



**UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO**  
**FACULTAD DE CIENCIA E INGENIERÍA EN ALIMENTOS**  
**Y BIOTECNOLOGÍA**  
**CARRERA DE INGENIERÍA EN BIOQUÍMICA**



---

**Tema:** “Estudio del contenido de metales biodisponibles en variedades de melloco (*Ullucus tuberosus*), mediante absorción atómica de llama y horno de grafito”

---

Trabajo de titulación, modalidad proyecto de investigación, previa la obtención del título de Ingeniera Bioquímica, otorgado por la Universidad Técnica de Ambato, a través de la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología.

**Proyecto Canje de Deuda Ecuador-España** “Fortalecimiento de la unidad operativa de investigación en tecnología de alimentos (UOITA) para la investigación tecnología e innovación en el área de alimentos, con el fin de promover la generación y el desarrollo de empresas agroindustriales en la Zona 3 del país; y monitorear el contenido de metales pesados en los cultivos afectados por las cenizas provenientes de las erupciones volcánicas del Tungurahua. (FITA-UOITA)” Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología. Resolución HCU 0939-CU-P-2016.

**Proyecto Quero:** “Biodisponibilidad de metales en suelos del cantón Quero de la provincia de Tungurahua y su impacto en algunos productos agrícolas” Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología. Resolución HCU 0194-CU-P-2018.

**Autora:** Moposita Llundo Liceña Elizabeth

**Tutor:** PhD. Jorge Alexander Briceño Carrasquel

Ambato – Ecuador

Octubre – 2019

## APROBACIÓN DEL TUTOR

Dr. Jorge Alexander Briceño Carrasquel

CERTIFICO:

Que el presente documento ha sido prolijamente revisado. Por lo tanto, autorizo la presentación de este Trabajo de titulación, modalidad Proyecto de Investigación, debido a que cumple con las normas establecidas en el reglamento de Títulos y Grados de la Facultad.

Ambato, 30 de Julio de 2019.



-----  
Scanned with CamScanner

Dr. Jorge Alexander Briceño Carrasquel

C.I. 175840407-1

TUTOR

## DECLARACIÓN DE AUTENTICIDAD

Yo, Moposita Llundo Liceña Elizabeth, con cédula de identidad No. 180457332-5, manifiesto que los resultados obtenidos en el presente Trabajo de titulación, modalidad Proyecto de Investigación previo a la obtención del título de Ingeniera Bioquímica, son absolutamente originales, auténticos y personales, a excepción de las citas bibliográficas.



-----  
Moposita Llundo Liceña Elizabeth

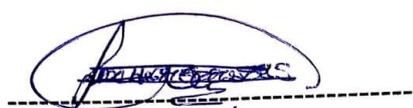
C.I. 180457332-5

AUTORA

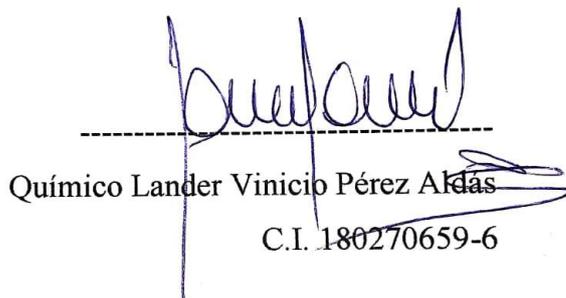
## APROBACIÓN DE LOS MIEMBROS DEL TRIBUNAL DE GRADO

Los suscritos profesores Calificadores, aprueban el presente Trabajo de Titulación, modalidad Proyecto de Investigación, el mismo que ha sido elaborado de conformidad con las disposiciones emitidas por la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología de la Universidad Técnica de Ambato.

Para constancia firman:



Presidente de Tribunal de Grado



Químico Lander Vinicio Pérez Aldás  
C.I. 180270659-6



PhD. Santiago Casado Rojo  
C.I. 175912695-4

Ambato, 25 de Septiembre del 2019

## **DERECHOS DE AUTOR**

Autorizó a la Universidad Técnica de Ambato, para que haga de este Trabajo de titulación, modalidad Proyecto de Investigación, o parte de él, un documento disponible para su lectura consulta y procesos de investigación, según las normas de la Institución.

Cedo los Derechos en línea patrimoniales de mi Proyecto, con fines de difusión pública, además apruebo su reproducción parcial o total dentro de las regulaciones de la Universidad, siempre y cuando esta reproducción no suponga una ganancia económica y se realice respetando mis derechos de autor.



-----  
Moposita Llundo Liceña Elizabeth

C.I. 180457332-5

**AUTORA**

## **DEDICATORIA**

*Este trabajo está dedicado a cada una de las personas que forman parte de mi vida. A Dios por darme la vida. A mis padres por el apoyo incondicional que me brindan. A mi hermana por su alegría y cariño. Mi familia que me apoya para tener éxito.*

*Con todo mi amor*

*Elizabeth*

## **AGRADECIMIENTO**

En primer lugar, me permito agradecer a Dios por guiarme y darme la fuerza de seguir a lo largo de toda mi carrera universitaria, a mis padres, a mi hermana, gracias por toda la confianza, apoyo día a día y por siempre preocuparse de mi bienestar.

A la Universidad Técnica de Ambato y a la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología por haberme permitido formarme en sus aulas, por todos los conocimientos adquiridos durante toda la carrera que muy pronto serán aplicados en la vida profesional.

Al Doctor Jorge Briceño por haber confiado en mis capacidades, haberme extendido su amistad, sus conocimientos y tiempo de calidad en la realización del proyecto. A todos mis amigos por el apoyo brindado, experiencias, alegrías compartidas

Muchas gracias por todo.

## ÍNDICE GENERAL

CONTENIDO	PÁGINA
<b>PÁGINAS PRELIMINARES</b>	
PORTADA.....	I
APROBACIÓN DEL TUTOR.....	II
DECLARACIÓN DE AUTENTICIDAD.....	III
APROBACIÓN DE LOS MIEMBROS DEL TRIBUNAL DE GRADO.....	IV
DERECHOS DE AUTOR .....	V
DEDICATORIA .....	VI
AGRADECIMIENTO .....	VII
ÍNDICE GENERAL.....	VIII
ÍNDICE DE TABLAS .....	XI
ÍNDICE DE FIGURAS.....	XII
RESUMEN.....	XIII
ABSTRACT.....	XIV
CAPÍTULO I.....	1
1. EL PROBLEMA .....	1
1.1. Tema.....	1
1.2. Justificación.....	1
1.3. Objetivos .....	2
1.3.1. Objetivo General .....	2
1.3.2. Objetivos Específicos.....	2
CAPÍTULO II .....	3
2. MARCO TEÓRICO.....	3
2.1. Antecedentes investigativos .....	3
2.2. Hipótesis.....	6
2.2.1. Hipótesis nula (Ho) .....	6
2.2.2. Hipótesis alternativa (Ha) .....	6
2.3. Señalamiento de variables de la hipótesis.....	6
2.3.1. Variable independiente.....	6

2.3.2. Variable dependiente.....	6
CAPÍTULO III.....	7
3. METODOLOGÍA.....	7
3.1. MATERIALES.....	7
3.1.1. Materia prima.....	7
3.1.2. Instrumentos de laboratorio.....	7
3.1.3. Equipos de laboratorio.....	8
3.1.4. Reactivos.....	8
3.2. METODOLOGÍA.....	9
3.2.1. Recolección de la muestra de suelo.....	9
3.2.2. Selección de las muestras de melloco.....	10
3.2.3. Parámetros fisicoquímicos.....	10
3.2.3.1. Contenido de humedad de melloco por secado en estufa convencional....	10
3.2.3.2. Materia orgánica del suelo determinada por pérdida por ignición.....	10
3.2.3.3. pH y conductividad eléctrica.....	10
3.2.4. Metales totales en el suelo: fracción soluble en agua regia.....	11
3.2.5. Metales biodisponibles en el suelo: fracción soluble en EDTA.....	11
3.2.6. Metales en melloco.....	11
3.2.7. Determinación de metales: fracciones solubles en agua regia, en EDTA y melloco.....	12
3.2.8. Parámetros de calidad del método de la determinación de metales de melloco	12
3.2.9. Adición estándar a la muestra de melloco.....	13
3.2.10. Análisis de la curva de calibración estándar.....	13
CAPÍTULO IV.....	15
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	15
4.1. Lugar de muestreo del suelo de melloco.....	15
4.2. Propiedades del suelo.....	15
4.3. Caracterización de mellocos.....	17
4.4. Verificación del Calibrado con un material de referencia certificado.....	18
4.5. Evaluación del método para la determinación de melloco.....	18
4.6. Efecto matriz en Cu y Zn.....	20
4.7. Contenido de metales en suelo y melloco.....	23

4.8. Biodisponibilidad de metales .....	32
4.9. Límites de detección y cuantificación para suelo y melloco.....	39
CAPÍTULO V .....	40
7. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	40
7.1. Conclusiones .....	40
7.2. Recomendaciones.....	41
Bibliografías.....	42
ANEXOS .....	47

