara) [baagemican@yahoo.es](mailto:baagemican@yahoo.es)

---

### RESUMEN

Se compararon cinco métodos analíticos para determinar potasio en fertilizantes inorgánicos. Dos contemplaron la extracción con una mezcla de ácidos minerales y su determinación por dos técnicas: espectrofotometría de absorción atómica y fotometría de llama, y dos métodos se basaron en la extracción con agua y la determinación por las dos técnicas mencionadas. En el quinto método se extrajo el potasio con oxalato de amonio, y su cuantificación se realizó por volumetría. Se estableció un diseño estadístico de bloques al azar con cinco tratamientos (métodos) y cuatro repeticiones (laboratorios). Cada análisis se realizó por triplicado. Los procedimientos se aplicaron a cinco fertilizantes y un reactivo estándar (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>). Este último se utilizó para la determinación de la exactitud. Se obtuvieron resultados equivalentes, independientemente del extractante usado y de la forma de determinación aplicada, lo cual es favorable, ya que permitiría a los laboratorios decidir el procedimiento más conveniente de acuerdo a su disponibilidad de equipos y reactivos.

### ABSTRACT

Five analytical methods for determining potassium in inorganic fertilizers were compared. In two methods the potassium was extracted with a mixture of mineral acids and determined by two techniques: atomic absorption spectrophotometry and flame photometry. Two other methods were based on water extraction and determination by the two techniques referred to above. In the fifth method the potassium was extracted with ammonium oxalate and measured by titration. A statistical design of randomized blocks with five treatments (methods) and four repetitions (laboratories) was established. Each analysis was performed by triplicate. The procedures were applied to five different fertilizers and a standard reagent (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>). The latter was used to determine the accuracy of the compared methods. Equivalent results were obtained regardless of the extractant used and the method of determining applied. This is favorable because it allows individual laboratories to decide the most appropriate procedure, according to their availability of equipment and reagents. The accuracy ranged between 97.70% and 99.75% of K<sub>2</sub>O recovery. The repeatability values ranged from

<sup>a</sup> Recibido: 26-04-10; Aceptado: 21-03-11

La exactitud resultó aceptable según los criterios considerados, y fluctuó entre 97,70 % y 99,75 % de recuperación de  $K_2O$ .

Los valores de repetibilidad variaron entre 0,207 y 3,896, y estuvieron asociados a los niveles de  $K_2O$  en los casos que involucraron solamente las determinaciones por absorción atómica (extracción con ácido y agua) y fotometría de llama (extracción en ácido). La reproducibilidad no presentó esta asociación en ninguno de los procedimientos evaluados, y sus valores oscilaron entre 1,979 y 2,7891.

**Palabras Clave:** absorción atómica, fotometría de llama, estudios interlaboratorios, precisión, exactitud.

0.207 to 3.896 and were associated with levels of  $K_2O$  in the methods based on determinations with atomic absorption (extraction with acid and water) or flame photometry (acid extraction). The reproducibility did not show this association in any of the procedures evaluated and their values varied between 1.978 and 2.7891.

**Key words:** Atomic absorption, flame photometry, inter-laboratory study

---

## INTRODUCCIÓN

Los metales alcalinos potasio, sodio y litio, forman sales muy solubles en agua, razón por la cual son fácilmente absorbidos por las plantas. Esa propiedad permite su separación de los otros metales alcalinos, como base de los métodos para su determinación analítica. Por otra parte, el potasio es un macroelemento esencial para las plantas, requiriéndose en grandes cantidades para el normal desarrollo de los vegetales. Es por ello que se incluye junto con el nitrógeno y el fósforo en la denominada fórmula NPK de los fertilizantes. Pero a diferencia del nitrógeno, el fósforo y otros elementos esenciales, el potasio no es un componente estructural de las plantas. Su función más bien se considera de tipo catalítica, en el metabolismo de los carbohidratos y formación del almidón, metabolismo y síntesis de las proteínas, regulación de las actividades de otros elementos nutritivos, neutralización de algunos ácidos orgánicos, activación de varias enzimas, promoción del crecimiento del tejido meristemático y ajuste del movimiento de los estomas y relaciones de agua en las plantas (Casanova, 2005). El potasio es absorbido por las plantas en la forma catiónica monovalente ( $K^+$ ) y en esa misma forma se encuentra en los fertilizantes potásicos.

La fuente de potasio en el suelo está constituida por minerales primarios como micas y feldespatos, que liberan potasio en forma intercambiable, no intercambiable y en la solución del suelo, estableciéndose un equilibrio entre estas fracciones. Al aplicar fertilizantes potásicos aumenta la fase soluble en agua y se establece un nuevo equilibrio, en el cual juega papel importante la absorción por las plantas. Las fuentes para suministrar potasio en forma de fertilizantes, provienen de depósitos naturales de sales potásicas donde este elemento se encuentra en forma de KCl (silvina), KCl y NaCl (silvinita),  $K_2SO_4 \cdot 2MgSO_4$  (langbeinita) y otros, las cuales contienen este nutriente en forma soluble en agua. Los fertilizantes potásicos más utilizados actualmente son el cloruro de potasio, sulfato de potasio, sulfato doble de potasio y magnesio y el nitrato de potasio.

Uno de los factores que contribuye a un uso eficiente de los fertilizantes consiste en disponer de métodos adecuados para su análisis, lo que además permite dosificarlos correctamente, a fin de evitar bajos rendimientos por deficiencias del macroelemento y excesos, contribuyendo así a controlar la contaminación del ambiente (Carrillo de Cori y Ruiz, 2008).

Debido a su alta solubilidad en agua, una de las formas de extracción del potasio en fertilizantes para su determinación es la extracción acuosa, aunque existen otros métodos que contemplan extracciones con ácidos y con oxalato de amonio. Entre las técnicas para su cuantificación se dispone de la espectrofotometría de absorción atómica, la fotometría de llama y la volumetría. Cada uno de los procedimientos mencionados tiene ventajas y desventajas. En unos casos, se requiere de equipos costosos con los que a veces no cuentan todos los laboratorios. En otras ocasiones se emplean reactivos que no son de uso común en análisis de rutina. Carrillo de Cori (1993) cita los resultados obtenidos en la Facultad de Agronomía de la Universidad Central de Venezuela al comparar cuatro métodos analíticos para la determinación de potasio (una volumétrica y tres por espectrofotometría de absorción atómica).

A través de ese estudio se evidenció que el método volumétrico a pesar de involucrar una mayor manipulación de la muestra y consumir más tiempo en su ejecución, resultó ser el más preciso y más exacto. Entre los métodos que utilizan la técnica de absorción atómica, la que extrajo mayor cantidad del elemento fue la que empleó como extractante una mezcla de ácidos fuertes, en comparación con la que usa agua. Esta última resultó la más económica y la que requirió menos tiempo para el análisis. El objetivo del presente trabajo es comparar los distintos procedimientos que se utilizan para la determinación de potasio en fertilizantes inorgánicos, bajo un estudio interlaboratorio, y evaluar la relación entre los diferentes métodos a fin de determinar su equivalencia.

## MATERIALES Y MÉTODOS

Se compilaron diferentes métodos para la determinación de potasio en fertilizantes inorgánicos, descritos en normas y manuales de distintas instituciones nacionales e internacionales, posteriormente se elaboró un cuadro comparativo que contenía los detalles más importantes de esos métodos, y se analizaron sus semejanzas y diferencias. Para la comparación experimental se seleccionaron cinco métodos, contemplados en las normas COVENIN (1979), AOAC (1997) y el manual PERKIN ELMER del espectrofotómetro de absorción atómica de 1976. Estos métodos analíticos comprenden dos etapas: extracción (con diferentes solventes) y determinación de la concentración de potasio (Cuadro 1).

**Cuadro 1.** Resumen de la comparación de métodos para analizar potasio en fertilizantes

Extracción	Determinación
Oxalato de amonio (COVENIN, 1979; AOAC, 1997)	Volumétrica (método oficial) (Método del tetrafenilborato de sodio)
Mezcla de ácidos (HCl + HNO <sub>3</sub> ), COVENIN, 1979; AOAC, 1997)	-Fotometría de llama -Absorción atómica
Agua destilada (PERKIN ELMER, 1976)	-Fotometría de llama -Absorción atómica

La extracción con agua se realizó disolviendo la muestra de fertilizante en agua destilada y luego hirviendo sobre plancha eléctrica durante 30 min (Perkin Elmer, 1976). La extracción con ácido se efectuó digiriendo la muestra en una mezcla de HCl 1:1 y HNO<sub>3</sub> concentrado (COVENIN, 1979). En ambas extracciones se determinó el contenido de potasio por absorción atómica y por fotometría de llama. En cuanto a la extracción con oxalato, la muestra se colocó en una solución de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> al 4% y agua, y se hirvió durante 30 min. A una alícuota de esta solución se adicionó un exceso de tetrafenil borato de sodio al 1,2 % y se tituló el exceso del mismo con una solución estándar de cloruro de benzalconio (COVENIN, 1979 y AOAC, 1997).