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>CONTENIDO</b>	<b>PÁGINA</b>
Tabla 1. Estándares de evaluación para suelos contaminados por metales pesados ....	5
Tabla 2. Lista de materiales que serán empleados en la verificación de la veracidad del método.....	14
Tabla 3. Valores de referencia reportados para clasificación de los suelos .....	16
Tabla 4. Caracterización del suelo muestreado.....	16
Tabla 5. Contenido de humedad de las muestras de melloco .....	17
Tabla 6. Verificación del calibrado .....	18
Tabla 7. Porcentaje de recuperación de cu, fe, mn y zn en melloco .....	19
Tabla 8. Metales analizados por horno de grafito en suelo.....	23
Tabla 9. Metales analizados por horno de grafito en melloco .....	24
Tabla 10. Metales analizados por llama en suelo.....	27
Tabla 11. Metales analizados por llama en melloco .....	28
Tabla 12. Condiciones instrumentales del equipo para cada elemento en la medición con horno de grafito .....	48
Tabla 13. Condiciones instrumentales del equipo para cada elemento en la medición con llama .....	49
Tabla 14. Datos experimentales obtenidos en un laboratorio certificada .....	52

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>CONTENIDO</b>	<b>PÁGINA</b>
Figura 1: Zona De Cultivo De Melloco .....	9
Figura 2: División De Las Parcelas Para Los 5 Puntos De Muestreo .....	15
Figura 3. Adición Estándar De Cu En Melloco .....	20
Figura 4. Adición Estándar De Zn .....	22
Figura 5. % De Biodisponibilidad Del Suelo.....	33
Figura 6. Fracción Biodisponible Para Cada Metal .....	36
Figura 7. Relación De Las Variedades De Melloco Vs Concentración Del Metal....	38
Figura 8. Melloco Amarillo .....	47
Figura 9. Melloco Blanco.....	47
Figura 10. Melloco Caramelo .....	47
Figura 11. Melloco Gallito.....	47
Figura 12. Melloco Rojo .....	47
Figura 13. Digestión De Las Muestras De Suelo.....	47
Figura 14. Muestras De Melloco Para La Digestión.....	47
Figura 15. Aforo De Las Muestras.....	47
Figura 16. Utilización Del Equipo .....	47
Figura 17. Curvas De Calibración Para Cada Metal .....	51

## RESUMEN

Ecuador es un país mega biodiverso con un impacto ambiental alto debido a las erupciones volcánicas que afectan el agua, el aire y el suelo, perjudicando así la agricultura y ganadería. En este estudio se evaluó el contenido de metales en suelos agrícolas de la parroquia Pilahuín del cantón Ambato y en 5 variedades de melloco (*Ullucus tuberosus*) adquiridas en distintos mercados de Ambato y Riobamba. Los metales totales se estimaron a partir de una fracción en agua regia y los metales biodisponibles por fracción con EDTA. El pH y conductividad eléctrica se determinó con una relación 1:2,5 p/v con agua destilada y la materia orgánica por pérdida por ignición. Se determinó potasio, magnesio, manganeso, cobre, hierro y cinc con el atomizador de llama y cobalto, estroncio, plomo, níquel y cadmio con horno de grafito. En todos los casos se usaron patrones acuosos monoelementales certificados para la elaborar diariamente la curva de calibrado. El contenido de los metales de la fracción soluble en agua regia se encontró por debajo de la norma de Calidad Ambiental del Recurso, Suelo y Criterios de Remedición para Suelos Contaminados del Ecuador. Además, de todos los metales estudiados en melloco se encontraron por debajo de la norma, a excepción del plomo en el melloco caramelito donde se encontró valores 0,15 mg/kg.

**Palabras clave:** metales biodisponibles, *Ullucus tuberosus*, Pilahuín, suelo agrícola, metales en alimentos

## ABSTRACT

Ecuador is a mega biodiverse country with a high environmental impact due to volcanic eruptions that affect water, air and soil, thus damaging agriculture and livestock. In this study, the metal content in agricultural soils of the Pilahuín parish of the Ambato canton and in 5 varieties of melloco (*Ullucus tuberosus*) acquired in different markets of Ambato and Riobamba was evaluated. Total metals were estimated from a fraction of regal water and bioavailable metals by fraction with EDTA. The pH and electrical conductivity were determined at a ratio of 1: 2,5 p/v with distilled water and the organic matter lost for ignition. Potassium, magnesium, manganese, copper, iron and zinc were determined with the flame and cobalt atomizer, strontium, lead, nickel and cadmium with graphite furnace. In all cases certified monoelemental aqueous patterns were used to prepare the calibration curve daily. The content of the metals of the soluble fraction in regal water was found below the Environmental Quality norm of the Resource, Soil and Remediation Criteria for Contaminated Soils in Ecuador. In addition, of all the metals studied in melloco they were found below the norm, with the exception of lead in caramelito melloco where values 0,15 mg/kg were found.

**Keywords:** Pilahuín, agricultural soil, *Ullucus tuberosus*, bioavailable metals, food metals

# CAPÍTULO I

## EL PROBLEMA

### 1.1. Tema

ESTUDIO DEL CONTENIDO DE METALES BIODISPONIBLES EN VARIEDADES DE MELLOCO (*Ullucus tuberosus*), MEDIANTE ABSORCIÓN ATÓMICA DE LLAMA Y HORNO DE GRAFITO.

### 1.2. Justificación

El planeta Tierra está en una etapa de activación volcánica, de tal manera muchos volcanes a nivel mundial se encuentran en estado eruptivo, específicamente los de la Cadena del Pacífico. Ecuador se encuentra en dicha cadena (**Survey, Casadevall, & Thompson, 2011**).

El Ecuador es conocido por ser un país biodiverso, pero existe un índice alto de impacto ambiental, uno de ellos corresponde a las erupciones volcánicas, en diferentes escalas y ubicándose en distintos niveles socio ecológico (**Bravo Velasquez, 2014**). Las erupciones volcánicas para el país son consideradas un desastre natural presentándose en diferentes episodios, con magnitudes variables y con diversos impactos negativos generados al ambiente de acuerdo a la zona de erupción como: alteración de la calidad del aire, impactos en las cuencas hidrográficas, alteraciones en el suelo, efectos en la agricultura y ganadería, entre otros (**MINISTERIO DEL AMBIENTE, 2016**).

Las emisiones continuas de vapor con contenidos de ceniza por el volcán Tungurahua y el cambio continuo de la dirección del viento que lleva en si la nube de cenizas son la causa principal de problemas a los agricultores y ganaderos de la región.

Los alimentos son importantes en la comida diaria, debido a que contienen vitaminas, minerales, proteínas y más. Como consumidor de dichos alimentos, hay que tomar en cuenta la procedencia del mismo ya que dicho producto podría contener una acumulación de metales pesados por contaminación ambiental, por la cercanía de los volcanes a los sembríos, por la contaminación del agua, como lo que ocurre en la provincia de Tungurahua.

Metales como cadmio, plomo, cinc, y mercurio, son considerados como los agentes tóxicos más peligrosos asociados a contaminación ambiental e industrial según (Siebe, 1994). Esto constituye un peligro para el medio ambiente, flora y fauna, ya que son componentes con una gran estabilidad química ante los procesos de biodegradación en los suelos (Mancera, 2006).

Con el propósito de ampliar el conocimiento sobre la presencia de metales en un suelo agrícola y en melloco, con este trabajo de investigación se realizará una evaluación en la zona de Pilahuín, en la provincia de Tungurahua, donde será comparado los valores obtenidos de contenido de metales con los límites máximos permisibles indicados por la legislación vigente en Ecuador.

### **1.3.Objetivos**

#### **1.3.1. Objetivo General**

- Evaluar el contenido de metales en 5 variedades de melloco, cultivadas en suelos agrícolas cercanos al volcán Tungurahua, según la relación entre el contenido de metales obtenidos y la legislación ecuatoriana

#### **1.3.2. Objetivos Específicos**

- Cuantificar los metales cadmio, cobalto, níquel, plomo, estroncio, potasio, magnesio, manganeso, cobre, hierro y cinc en 5 variedades de melloco.
- Cuantificar los metales cadmio, cobalto, níquel, plomo, estroncio, potasio, magnesio, manganeso, cobre, hierro y cinc en suelos agrícolas del cantón Ambato, parroquia Pilahuín.
- Emplear la espectrometría de absorción atómica de llama y de horno de grafito para la determinación de metales en muestras de naturaleza variada.

## **CAPÍTULO II**

### **MARCO TEÓRICO**

#### **2.1. Antecedentes investigativos**

En el Ecuador, el melloco es el segundo tubérculo más importante después de la papa. El Departamento Nacional de Recursos Fitogenéticos (DENAREF) del Instituto Nacional de Investigaciones Agropecuarias INIAP están realizando actividades sobre su uso, manejo y conservación ex situ del melloco. Además, INIAP realizó la caracterización morfológica basándose en descriptores discriminantes relacionados al tubérculo como: color primario y secundario, forma, largo, ancho, peso de tubérculos y días a la madurez (**Naranjo Quinaluisa et al., 2019**).

Los principales centros de producción de melloco se localizan en las provincias de Carchi, Imbabura, Pichincha, Cotopaxi, Tungurahua, Chimborazo y Cañar; en las provincias no mencionadas del país, el cultivo casi ha desaparecido, cabe mencionar que dichas provincias están rodeadas de volcanes y nevados que pueden afectar dichos cultivos. En la provincia de Tungurahua, la zona de Pilahuín la producción de los tubérculos andinos como el melloco, se basa en un clima subpáramo-húmedo. En esta zona el intervalo de temperatura promedio anual va desde 7 a 12 °C (**Pozo, 2000**).