Los análisis fueron realizados por el personal técnico de los laboratorios de seis instituciones: EDA-FOFINCA, Facultad de Agronomía de la Universidad Central de Venezuela (UCV-Agronomía), Facultad de Agronomía de la Universidad Centro Occidental Lisandro Alvarado (UCLA-Agronomía), Centro de Investigación y Extensión en Suelos y Agua de la Universidad Rómulo Gallegos (UNERG-CIESA), Instituto Nacional de Investigaciones Agrícola, estado Anzoátegui (INIA-Anzoátegui) y el Ministerio del Ambiente y de los Recursos Naturales, estado Lara (MARN-Lara), sin ningún orden en particular para mostrar los resultados. En las comparaciones de cada modalidad participaron sólo cuatro de las instituciones mencionadas, que no siempre fueron las mismas para todos los análisis, debido principalmente a la disponibilidad de reactivos o equipos en la etapa de determinación.

Se estableció un diseño de bloques al azar, con cinco tratamientos o métodos de análisis y cuatro bloques o laboratorios, para comparar los resultados de los diferentes métodos. Todos los análisis se realizaron por triplicado. Se trabajó con el programa estadístico Statistix para Windows, versión 8 (Statistix, 2003). Previo a la realización de la prueba de F y la prueba de comparación de medias de Tukey, se verificó el cumplimiento de los supuestos del modelo estadístico.

Los fertilizantes o variables analizados fueron: complejo NPK nacional (NPKn), complejo NPK importado (NPKi), cloruro de potasio (CP), sulfato de potasio (SP), sulfato de potasio y magnesio (SPM). Se expresó el contenido de potasio como % de K<sub>2</sub>O. Se utilizaron muestras únicas para todos los laboratorios, previamente homogeneizadas.

El estándar (EST) utilizado fue la sal  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  grado analítico, previo secado a  $105^\circ\text{C}$ , para determinar la exactitud del método y calcular el porcentaje de recuperación mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Rec} = \left( \frac{\text{K}_2\text{O}}{34,61} \right) \times 100$$

Donde:

Rec: porcentaje de recuperación de  $\text{K}_2\text{O}$

$\text{K}_2\text{O}$ : porcentaje de potasio obtenido en el análisis, expresado como  $\text{K}_2\text{O}$

34,61: porcentaje de  $\text{K}_2\text{O}$  teórico en el  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , éste debe ser modificado, de acuerdo a la pureza del estándar

En la recuperación se utilizó el criterio sugerido por Buresh *et al.* (1982), cuyos resultados se consideran aceptables si varían entre  $100 \pm 3\%$ .

Se calculó la precisión de las modalidades analíticas en términos de repetibilidad ( $r$ ) y reproducibilidad ( $R$ ), según la norma COVENIN 2972-92 (ISO 5725-86) (COVENIN, 1992).

Se calculó el promedio y la varianza de cada laboratorio; mediante la prueba de Cochran se detectó qué laboratorio(s) presentaba(n) problemas de repetibilidad y con la prueba de Dixon, en los laboratorios que continuaban en evaluación, se detectó aquellos que presentaban problemas de reproducibilidad. La repetibilidad permitió conocer la variabilidad del ensayo en cada laboratorio bajo condiciones constantes (el mismo laboratorio, el mismo operador y el mismo equipo) a intervalos reducidos de tiempo y se expresa como:

$$r = t\sqrt{2\sigma_r}$$

La reproducibilidad mide la variabilidad entre laboratorios, ensayos realizados en condiciones ampliamente variables (laboratorios diferentes con operadores y equipos distintos) y se expresa como:

$$R = t\sqrt{2\sigma_R}$$

En ambas expresiones:

" $t$ " es el factor  $t$  de student para dos colas, para un nivel de confianza de 95 %

" $\sigma_r$ " es la desviación estándar de repetibilidad

" $\sigma_R$ " es la desviación estándar de reproducibilidad

De acuerdo a la norma COVENIN 2972-92 (COVENIN, 1992) y a FONDONORMA (2002), en la práctica, como los valores exactos de " $\sigma_r$ " y " $\sigma_R$ " no se conocen, se reemplazan por sus valores estimados " $S_r$ " y " $S_R$ " y el factor  $t\sqrt{2}$  se aproxima a 2,8, lo cual conduce a las expresiones  $r = 2,8 S_r$  y  $R = 2,8 S_R$ , las cuales se utilizaron en este trabajo para el cálculo de " $r$ " y " $R$ ", respectivamente

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos con la aplicación de los diferentes procedimientos analíticos se presentan en el Cuadro 2. Los valores promedio de potasio, independientemente del fertilizante, no mostraron tendencia alguna asociada a un determinado método en particular.

### Análisis de varianza

Los valores obtenidos cumplieron los supuestos del modelo (normalidad, homogeneidad, independencia y aditividad), y en consecuencia se realizó el análisis de varianza a través de la prueba de F. Los resultados de esta prueba se muestran en el Cuadro 3.

**Cuadro 2.** Contenido de potasio (% K<sub>2</sub>O) en cinco fertilizantes inorgánicos y un estándar, analizados por cuatro laboratorios

Métodos	Laboratorios	Fertilizantes					
		NPKn	NPKi	CP	SP	SPM	EST
Extracción con ácido, absorción atómica	1	15,15	14,95	60,73	50,19	21,58	33,32
	2	14,86	13,64	60,27	51,37	21,15	32,40
	3	14,78	14,92	60,90	49,73	21,28	34,66
	4	14,77	14,38	60,85	48,11	22,20	35,02
	<b>Promedio</b>	<b>14,89</b>	<b>14,47</b>	<b>60,69</b>	<b>49,85</b>	<b>21,55</b>	<b>33,85</b>
Extracción con agua, absorción atómica	1	14,85	14,95	61,21	52,19	22,08	34,13
	2	14,67	13,18	61,29	51,80	21,78	32,78
	3	13,70	15,02	60,49	49,55	20,18	34,34
	4	14,15	14,31	60,13	50,66	19,89	34,01
	<b>Promedio</b>	<b>14,34</b>	<b>14,37</b>	<b>60,78</b>	<b>51,05</b>	<b>20,98</b>	<b>33,82</b>
Extracción con ácido, fotometría de llama	1	14,16	15,21	61,90	50,19	21,08	34,37
	2	15,03	13,73	60,21	50,24	22,25	34,66
	3	14,35	14,40	61,47	-	21,81	34,44
	4	14,29	15,05	60,21	50,19	22,57	34,63
	<b>Promedio</b>	<b>14,46</b>	<b>15,00</b>	<b>60,95</b>	<b>50,01</b>	<b>21,93</b>	<b>34,53</b>
Extracción con agua, fotometría de llama	1	15,30	15,30	60,72	50,19	22,17	34,62
	2	14,41	13,41	60,68	49,96	21,80	33,92
	3	14,34	15,01	60,21	48,07	20,47	34,24
	4	14,05	15,96	61,02	50,99	22,68	33,13
	<b>Promedio</b>	<b>14,53</b>	<b>14,92</b>	<b>60,66</b>	<b>49,80</b>	<b>21,78</b>	<b>33,98</b>
Extracción con oxalato de amonio, Volumetría	1	14,08	15,06	60,08	50,06	22,02	34,12
	2	15,43	13,86	61,63	51,28	21,57	34,52
	3	15,48	13,98	62,25	52,32	21,36	35,15
	4	15,80	14,78	61,32	51,77	21,71	34,13
	<b>Promedio</b>	<b>15,20</b>	<b>14,42</b>	<b>61,32</b>	<b>51,36</b>	<b>21,67</b>	<b>34,48</b>

- : dato faltante

**Cuadro 3.** Resumen del análisis de varianza de los métodos analíticos y laboratorios considerados para los resultados de potasio en los fertilizantes.

Fuente de variación	Fertilizantes					
	NPKn	NPKi	CP	SP	SPM	Est
Métodos	NS	NS	NS	NS	NS	NS
Laboratorios	NS	*	NS	NS	NS	NS
(% CV)	3,75	2,96	1,16	2,26	3,37	2,03

NS: diferencias no significativas. \* diferencias significativas al 5%.

La prueba de F no mostró diferencias estadísticas significativas entre los distintos métodos, es decir cualquiera de ellas arrojaría resultados similares del % K<sub>2</sub>O (Cuadro 3). Este hecho es favorable porque permitiría a cada laboratorio decidir el procedimiento analítico a utilizar según la conveniencia, en función de la disponibilidad de sus recursos. Por ejemplo, en esta investigación, los laboratorios participantes aplicaron el método de determinación por absorción atómica y/o por fotometría de llama dependiendo del instrumento disponible y obtuvieron resultados equivalentes. La extracción de potasio con agua tiene la ventaja de ser menos riesgosa, no genera residuos tóxicos al ambiente y resulta más económica en comparación a las extracciones con los otros reactivos. Sin embargo, la extracción con la mezcla de ácidos permite analizar otro elemento, como el fósforo, en la misma solución. En el caso de no disponer de los equipos ópticos adecuados, el método volumétrico constituye una opción viable.

En la comparación entre laboratorios, no se detectaron diferencias estadísticas, excepto para el caso del complejo NPKi. Estos resultados revelan que los laboratorios de las instituciones participantes pueden generar valores similares entre sí, en cuanto al contenido de potasio de los fertilizantes. Aunado a ello, los coeficientes de variación resultaron bajos, por lo cual es posible afirmar que hubo buen control en el manejo del diseño.

### Exactitud

En el Cuadro 4 se muestran los resultados de la exactitud de los métodos analíticos evaluados con el uso del reactivo KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>. Puede observarse que los porcentajes de recuperación variaron entre 93,61 % y 101,56% de K<sub>2</sub>O. En cuanto a los resultados de  $\Delta$  100 (%Rec-100), el 80 % de los casos, (16/20), cumple con el criterio de aceptación establecido por Buresh *et al.* (1982). Los casos que no cumplieron este criterio corresponden a valores por defecto e inferiores a -3%, obtenidos en un 50% con la extracción en ácido y determinación por absorción atómica, un 25 % con la misma técnica y la extracción con agua. El otro 25 % se presentó con la extracción en agua y la determinación por fotometría de llama. El método que contempla la extracción con mezcla de ácidos y determinación por fotometría de llama, y la modalidad volumétrica cumplieron el criterio de Buresh, en todos los laboratorios. Los promedios de los porcentajes de recuperación, en todos los casos, variaron entre 97,70 % y 99,75 % de K<sub>2</sub>O. En función de todo lo expresado puede afirmarse que la exactitud de los métodos analíticos aplicados por los cuatro laboratorios, es aceptable y además equivalente.

**Cuadro 4.** Contenido de potasio (%K<sub>2</sub>O), % de recuperación (%Rec) y  $\Delta$  100 del potasio en el KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> analizados por cinco métodos y cuatro laboratorios.

Métodos	Parámetros	Laboratorios				Promedio
		1	2	3	4	
Extracción con ácido <i>absorción atómica</i>	% K <sub>2</sub> O	33,32	32,40	34,66	35,02	33,85
	% Rec	96,27	93,61	100,14	101,18	97,80
	$\Delta$ 100	-3,73	-6,39	0,14	1,18	-2,20
Extracción con agua <i>ab-</i> <i>sorción atómica</i>	% K <sub>2</sub> O	34,13	32,78	34,34	34,01	33,82
	% Rec	98,61	94,71	99,22	98,27	97,70
	$\Delta$ 100	-1,39	-5,29	-0,78	-1,73	-2,30
Extracción con ácido <i>fotometría de llama</i>	% K <sub>2</sub> O	34,37	34,66	34,44	34,63	34,53
	% Rec	99,31	100,14	99,51	100,06	99,75
	$\Delta$ 100	-0,69	0,14	-0,49	0,06	-0,25
Extracción con agua <i>fotometría de llama</i>	% K <sub>2</sub> O	34,62	33,92	34,24	33,13	33,98
	% Rec	100,03	98,01	98,93	95,72	98,17
	$\Delta$ 100	0,03	-1,99	-1,07	-4,28	-1,83
Extracción con oxalato de amonio, <i>volumetría</i>	% K <sub>2</sub> O	34,12	34,52	35,15	34,13	34,48
	% Rec	98,58	99,74	101,56	98,61	99,62
	$\Delta$ 100	-1,42	-0,26	1,56	-1,39	-0,38