Por las erupciones volcánicas, el aire, el agua y el suelo son contaminados. El suelo corresponde a un medio estático, de tal manera que los contaminantes pueden alojarse en el sitio durante mucho tiempo. La acumulación de contaminantes a largo plazo especialmente los inorgánicos como son los metales pesados, no pueden ser degradados por el suelo. Su persistencia, acumulación progresiva y/o su transferencia a otros sistemas corresponde un peligro para la salud humana y la de los ecosistemas (**Becerril et al., 2007**).

#### **Presencia de Metales en los Suelos**

Los metales pesados en el suelo se encuentran presentes como componentes naturales o como consecuencia de las actividades antropogénicas. En los suelos se pueden encontrar diferentes metales como son: silicio, aluminio, hierro, calcio, sodio, potasio

y magnesio para el metabolismo vegetal. Al plomo, cadmio, mercurio, cinc, cobre, plata entre otros se los denomina metales pesados puesto que son elementos químicos que presentan una densidad de por lo menos cinco veces mayor que la del agua (Gómez, 2003).

El principal riesgo del plomo es su toxicidad. En el ser humano, el Pb no es metabolizado, es absorbido por inhalación, ingestión o a través de la piel y se excreta directamente. El cadmio es uno de los metales pesados con mayor tendencia a acumularse en las plantas, causa desequilibrios en la nutrición humana y déficit en el transporte de agua en las plantas (Nordberg, 2012). El cinc es un nutriente esencial que no se acumula en el organismo, varias sales de cinc pueden entrar al organismo por inhalación, por medio de la piel, por ingestión y producir intoxicación en altas concentraciones (Reyes, Vergara, Torres, & Díaz, 2016).

Las actividades geológicas naturales, como desgastes de cerros y volcanes, aportan metales pesados al suelo. En el suelo, los metales pesados, pueden estar presentes como iones libres o disponibles, compuestos de sales metálicas solubles o insolubles, parcialmente solubilizables como óxidos, carbonatos e hidróxidos (Mendez, Ramírez, Gutiérrez, & Garcia, 2008).

Cuando los metales pesados en el suelo superan los límites máximos permitidos por la legislación ecuatoriana, causan inhibición del crecimiento, perjudican el desarrollo de las plantas, y ocurre una reducción de las poblaciones microbianas del suelo. Lo que se conoce como “polución de suelos” (Abollino et al., 2002).

En el Tabla 1 se presenta los valores propuestos para tres metales tóxicos (Cadmio, Cromo y Plomo) y para el metaloide (Arsénico), los Valores A corresponde al límite superior de concentración frecuente de metales pesados encontrados en suelos, los Valores de B al nivel aceptable de metales pesados en suelos, y los Valores de C a los niveles excesivos en altas concentraciones de metales que indican la inmediata intervención para soluciones. Los niveles de concentración de metales pesados consideran el nivel asimilable por las plantas, por ejemplo, por extracción con HCl de 0,1M.

**Tabla 1.** Estándares de evaluación para suelos contaminados por metales pesados.

<b>Elemento</b>		<b>Valor A</b>	<b>Valor B</b>	<b>Valor C</b>
<b>Arsénico</b>	Extracción HCl 0,1 M	-	-	-
	Concentración total	16,0	30,0	40,0
<b>Cadmio</b>	Extracción HCl 0,1 M	0,4	1,0	2,0
	Concentración total	2,0	4,0	5,0
<b>Cromo</b>	Extracción HCl 0,1 M	12,0	25,0	40,0
	Concentración total	100,0	250,0	400,0
<b>Plomo</b>	Extracción HCl 0,1 M	18,0	150,0	200,0
	Concentración total	50,0	300,0	500,0

Fuente: (Mendez et al., 2008)

Se utilizó HCl porque se puede extraer la concentración máxima con este ácido y por ser el agente con mayor poder de extracción para algunos metales, de tal manera en la extracción con HCl 0,1M proporciona iones cloruro que reacciona con los iones de los metales de Cadmio, Cromo y Plomo, separando así cada metal, permitiendo obtener la aproximación de lo que podría ser los metales totales en suelo, con la digestión de los metales lábiles en suelo, los niveles de concentración de metales pesados consideran no sólo el contenido total en suelos, sino también el nivel asimilable por las plantas (Mendez et al., 2008).

Para la medición de los diferentes metales se los realiza por espectrofotometría de absorción atómica. Las muestras son vaporizadas mediante un método a altas temperaturas llamado atomización y son principalmente tres: con llama, electrotérmica y con plasma. Cuando existe concentraciones de metales muy bajas se utiliza la atomización electrotérmica (horno de grafito), y si existe altas concentraciones y no se requiere alta sensibilidad suele utilizarse la atomización con llama (Obiol, 2013).

La atomización en horno de grafito se realiza en cuatro etapas: la primera etapa es de secado, se emplea una temperatura de hasta 110°C, quedando un residuo sólido de la muestra seca. En la segunda etapa denominada de pirólisis o calcinación, la temperatura aumenta en algunos casos hasta 1200°C (dependiendo del analito) donde todo el material orgánico de las muestras se convierte en CO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>O y los materiales

inorgánicos volátiles se evaporan. En la tercera etapa, ocurre la atomización, los metales de la muestra se atomizan a una temperatura de 1800-2700°C, y finalmente, en la cuarta etapa, de limpieza, se usa una temperatura ligeramente superior a la empleada en la etapa de atomización (**Institucional de la Universidad de Alicante, 2014**).

En la espectrofotometría de emisión de llama, la muestra en solución, es nebulizada e introducida dentro de la llama, en donde es desolvatada, vaporizada y atomizada, todo esto en rápida sucesión. Además, los átomos y las moléculas se elevan a estados excitados por colisiones térmicas con los constituyentes de los componentes de la llama parcialmente quemados (**Buscio, Álvarez, & Gutiérrez Bouzán, 2009**).

## **2.2.Hipótesis**

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

El contenido de metales en las muestras de suelos y en melloco estudiadas no supera los límites establecidos por la legislación vigente.

### **2.2.2. Hipótesis alternativa (H<sub>a</sub>)**

El contenido de metales en las muestras de suelos y en melloco estudiadas superan los límites establecidos por la legislación vigente.

## **2.3.Señalamiento de variables de la hipótesis**

### **2.3.1. Variable independiente**

Suelo agrícola y Melloco (*Ullucus tuberosus*): Amarillo, Blanco, Caramelo, Gallito y Rojo.

### **2.3.2. Variable dependiente**

Contenido de cadmio, cobalto, níquel, plomo, estroncio, potasio, magnesio, manganeso, cobre, hierro y cinc.

## **CAPÍTULO III**

### **METODOLOGÍA**

#### **3.1. Materiales**

##### **3.1.1. Materia prima**

En la ejecución del proyecto de investigación se utilizó 5 diferentes matrices de Melloco (*Ullucus tuberosus*) tales como: Melloco amarillo, Melloco blanco, Melloco caramelo, Melloco gallito y Melloco rojo, en las figuras 8,9,10,11 y 12 del Anexo 1 se muestra una imagen de las distintas variedades. Adicionalmente, se analizó un suelo de sembríos del cantón Ambato de la parroquia Pilahuín donde típicamente se cultiva melloco.

##### **3.1.2. Instrumentos de laboratorio**

- Balones de aforo (5 ml  $\pm$  0,025; 10 ml  $\pm$  0,025 y 25ml  $\pm$  0,04)
- Fundas plásticas
- Tamiz malla No 14
- Micropipetas (100  $\mu$ l-1000  $\mu$ l, 2  $\mu$ l-20  $\mu$ l y 20  $\mu$ l -200  $\mu$ l)
- Puntas de micropipetas
- Matraces erlenmeyer (100 ml y 250 ml)
- Pissetas
- Goteros
- Pinzas
- Mortero y pistilo
- Crisoles de porcelana (30 ml)
- Gradillas
- Jeringas (1 ml)
- Filtros para jeringas (tamaño de poro 0,45 $\mu$ m)
- Agitadores magnéticos
- Embudos (15 cm de diámetro)
- Computadora portátil
- Vasos de precipitación (250 ml)
- Probetas (10 ml y 250 ml)

- Desecador

### **3.1.3. Equipos de laboratorio**

- Agua purificada de un sistema Mili Q (Thermo Scientific, Inglaterra, UK)
- Balanza analítica XPE204
- Conductímetro THERMO SCIENTIFIC ORION VERSASTAR
- Estufa BINDER VWR
- Mufla NABERTHERM LT 15/12/B180
- pH-metro METTER TOLEDO SEVENCOMPACT PH/ION
- Balanza analítica METTLER TOLEDO XPE204
- Cámara de extracción de gases NOVATECH-CE120BA
- Centrífuga EPPENDORF 5702
- Espectrómetro de Absorción Atómica PG INSTRUMENTS modelo AA500
- Plancha de calentamiento con agitación magnética VWR
- Secador de bandejas con corriente convectiva de aire caliente CD160 GANDER
- Vórtex VWR

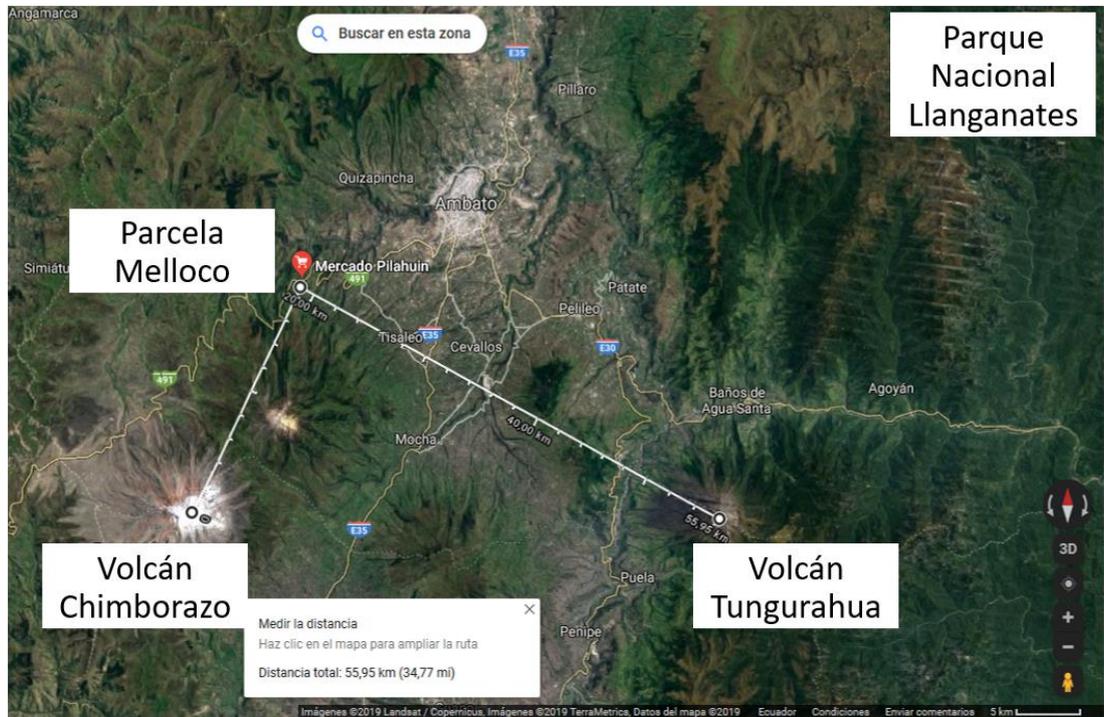
### **3.1.4. Reactivos**

- Agua Milli Q.
- Ácido clorhídrico concentrado (99%, Fisher Scientific, Países).
- Ácido nítrico concentrado (70%, Fisher Scientific,).
- Estándares monoelementales para absorción atómica (Cu, Fe, Mg, Mn, K, Co, Pb, Sr, Ni, Zn 1000 mg/l AccuStandart, New Haven, USA).
- Material de referencia certificado acuoso de cadmio, plomo, cromo y níquel para determinar la veracidad del método (Merck, Darmstadt, Alemania)
- Óxido de lantano (99,5% Merck Darmstadt, Alemania).
- Óxido nitroso grado USP pureza 99,5 mínimo, Linde S.A. Ecuador.
- Acetileno AA grado 2,5 pureza 99,5%, Linde S.A. Ecuador.
- Argón AP Grado 5,0; 8 m<sup>3</sup> pureza 99,99%, Linde S.A. Ecuador.

## 3.2. Metodología

### 3.2.1. Recolección de la muestra de suelo

El suelo fue seleccionado de un terreno de aproximadamente 400 m<sup>2</sup> ubicado en la parroquia Pilahuín a unos 36 km del volcán Tungurahua y 20 km del Chimborazo (Figura 1) en donde se encontró cultivo de melloco. Posteriormente se dividió en áreas uniformes para la recolección de las muestras en función de su extensión. Para la toma de muestras de cada punto, se utilizaron materiales apropiados como: pala, bolsa plástica, y etiquetas, observándose también: color del suelo, labranza, siembra, localización (Fiege, 2014).



**Figura 1:** Zona de cultivo de melloco

**Fuente:** Google Earth, 2019

Se realizó un muestreo sistemático para la recolección del suelo, se hizo un hueco con una pala en forma de “V” de 20 a 30 cm de profundidad. De uno de sus lados se tomó una porción de 2 o 3 cm de espesor. Con un cuchillo se quitó los bordes y se desechó ese suelo, dejando 5 cm de ancho. Se tomó la parte separada de suelo y se colocó en una funda plástica limpia y se etiquetó con su respectivo nombre, se

mezcló homogéneamente el suelo tomando 1 kg aproximadamente de cada punto **(Bautista, Palacio, & Delfin, 2011)**.

Las muestras de suelo fueron sometidas por un proceso de secado a temperatura ambiente, molienda y tamizado con una malla No. 50 para posteriores análisis **(Bautista et al., 2011)**.

### **3.2.2. Selección de las muestras de melloco**

Las muestras fueron seleccionadas de distintos sitios de distribución o en los mercados mayoristas. En la ciudad de Ambato se adquirieron melloco rojo y amarillo, en la parroquia de Santa Rosa melloco blanco y en la ciudad de Riobamba melloco gallito y caramelo.

Las muestras de melloco fueron sometidas a un proceso de lavado, secado por convección con aire caliente a 60 °C durante 24 h hasta peso constante, molienda y tamizado con una malla No. 50 para posterior análisis **(Bautista et al., 2011)**.

### **3.2.3. Parámetros fisicoquímicos**

#### **3.2.3.1. Contenido de humedad de melloco por secado en estufa convencional**

Se pesó de 2 a 3 g de muestra en una cápsula (previamente secada y pesada a 4 h a 450° C). Se secó las muestras en la estufa 24 h a 110°C hasta peso constante. Se retiró las muestras de la estufa, se dejó enfriar en el desecador y se pesó cuando llegó a temperatura ambiente **(Kim et al., 2015)**.

#### **3.2.3.2. Materia orgánica del suelo determinada por pérdida por ignición**

Para el contenido de materia orgánica del suelo se pesó 5 g y se determinó por diferencia de peso entre la muestra secada a 110 °C y luego de calcinar a 450°C hasta peso constante **(Kim et al., 2015)**.

#### **3.2.3.3. pH y conductividad eléctrica**

Se pesó 10 g de la muestra de suelo en tubos de centrífuga, se colocó agua destilada en una relación p/v de 1:2,5 (25 ml de agua Milli Q), posteriormente se centrifugó

por 10 min a 5000 rpm y se separó el sobrenadante. Finalmente, se determinó el pH y la conductividad eléctrica al sobrenadante (Dezzeo, 2013).

#### **3.2.4. Metales totales en el suelo: fracción soluble en agua regia**

Para la estimación de metales totales en suelo se utilizó agua regia. A 0,5 g de suelo, se colocó 2 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado y 6 ml de HCl concentrado, se calentó las muestras a 90°C por 2 h. Finalmente se filtró y se aforó a 25 ml las muestras con HNO<sub>3</sub> 0,14 M (García et al., 2006).

#### **3.2.5. Metales biodisponibles en el suelo: fracción soluble en EDTA**

Para la estimación de los metales biodisponibles en el suelo, se pesó 10 g de la suelo secado al aire y tamizado, se añadió 20 ml de la mezcla extractante (EDTA 0,05 M, trietanolamina 0,1 M, cloruro de calcio dihidratado 0,01 M, agua a pH 7), se colocó en un agitador orbital por 2 h y se centrifugó separando el sobrenadante, se añadió 3 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado al sobrenadante y se calentó por 2 h. Finalmente se filtró y se aforó a 50 ml con HNO<sub>3</sub> 0,14 M (García et al., 2006).

#### **3.2.6. Metales en melloco**

Se pesó 0,8 g de melloco, se realizó una calcinación a 450 °C por 10 h, seguido de una digestión ácida. A las muestras calcinadas se agregó 500 µl de HCl concentrado y 250 µl de HNO<sub>3</sub> concentrado para disolver las cenizas, luego se dejó en reposo por 15 min, se filtró con microfiltros con tamaño de poro 0,45µm. Finalmente, fue aforado a 25 ml con HNO<sub>3</sub> 0,14M (AOAC, 2000).

**Nota:** La filtración es un proceso unitario de separación de sólidos en una suspensión a través de un medio mecánico poroso, durante la filtración en las muestras de suelo y melloco después de la digestión, pudo haber quedado metal en el filtro, tomando en cuenta que las mediciones realizadas de las concentraciones de los metales estaban presentes en la muestra original y se podría decir que, en la muestra original existía una cantidad mayor de metal que en las mediciones realizadas.

### **3.2.7. Determinación de metales: fracciones solubles en agua regia, en EDTA y melloco**

Las mediciones de las concentraciones mínimas de los metales: cadmio, cobalto, níquel, plomo, estroncio, potasio, magnesio, manganeso, cobre, hierro y cinc se realizó en un espectrofotómetro de absorción atómica con fuente de línea (PG Instruments modelo AA500) empleando el atomizador de llama o el horno de grafito como sistema de atomización en función de la concentración de cada uno de los metales. Este instrumento usa una lámpara de deuterio D<sub>2</sub>, para corregir la absorbancia inespecífica. Se utilizó estándares monoelementales acuosos (AccuStandart, New Haven, USA) de referencia certificada de cada metal para la realización de las curvas de calibración (Obiol, 2013). Se ajustó el instrumento a las condiciones que especifica el fabricante para cada uno de los elementos estudiados.