$\Delta$  100= % Rec - 100

### Precisión de los métodos

En el Cuadro 5 se muestran los resultados de los parámetros de precisión, repetibilidad (*r*) y reproducibilidad (*R*), de acuerdo a la aplicación de la norma COVENIN 2972-92 (COVENIN, 1992). Los valores de *r* variaron entre 0,207 y 3,896, y los de *R* entre 0,564 y 5,705.

**Cuadro 5.** Valores de precisión: repetibilidad (*r*) y reproducibilidad (*R*) para cada fertilizante analizado por cinco métodos en cuatro laboratorios.

Métodos	Parámetros de precisión	NPKn	NPKi	CP	SP	SPM	EST
Extracción con ácido <i>absorción atómica</i>	% K <sub>2</sub> O	<b>14,89</b>	<b>14,47</b>	<b>60,69</b>	<b>49,85</b>	<b>21,55</b>	<b>33,85</b>
	<i>r</i>	0,323	0,321	2,927	1,568	0,449	0,606
	<i>R</i>	0,564	1,465	2,540	3,991	1,360	3,430
Extracción con agua <i>absorción atómica</i>	%K <sub>2</sub> O	<b>14,34</b>	<b>14,37</b>	<b>60,78</b>	<b>51,05</b>	<b>20,98</b>	<b>33,82</b>
	<i>r</i>	0,747	0,379	2,699	2,713	0,675	1,586
	<i>R</i>	1,582	2,406	2,710	4,006	3,149	2,494
Extracción con ácido <i>fotometría de llama</i>	%K <sub>2</sub> O	<b>14,46</b>	<b>15,00</b>	<b>60,95</b>	<b>50,01</b>	<b>21,93</b>	<b>34,53</b>
	<i>r</i>	1,239	0,794	2,045	2,399	1,319	1,387
	<i>R</i>	1,503	2,001	2,939	2,391	1,843	1,197
Extracción con agua <i>fotometría de llama</i>	%K <sub>2</sub> O	<b>14,53</b>	<b>14,92</b>	<b>60,66</b>	<b>49,80</b>	<b>21,78</b>	<b>33,98</b>
	<i>r</i>	1,422	0,672	1,821	3,896	1,002	1,167
	<i>R</i>	1,905	3,081	1,759	4,708	2,769	2,013
Extracción con oxalato de amonio, <i>Volumetría</i>	%K <sub>2</sub> O	<b>15,20</b>	<b>14,42</b>	<b>61,32</b>	<b>51,36</b>	<b>21,67</b>	<b>34,48</b>
	<i>r</i>	0,316	0,486	1,943	0,329	0,287	0,207
	<i>R</i>	3,090	2,352	3,688	5,705	0,891	1,009

La repetibilidad resultó dependiente del contenido de potasio en tres métodos, el de extracción con ácido y su determinación tanto por absorción atómica como por fotometría de llama, y el de extracción con agua determinado por absorción atómica. Es decir, los valores de *r* estuvieron asociados a los niveles de K<sub>2</sub>O procedentes de la técnica de absorción atómica con ambos extractantes. En las modalidades restantes la *r* no correlacionó con el nivel de K<sub>2</sub>O, por tal motivo se calculó su valor promedio (Cuadro 6).

En cuanto a la reproducibilidad, los distintos métodos no presentaron dependencia con el nivel de K<sub>2</sub>O, de modo que los valores de *R* se obtuvieron a partir del promedio de los datos de cada nivel.

**Cuadro 6.** Coeficiente de correlación de Pearson (Coef. Corr), Probabilidad (Prob), Significación (Sig) y Resultados final de la Precisión para cinco métodos en la determinación de potasio.