Los metales minoritarios como: cobalto, estroncio, plomo, níquel y cadmio se determinaron mediante absorción atómica con horno de grafito que tiene mayor sensibilidad que el atomizador de llama que se empleó para los metales mayoritarios: potasio, magnesio, manganeso, cobre, hierro y cinc.

El estándar de cada metal se preparó el día de la determinación diluyendo los estándares de 1000 mg/l (AccuStandard,) con soluciones 0,14 M de HNO<sub>3</sub> en agua ultra purificada de un sistema Milli Q (Thermo Scientific, Inglaterra, UK.). Se realizó una dilución adecuada en los casos que fue necesario empleando HNO<sub>3</sub> 0,14 M. Las concentraciones de las muestras fueron determinadas por comparación directa frente a la curva de calibrado realizada con los patrones monoelementales de cada metal.

### **3.2.8. Parámetros de calidad del método de la determinación de metales de melloco**

Para evaluar el efecto matriz se hizo la comparación de la pendiente del calibrado obtenido a partir de los patrones acuosos (manganeso y cinc) frente a la pendiente de calibrado obtenido a partir de patrones acuosos a los que se les adicionó una

cantidad fija del extracto evaluado (disolución de melloco). Se desea que, exista diferencias significativas en ambas pendientes. **(Ahumada & Guerrero, 2013).**

Para ello, se realizó una curva de calibración de los metales de manganeso y cinc. El porcentaje de efecto matriz se calculó de manera estadística por F-Fisher a un nivel de confianza del 95%. **(Ahumada & Guerrero, 2013).**

### **3.2.9. Adición estándar a la muestra de melloco**

Para la eficiencia de la calcinación del melloco, se estudió el porcentaje de recuperación. A 0,8 g de melloco, se añadió 750 µl de una disolución que contiene 60 ppm de hierro, 10 ppm de manganeso, 30 ppm de cinc y 210 ppm de cobre, las muestras se realizaron por quintuplicado. Además, se pesó 0,8 g de melloco con 750 µl de HNO<sub>3</sub> 0,14 M por quintuplicado y se siguió lo descrito en el apartado 3.2.6. Finalmente, se midió las concentraciones mínimas de metales de hierro, manganeso, cinc y cobre en un espectrofotómetro de absorción atómica empleando el atomizador de llama **(Baghban, Shabani, Dadfarnia, & Jafari, 2009).**

### **3.2.10. Análisis de la curva de calibración estándar**

Todas las muestras se procesaron por quintuplicado, se incluyó un blanco intercalado entre las muestras y el día del análisis se realizó una curva de calibración estándar a partir de patrones acuosos monoelementales enlistados en la Tabla 2.

La calidad de los datos se verificó mediante el análisis de un punto de calibración, además se utilizó de manera independiente un material de referencia certificado acuoso de lote QT-0024858 que contenía cadmio, plomo y níquel para determinar la veracidad de la curva de calibración estándar. En todos los casos se realizó el procedimiento cumpliendo con los criterios de verificación del método.

**Tabla 2.** Lista de materiales que serán empleados en la verificación del método.

<b>Elemento</b>	<b>N° de Catálogo</b>	<b>N° de Lote</b>	<b>Proveedor</b>
<b>Cd</b>	AA08N-1	214015095	AccuStandart, New Haven, USA
<b>Co</b>	AA14N-1	215035019	AccuStandart, New Haven, USA
<b>Cu</b>	AA15N-1	216095036	AccuStandart, New Haven, USA
<b>Fe</b>	STD-Fe	STDSFE18B1	PG Instrument, Lutterworth, Reino Unido
<b>K</b>	AA43N-1	216045178	AccuStandart, New Haven, USA
<b>Mg</b>	AA32N-1	215025028-01	AccuStandart, New Haven, USA
<b>Mn</b>	AA33N-1	215105110	AccuStandart, New Haven, USA
<b>Sr</b>	AA55N-1	214015103-01	AccuStandart, New Haven, USA
<b>Pb</b>	AA29N-1	215015115	AccuStandart, New Haven, USA
<b>Ni</b>	AA37N-1	215105040-01	AccuStandart, New Haven, USA
<b>Zn</b>	AA70N-1	218035143	AccuStandart, New Haven, USA
<b>Cd, Pb y Ni</b>	PE3132	QT-0024858	Merck, Darmstadt, Alemania

## CAPÍTULO IV RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1. Lugar de muestreo del suelo de melloco

Las muestras de suelo fueron recolectadas de un lote de terreno de 400 m<sup>2</sup> (10×40 m aproximadamente) en el que había sembríos de melloco, ubicado en la parroquia Pilahuín del cantón Ambato, cercano al volcán Carihuairazo y alejado del volcán Tungurahua (Figura 1). En la figura 2 se muestra la división de la parcela para los 5 puntos de muestreo.



Figura 2: División de las parcelas para los 5 puntos de muestreo

**Fuente:** Google Earth, 2019

### 4.2. Propiedades del suelo

Las propiedades fisicoquímicas del suelo dependen de las condiciones geográficas de la zona, además de las condiciones meteorológicas y a su vez de la contaminación que presente. Para el pH, conductividad eléctrica, materia orgánica y contenido de metales totales de los suelos, se tomó como referencia la legislación ecuatoriana (**Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, 2003**), en la Tabla 3 se indican los valores establecidos por la citada norma.

**Tabla 3.** Valores de referencia reportados para clasificación de los suelos

<b>Propiedad</b>	<b>Clasificación</b>	<b>Valor</b>
<b>pH</b>	Fuertemente ácido	< 5
	Moderadamente ácido	5,1 - 6,5
	Neutro	6,6 – 7,3
	Medianamente alcalino	7,4 – 8,5
	Fuertemente alcalino	>8,5
<b>Conductividad eléctrica [dS/m]</b>	Efectos despreciables de salinidad	< 1,0
	Muy ligeramente salino	1,1 – 2,0
	Moderadamente salino	2,1 – 4,0
	Suelo salino	4,1 – 8,0
	Fuertemente salino	8,1 – 16,0
	Muy fuertemente salino	>16,0
<b>Materia orgánica [%]</b>	Muy bajo	< 4
	Bajo	4,1 - 6,0
	Medio	6,1 – 10,9
	Alto	11,0 – 16,0
	Muy alto	>16,1

Como resultado de la caracterización del suelo agrícola estudiado, se muestra en la Tabla 4 que el pH estuvo con valores de 5,79 a 6,47 que son moderadamente ácidos de acuerdo a la norma (**Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, 2003**). El aumento o disminución del pH del suelo depende de varios componentes como el sustrato, el agua y el uso de fertilizantes (**Barbaro, Lorena; Karlanian, Mónica; Mata, 2000**).

**Tabla 4.** Caracterización del suelo muestreado

<b>Puntos de muestreo</b>	<b>CE [dS/m]</b>	<b>pH H<sub>2</sub>O</b>	<b>MO [%]</b>
1	0,80 (3,30)	5,79 (0,006)	12,47 (0,001)
2	0,56 (2,37)	5,85 (0,003)	11,80 (0,001)
3	0,94 (3,43)	5,68 (0,007)	12,70 (0,001)
4	1,11 (1,44)	6,49 (0,015)	12,49 (0,001)
5	1,40 (8,04)	6,57 (0,022)	12,78 (0,002)

Los datos corresponden a los promedios y entre paréntesis a la desviación estándar con n=4

En bibliografía se encontró que los suelos para cultivos de melloco son ricos en materia orgánica y tienen un pH entre 5,5 y 6,5, que corresponde a un buen pH de cultivo (Naranjo Quinaluisa et al., 2019). Además, la acidez del suelo disminuye el rendimiento de los cultivos, reduciendo el crecimiento radicular, la absorción de agua y nutrientes (Bernier & Alfaro, 2006).

Para la conductividad eléctrica del suelo analizado (Tabla 4) se obtuvieron valores de 0,56 a 1,40 dS/m resultando ser muy ligeramente salinos (Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, 2003), desde un punto de vista agronómico esta salinidad es satisfactoria para el crecimiento de la planta (Campitelli, Aoki, Gudelj, Rubenacker, & Sereno, 2010).

La materia orgánica del suelo (Tabla 4) resultó con valores de 11,80 a 12,78 % siendo un suelo con alto contenido de materia orgánica (Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, 2003). La materia orgánica se descompone con la ayuda de los microorganismos produciendo constantemente dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) permitiendo así el perfecto desarrollo de la planta. Un bajo contenido en materia orgánica y nutrientes, bajo pH, fuertemente salino, de estructura pobre e insuficiente retención hídrica, provoca la biodisponibilidad de metales en el tubérculo, caso que no ocurre en las muestras de suelo analizadas lo cual nos indica que el suelo se encuentra en buen estado para el sembrío (Cacchiarelli, Galantini, & Rosell, 2008).

#### 4.3. Caracterización de mellocos

La humedad representa un mecanismo de transporte de sustancias y nutrientes. En la Tabla 5 nos demuestra el contenido de humedad de las 5 variedades de melloco.

**Tabla 5.** Contenido de humedad de las muestras de melloco

Tipo de melloco	Amarillo	Blanco	Caramelo	Gallito	Rojo
<b>Humedad</b>	89,72	85,40	88,16	84,68	87,24
<b>[%]</b>	(0,008)	(0,003)	(0,007)	(0,007)	(0,003)

Los datos corresponden a los promedios y entre paréntesis a la desviación estándar para n=5.

El contenido de humedad estuvo entre 84,68% a 89,72%, los elementos que determinan el grado de madurez de un producto, la variedad, además, el clima y la

zona geográfica del suelo influyen en la composición del tubérculo (Espín, Villacrés, & Brito, 2004).

#### 4.4. Verificación del Calibrado con un material de referencia certificado

Una curva de calibración se construyó mediante la recopilación de las señales analíticas de diferentes soluciones estándar presentados al método propuesto para la determinación de metales (AOAC, 2000). La validación del método es una actividad clave en la cadena de trazabilidad en química analítica. Los datos de aceptación para la verificación del calibrado se encuentran en la Tabla 6.

**Tabla 6.** Verificación del Calibrado

Metal	Ventana de aceptación		Valor obtenido	
	Min.	Máx.	Min.	Máx.
Ni	441	819	617	628
Pb	114	212	174	184
Cd	114	212	114	124

Min. y Máx. son los valores mínimos y máximos en  $\mu\text{g/l}$  de cada metal calculados con  $\bar{x} \pm \frac{ts}{\sqrt{n}}$ , donde:  $\bar{x}$ = promedio,  $t$ = t crítico para  $\alpha = 0,05$ ,  $s$ = desviación estándar y  $n= 5$ .

Se elaboró en 5 días diferentes una curva de calibrado para cadmio, níquel y plomo empleando estándares certificados acuosos (Tabla 2), y para verificar el calibrado se utilizó un material de referencia certificado (incluye conjuntamente níquel, plomo y cadmio) con lote QT-0024858 (Merck, Darmstadt, Alemania). Los valores mínimos y máximos entraron en la ventana de aceptación, demostrando que el método es viable de acuerdo con los valores certificados.

#### 4.5. Evaluación del método para la determinación de melloco

El porcentaje de recuperación se utilizó para verificar posibles pérdidas o contaminación de los metales durante el tratamiento de la muestra de melloco, para ello se adicionó una cantidad conocida de manganeso, cobre, hierro y cinc a las muestras de melloco. Y se siguió el tratamiento como se indica en el apartado 3.2.6. antes de la digestión. El porcentaje de recuperación se calculó mediante la fórmula 1:

$$\%R = \frac{C_x - C_{bx}}{C_a} * 100\% \quad \text{Fórmula 1}$$

Donde:

$C_x$  = Masa de la muestra con adición de metal (ng)

$C_{bx}$  = Masa de la muestra sin adición de metal (ng)

$C_a$  = Cantidad de metal añadido a la muestra (ng)

A modo de ejemplo se presenta los cálculos para el ensayo de recuperación de cobre y los resultados del resto de metales se presentan en la tabla 7. A 0,8 g. de melloco se adicionó 157,5  $\mu$ g cobre a partir de un patrón preparado a 210 ppm. Posterior al tratamiento de la muestra se obtuvo 291.39  $\mu$ g de cobre. En un ensayo de la misma muestra de melloco sin la adición de cobre se obtuvo 137,29 ng de cobre. El porcentaje de recuperación se aplica en la fórmula 1 y se obtiene un 98 por ciento de recuperación.

$$\%R = \frac{291,39-137,288}{157,5} * 100\% = 98\% \text{ Cobre}$$

**Tabla 7.** Porcentaje de recuperación de Cu, Fe, Mn y Zn en melloco

<b>Metal</b>	<b>Porcentaje de Recuperación [%]</b>
Cu	101,50 (0,05)
Mn	93,00 (0,01)
Zn	96,00 (0,07)
Fe	106,00 (0,06)

Los datos corresponden a los promedios y entre paréntesis la desviación estándar con n=2

En la Tabla 7 se muestran los porcentajes de recuperación para todos los metales de cobre manganeso, cinc y hierro, donde se obtuvo valores mayores del 90-110%. Dichos resultados indicaron que el método propuesto es confiable y adecuado para los tipos de muestras examinados en suelo y melloco (**Mark & Keller, 2004**).

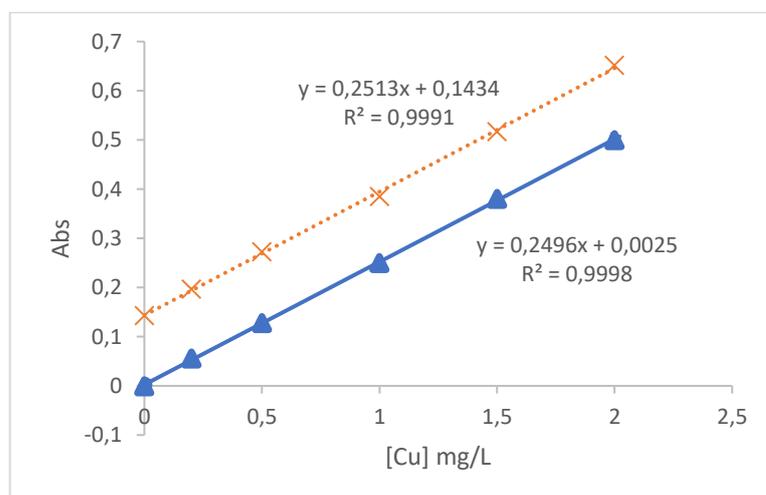
El porcentaje de recuperación se realiza para verificar el posible comportamiento del analito dentro de la matriz frente al comportamiento del analito en el estándar acuoso. No se utilizó con materiales de referencia idénticos en composición a la muestra, sino similares (estándares). Con todo, éstos darán un alto nivel de confianza en la validación del método. Dependiendo de los niveles de concentración que se están midiendo se puede establecer que la medición debe estar, por ejemplo, dentro de  $\pm 2\%$  del valor certificado, o quizá  $\pm 10\%$  si es un análisis de trazas, que en nuestro caso corresponde a un análisis traza obteniendo valores  $100 \pm 10\%$ . (**Gary, 2009**)

La medición de la exactitud del método es fundamental en este tipo de determinaciones, por lo cual esta medida representa la coherencia entre los valores

experimentales y los de referencia, tomando en consideración el porcentaje de recuperación. Para el caso del cobre en estudios previos reportan porcentajes de 94,90 a 106,11 %, que son semejantes al obtenido de 101,5 % (Jara & García, 1996).

#### 4.6.Efecto matriz en Cu y Zn

Para evaluar el comportamiento de los metales en el melloco se estudió el efecto matriz, el cual se basa en el comportamiento de los metales en el melloco comparado con el comportamiento del mismo metal en el estándar acuoso (Kojuncu et al., 2004), los resultados se muestran en la Figura 3 para el cobre.



**Figura 3.** Adición estándar de Cu en melloco

La línea continua de la Figura 3 corresponde a la recta de calibración empleando los estándares acuosos  $y_1=m_1[\text{Cu}] + b_1$ , y la línea discontinua corresponde a la adición estándar empleando la muestra de melloco  $y_2=m_2[\text{Cu}] + b_2$ . Para la evaluación del efecto matriz se comparó las pendientes  $m_1$  y  $m_2$  con un criterio de 95% de confianza. A continuación, se presenta un ejemplo de cálculo para cobre.

Pendiente de Calibración = Pendiente de Adición

$$m_1 \pm s_{m1} = m_2 \pm s_{m2}$$

Donde:

$m_i$  y  $s_i$  corresponden a la pendiente y la desviación estándar obtenidas a partir del ajuste por mínimos cuadrados.

$$0,2496 \pm 0,0019 = 0,2513 \pm 0,0037$$

Para verificar si las 2 varianzas son homogéneas se utilizó la prueba de Fisher para evaluar si hay diferencias entre las 2 varianzas (Fórmula 2) con 5 grados de libertad al 95% de confianza donde:

$$F = \frac{s_1^2}{s_2^2} \quad \text{Fórmula 2}$$

$$F = \frac{0,0019^2}{0,0037^2} = 0,25$$

F calculado < F crítico

$$0,25 < 5,05$$

Dado que F calculado no supera el valor de F crítico se demuestra que las varianzas pertenecen a la misma población. Por lo tanto, se pueden mezclar las varianzas para obtener la varianza combinada. Se realizó la prueba t de Student (Fórmula 4) para la determinación de las diferencias entre dos varianzas muestrales con 10 grados de libertad al 95% de nivel de confianza. Primero se calcula  $s^2$  (Fórmula 3), este método supone que las muestras se extraen de poblaciones con desviaciones estándar iguales.

$$s^2 = \frac{(n_1-1)s_1^2 + (n_2-1)s_2^2}{(n_1+n_2-2)} \quad \text{Fórmula 3}$$

Donde:

$n_1$  y  $n_2$  corresponde al número de muestras para cada metal

$$s^2 = \frac{(6-1)0,0019^2 + (6-1)0,0037^2}{(6+6-2)} = 8,682 \times 10^{-6}$$

Se sustituye el valor de s de la Fórmula 4.

$$t = \frac{(m_1 - m_2)}{s \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}} \quad \text{Fórmula 4}$$

$$t = \frac{(0,2496 - 0,2513)}{2,94 \times 10^{-3} \sqrt{\frac{1}{6} + \frac{1}{6}}}$$

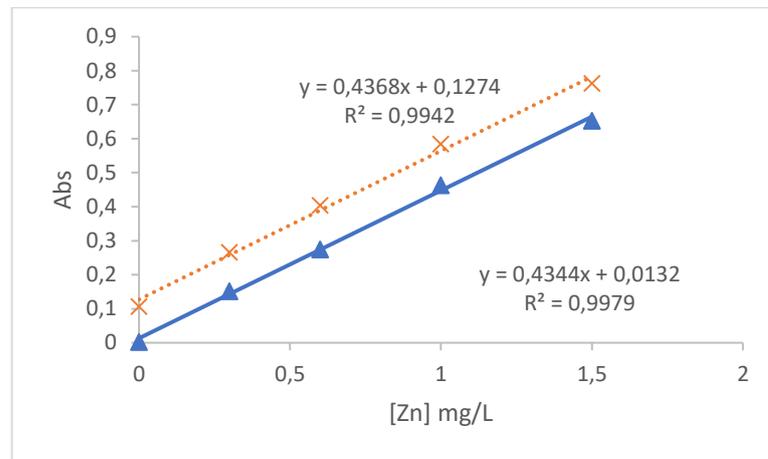
$$= 0,9819$$

t calculado < t crítico

$$0,981 < 2,228$$

Por lo tanto, se demuestra que no hay diferencias significativas entre las pendientes  $m_1$  y  $m_2$  para  $\alpha = 0,05$  lo que implica que no hay efecto matriz.