Método analítico	Parámetro precisión	Coef. Corr Pearson	Prob	Sig	Resultado final de la Precisión
Extracción con ácido absorción atómica	r	0,9375	0,0057	*	$r = -0,6163 + 0,0507$ (% K <sub>2</sub> O)
	R	0,7347	0,0962	NS	R = 2,225
Extracción con agua absorción atómica	r	0,9769	0,0008	*	$r = -0,2150 + 0,0517$ (% K <sub>2</sub> O)
	R	0,5605	0,2473	NS	R = 2,7245
Extracción con ácido fotometría de llama	r	0,8882	0,0180	*	$r = 0,6481 + 0,0268$ (% K <sub>2</sub> O)
	R	0,7048	0,1179	NS	R = 1,979
Extracción con agua fotometría de llama	r	0,6394	0,1716	NS	$r = 1,6633$
	R	0,1321	0,8029	NS	R = 2,7058
Extracción con oxalato de amonio, Volumetría	r	0,6608	0,1530	NS	$r = 0,5947$
	R	0,5685	0,2391	NS	R = 2,7891

### CONCLUSIONES

Los métodos analíticos evaluados generaron resultados similares o equivalentes, independientemente del extractante usado y de la forma de medición de la concentración de potasio, lo cual es favorable ya que permite a los laboratorios decidir el procedimiento más conveniente de acuerdo a su disponibilidad de equipos y reactivos. La exactitud de los métodos evaluados es aceptable según los criterios considerados. Los valores de repetibilidad estuvieron asociados a los niveles de K<sub>2</sub>O en los casos que involucraron solamente las determinaciones con absorción atómica (extracción con ácido y agua) y fotometría de llama (extracción con ácido). La Reproducibilidad no presentó esta asociación en ninguno de los procedimientos evaluados.

Como los métodos analíticos aplicados conducen a resultados similares, sería entonces recomendable por razones económicas y reducción de contaminación, la extracción con agua y la medición por absorción atómica o fotometría de llama, según la disponibilidad de equipos en los laboratorios. Si es de interés determinar simultáneamente el contenido de fósforo y potasio en un fertilizante, la mejor elección correspondería a la extracción con la mezcla de ácidos y la determinación del potasio por cualquiera de las técnicas mencionadas. En caso que los laboratorios no cuenten con los equipos requeridos, la determinación volumétrica sería una opción válida para la determinación de potasio en fertilizantes inorgánicos.

### LITERATURA CITADA

- Buresh, R., E. Austin Y E.T. Craswell.** 1982. Analytical Methods in <sup>15</sup>N research. Fert. Res. 3: 37-62
- Carrillo de Cori, C. E.** 1993. Evaluación de metodologías utilizadas en Venezuela para el análisis de nitrógeno, fósforo potasio en fertilizantes. Apuntes Técnicos PALMAVEN, Vol 1, N° 1. 78 p.
- Carrillo de Cori, C. E. y M. Ruiz.** 2008. Estudios interlaboratorios sobre métodos para analizar fertilizantes en Venezuela. *Venesuelos*, Vol 16 (1 y 2):29-37
- Casanova E.** 2005. Introducción a la Ciencia del Suelo. Universidad Central de Venezuela. Consejo de Desarrollo Científico y Humanístico. 2ª Edición. Caracas, Venezuela. 482 p.
- Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN).** 1979. Fertilizantes, Método de determinación de potasio. Norma 1141-79. Ministerio de Fomento. Caracas. 10 p.
- Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN).** 1992. Norma COVENIN N° 2972-92 (ISO 5725-86) "Precisión de los métodos de ensayo. Determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de ensayo normalizado, mediante ensayos realizados por diferentes laboratorios". Caracas. 53 p.

- Fondo para la Normalización y Certificación de la Calidad (FONDONORMA) 2002.** "Tratamiento estadístico de los resultados analíticos". Curso dictado por FONDONORMA en el marco de la norma ISO 17.025, en INIA, Portuguesa. 176 p.
- Official Methods of Analysis of Aoac International (AOAC).** 1997. Potassium in fertilizers. Chapter 2. 16<sup>th</sup> Ed., 3<sup>rd</sup> rev. 1997. Gaithersburg, M.D. USA.
- Perkin Elmer.** 1976. Análisis de fertilizantes. Determinación de potasio. En: Manual de absorción atómica, página Ay-10 (1 y 2). Rev septiembre 1976).
- Statistix 2003.** Statistix for Windows version 8.0. User's Manual. Analytical Software. Tallahassee, FL, USA.