Del mismo modo se procedió para el cinc en la Figura 4.



**Figura 4.** Adición estándar de Zn

La línea continua corresponde a la recta de calibración empleando los estándares acuosos de cinc  $y_1=m_1[\text{Zn}] + b_1$ , y la línea discontinua corresponde a la adición estándar empleando la muestra de melloco  $y_2=m_2[\text{Zn}] + b_2$  de la Figura 4.

Pendiente de Calibración = Pendiente de Adición

Pendiente  $\pm$  desviación estándar = Pendiente  $\pm$  desviación estándar

$$m_1 \pm s_{m1} = m_2 \pm s_{m2}$$

$$0,4344 \pm 0,0116 = 0,4368 \pm 0,0192$$

Se utilizó la prueba de Fisher para verificar si hay diferencias entre las 2 varianzas con 4 grados de libertad al 95% de nivel de confianza donde:

$$F \text{ calculado} < F \text{ crítico}$$

$$0,36 < 6,39$$

Dado que F calculado no supera el valor de F crítico se demuestra que las varianzas pertenecen a la misma población. Por lo tanto, se pueden mezclar las varianzas para obtener la varianza combinada. Se realizó la prueba t de Student para determinar si hay diferencias entre las dos pendientes con 8 grados de libertad y 95% de confianza.

$$t \text{ calculado} < t \text{ crítico}$$

$$0,235 < 2,306$$

Por lo tanto, se demuestra que no hay diferencias significativas entre las pendientes  $m_1$  y  $m_2$  para  $\alpha=0,05$  lo que implica que no hay efecto matriz. El efecto matriz afecta seriamente la exactitud de los resultados en la medición para cada metal (**Ahumada**

& Guerrero, 2013). En nuestro caso se consigue que el método está libre de efecto matriz para cobre y cinc.

#### 4.7. Contenido de metales en suelo y melloco

La concentración mínima de metales en suelo y melloco fue evaluada en relación a la legislación ecuatoriana e internacional. En la Tabla 8 se muestran los resultados obtenidos de la concentración mínima de metales en suelos tanto para la fracción soluble en agua regia (totales) como la fracción soluble en EDTA (biodisponibles) expresados en mg metal/kg suelo determinadas con horno de grafito.

**Tabla 8.** Metales analizados por horno de grafito en suelo

<b>Metal</b>	<b>Punto</b>	<b>Totales</b>	<b>Biodisponible</b>
<b>Cd</b>	1	0,15 (0,01)	0,08 (0,01)
	2	0,14 (0,01)	0,07 (0,01)
	3	0,20 (0,02)	0,07 (0,01)
	4	0,17 (0,02)	0,07 (0,01)
	5	0,19 (0,02)	0,08 (0,01)
<b>Co</b>	1	4,19 (0,52)	0,94 (0,03)
	2	2,62 (0,18)	0,95 (0,07)
	3	5,75 (0,50)	1,02 (0,02)
	4	3,64 (0,13)	0,62 (0,02)
	5	2,51 (0,09)	0,62 (0,04)
<b>Ni</b>	1	11,91 (1,09)	1,53 (0,13)
	2	15,17 (1,72)	1,73 (0,08)
	3	9,35 (0,40)	1,53 (0,07)
	4	15,00 (1,66)	1,06 (0,05)
	5	13,35 (0,89)	1,19 (0,08)
<b>Pb</b>	1	8,59 (0,92)	1,36 (0,07)
	2	7,16 (0,71)	0,96 (0,04)
	3	8,57 (0,73)	1,28 (0,05)
	4	7,65 (0,55)	1,07 (0,09)
	5	7,76 (0,25)	1,63 (0,05)
<b>Sr</b>	1	30,58 (3,01)	2,90 (0,18)
	2	28,60 (3,42)	4,26 (0,31)
	3	30,53 (1,70)	2,89 (0,21)
	4	42,30 (3,15)	2,25 (0,19)
	5	38,74 (5,49)	1,81 (0,10)

Los datos corresponden a los promedios y entre paréntesis a la desviación estándar con n=5

En la Tabla 9 se muestran los resultados obtenidos de la concentración mínima de metales en melloco expresados en mg metal/kg en base húmeda determinadas con horno de grafito.

**Tabla 9.** Metales analizados por horno de grafito en melloco

Melloco	Cd	Co	Ni	Pb	Sr
<b>Amarillo</b>	0,01 (0,00)	0,04 (0,00)	0,35 (0,03)	0,05 (0,01)	0,24 (0,02)
<b>Blanco</b>	0,01 (0,00)	0,03 (0,00)	0,37 (0,03)	0,04 (0,00)	0,19 (0,02)
<b>Caramelo</b>	0,01 (0,00)	0,03 (0,00)	0,30 (0,02)	0,15 (0,01)	0,37 (0,03)
<b>Gallito</b>	0,01 (0,00)	0,03 (0,00)	0,29 (0,01)	0,10 (0,00)	0,46 (0,05)
<b>Rojo</b>	0,01 (0,00)	0,03 (0,00)	0,34 (0,03)	0,06 (0,01)	0,17 (0,00)

Los datos corresponden a los promedios y entre paréntesis a la desviación estándar con n=5

Para las mediciones de los diferentes metales biodisponibles, totales se utilizó las lámparas de cátodo hueco (LCH o HCL) que contiene un cátodo revestido del elemento que va a ser analizado, tomando en cuenta los diferentes parámetros de análisis. La concentración mínima total de metal, la fracción biodisponible del suelo y la concentración mínima de metal en melloco en mg metal/ kg son los factores para esta discusión en cada uno de los metales analizados:

**Cd:** Para las muestras de suelo, el contenido de cadmio se encontró en una concentración total entre 0,14 y 0,20 mgCd/kg suelo y su biodisponibilidad entre 0,07 a 0,08 mgCd/kg suelo. Según la norma ecuatoriana, los valores de aceptación del suelo son de 0,5 mg/kg (**ACUERDO MINISTERIAL 097, 2015**), los valores obtenidos experimentalmente se encuentran dentro de los estándares de calidad ambiental.

Además, en las 5 variedades de melloco el contenido de metal fue de 0,01 mg/Kg. En tallos jóvenes, hortalizas de raíz y tubérculos la cantidad de cadmio no debe exceder los 0,10 mg/kg según la legislación colombiana (**Ministerio de Salud y Protección Social, 2013**). De igual forma para tubérculos y raíces el nivel máximo de cadmio es de 0,10 mg/kg (**Codex Alimentarius, 2015**). Lo que indicó que el contenido de metal no superó los límites permitidos por las legislaciones.

El análisis ANOVA descompone la varianza de Cd en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este

caso es igual a 10,8503, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existiendo una diferencia estadísticamente significativa entre la media de Cd entre un nivel de Variedad de Melloco y otro, con un nivel del 95,0% de confianza.

**Co:** Para las muestras de suelo, el contenido de cobalto se encontró en una concentración total entre 2,51 y 5,75 mgCo/kg suelo y su biodisponibilidad entre 0,62 a 1,02 mgCo/kg suelo. Según la norma ecuatoriana, los valores de aceptación del suelo son de 10 mg/kg (**ACUERDO MINISTERIAL 097, 2015**), los valores obtenidos experimentalmente se encuentran dentro de los estándares de calidad ambiental.

Además, en las 5 variedades de melloco el contenido de metal fue de 0,03 a 0,04 mg/Kg. No fue comparada dichos valores por no existir legislación sobre dicho metal. El análisis ANOVA descompone la varianza de Co en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 22,8968, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existiendo una diferencia estadísticamente significativa entre la media de Co entre un nivel de Variedad de Melloco y otro, con un nivel del 95,0% de confianza.

**Ni:** Para las muestras de suelo, el contenido de níquel se encontró en una concentración total entre 9,35 y 15,17 mgNi/kg suelo y su biodisponibilidad va desde 1,06 a 1,73 mgNi/kg suelo. Según la norma ecuatoriana, los valores de aceptación del suelo son de 20 mg/kg (**ACUERDO MINISTERIAL 097, 2015**), los valores obtenidos experimentalmente se encuentran dentro de los estándares de calidad ambiental.

Además, en las 5 variedades de melloco el contenido de metal fue de 0,29 a 0,37 mg/Kg. En otros alimentos fuera de zumos, bebidas alcohólicas y productos hidrogenados la cantidad de níquel no debe exceder los 5 mg/kg según la legislación brasileña (**Diaz., 2014**). Lo que indicó que el contenido de metal no superó el límite permitido por la legislación.

El análisis ANOVA descompone la varianza de Ni en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 8,26399, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existiendo una diferencia estadísticamente significativa entre la media de Ni entre un nivel de Variedad de Melloco y otro, con un nivel del 95,0% de confianza.

**Pb:** Para las muestras de suelo, el contenido de plomo se encontró en una concentración total entre 7,16 y 8,59 mgPb/kg suelo y su biodisponibilidad va desde 0,96 a 1,63 mgPb/kg suelo. Según la norma ecuatoriana, los valores de aceptación del suelo son de 25 mg/kg (**ACUERDO MINISTERIAL 097, 2015**), los valores obtenidos experimentalmente se encuentran dentro de los estándares de calidad ambiental.

Además, en las 5 variedades de melloco experimentalmente nos indica una concentración de 0,4 a 0,15 mg/kg. Para hortalizas y leguminosas el nivel máximo de plomo es de 0,50 mg/Kg en la legislación brasileña (**Diaz., 2014**), lo que indicó que el contenido de metal no superó el límite permitido por la legislación. Sin embargo, En hortalizas la cantidad de plomo no debe exceder los 0,10 mg/kg según la legislación colombiana (**Ministerio de Salud y Protección Social, 2013**) . De igual forma, para tubérculos y raíces el nivel máximo de plomo es de 0,10 mg/kg (**Codex Alimentarius, 2015**). Siendo estos valores muy exigentes en alimentos, donde para el melloco caramelo, con valores experimentales min. y máx. de 0,14 y 0,17 mg/kg, superan ambas normas.

El análisis ANOVA descompone la varianza de Pb en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 213,381, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existiendo una diferencia estadísticamente significativa entre la media de Pb entre un nivel de Variedad de Melloco y otro, con un nivel del 95,0% de confianza.

**Sr:** Para las muestras de suelo, el contenido de estroncio se encontró en una concentración total entre 28,60 y 42,30 mgSr/kg suelo y su biodisponibilidad entre 1,39 a 3,89 mgSr/kg suelo. Mientras que el contenido de estroncio en melloco fue de 0,17 mg/kg a 0,46 mg/kg. No fue comparada dichos valores por no existir legislación sobre dicho metal.

El análisis ANOVA descompone la varianza de Sr en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 93,1907, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existiendo una diferencia estadísticamente significativa entre la media de Sr entre un nivel de Variedad de Melloco y otro, con un nivel del 95,0% de confianza.

En la Tabla 10 se muestran los resultados obtenidos de la concentración mínima de metales en suelos tanto para la fracción soluble en agua regia (totales) como la fracción soluble en EDTA (biodisponibles) expresados en mg metal/kg suelo determinadas con llama.

**Tabla 10.** Metales analizados por llama en suelo

<b>Metal</b>	<b>Punto</b>	<b>Totales</b>	<b>Biodisponible</b>
<b>Cu</b>	1	18,89 (1,07)	4,45 (0,17)
	2	18,89 (1,28)	4,95 (0,40)
	3	21,33 (1,47)	4,71 (0,09)
	4	19,85 (0,85)	3,67 (0,11)
	5	21,07 (1,33)	4,18 (0,15)
<b>Fe</b>	1	8296 (673)	297,1 (16,0)
	2	8104 (471)	344,4 (20,7)
	3	9516 (327)	353,6 (8,6)
	4	7940 (838)	200,7 (8,0)
	5	7995 (289)	257,8 (8,7)
<b>K</b>	1	523,5 (43,2)	178,9 (16,5)
	2	529,7 (37,5)	159,3 (18,0)
	3	637,5 (27,8)	240,4 (20,4)
	4	669,3 (50,5)	236,2 (17,7)
	5	904,0 (49,5)	321,1 (30,3)

<b>Mg</b>	1	1662 (80)	107,44 (3,11)
	2	1173 (87)	112,74 (12,10)
	3	1674 (93)	108,48 (2,96)
	4	1933 (151)	78,11 (3,75)
	5	1835 (158)	63,46 (4,49)
<b>Mn</b>	1	203,3 (14,1)	38,29 (1,69)
	2	228,3 (16,1)	37,88 (2,81)
	3	231,4 (12,6)	37,76 (1,96)
	4	207,0 (7,1)	28,07 (1,15)
	5	205,9(20,7)	31,73 (1,17)
<b>Zn</b>	1	43,83 (4,02)	7,21 (0,26)
	2	36,07 (1,14)	5,84 (0,33)
	3	41,88 (1,56)	8,20 (0,20)
	4	68,12 (5,25)	21,62 (0,81)
	5	89,67 (9,06)	31,54 (0,89)

Los datos corresponden a los promedios y entre paréntesis a la desviación estándar con n=5

En la Tabla 11 se muestran los resultados obtenidos de la concentración mínima de metales en melloco expresados en mg metal/kg en base húmeda determinadas con llama

**Tabla 11.** Metales analizados por llama en melloco

<b>Melloco</b>	<b>Cu</b>	<b>Fe</b>	<b>K</b>	<b>Mg</b>	<b>Mn</b>	<b>Zn</b>
<b>Amarillo</b>	1,25	7,59	2599	94,3	0,83	3,79
	(0,07)	(0,54)	(104)	(6,51)	(0,06)	(0,33)
<b>Blanco</b>	1,50	5,86	1992	80,3	0,84	2,61
	(0,09)	(0,43)	(137)	(3,96)	(0,05)	(0,16)
<b>Caramelo</b>	7,04	8,06	1549	104,0	1,08	2,80
	(0,33)	(0,45)	(36)	(2,17)	(0,07)	(0,16)
<b>Gallito</b>	4,40	6,61	1823	109,0	1,20	2,95
	(0,15)	(0,51)	(191)	(3,42)	(0,06)	(0,10)
<b>Rojo</b>	21,25	6,63	1997	84,4	0,88	3,65
	(1,36)	(0,40)	(115)	(5,66)	(0,07)	(0,26)

Los datos corresponden a los promedios y entre paréntesis a la desviación estándar con n=5

La concentración mínima total de metal, la fracción biodisponible del suelo y la cantidad de metal en melloco en mg metal/ kg son los factores para esta discusión en cada uno de los metales analizados:

**Cu:** Para las muestras de suelo, el contenido de cobre se encontró en una concentración total entre 18,89 y 21,33 mgCu/kg suelo y su biodisponibilidad entre 3,67 a 4,95 mgCu/kg suelo. Según la norma ecuatoriana, los valores de aceptación del suelo son de 30 mg/kg (**ACUERDO MINISTERIAL 097, 2015**), los valores obtenidos experimentalmente se encuentran dentro de los estándares de calidad ambiental.

Además, en las 5 variedades de melloco experimentalmente nos indica una concentración de 1,25 a 21,25 mg/Kg. En Frutas, hortalizas y semillas oleaginosas naturales e industrializadas la cantidad de cobre no debe exceder los 10 mg/kg según la legislación brasileña (**Diaz., 2014**). Lo que indicó que el contenido de metal no superó el límite permitido por la legislación, a excepción del melloco rojo. Sin embargo, el melloco no es un fruto ni una semilla oleaginosa por lo que se dificulta la comparación del mineral.

El análisis ANOVA descompone la varianza de Cu en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 850,435, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existiendo una diferencia estadísticamente significativa entre la media de Cu entre un nivel de Variedad de Melloco y otro, con un nivel del 95,0% de confianza.

**Fe:** Para las muestras de suelo, el contenido de hierro se encontró en una concentración total entre 7940 y 9516 mgFe/kg suelo y su biodisponibilidad entre 200,7 a 353,6 mgFe/kg suelo. Mientras que el contenido de hierro en melloco fue de 5,86 a 8,06 mg/kg. No fue comparada dichos valores por no existir legislación sobre dicho metal.

El análisis ANOVA descompone la varianza de Fe en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 16,8754, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existiendo una diferencia estadísticamente significativa entre la media de Fe entre un nivel de Variedad de Melloco y otro, con un nivel del 95,0% de confianza.

**K:** Para las muestras de suelo, el contenido de potasio se encontró en una concentración total entre 523,5 y 904,0 mgK/kg suelo y su biodisponibilidad entre 159,3 a 321,1 mgK/kg suelo. Mientras que el contenido de potasio en melloco fue de 1549 a 2599 mg/kg. En la medición del potasio se adicionó cloruro de lantano al 5 % para evitar posibles interferencias de ionización (**AOAC, 2000**). La OMS recomienda una ingesta de potasio de al menos 3510 mg/día en adultos (**Organización Mundial de la Salud OMS, 2013**).

El análisis ANOVA descompone la varianza de K en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 46,1054, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existiendo una diferencia estadísticamente significativa entre la media de K entre un nivel de Variedad de Melloco y otro, con un nivel del 95,0% de confianza.

**Mg:** Para las muestras de suelo, el contenido de magnesio se encontró en una concentración total entre 1173 y 1933 mgMg/kg suelo y su biodisponibilidad entre 84,4 a 109,0 mgMg/kg suelo. Mientras que el contenido de magnesio en melloco fue de 672,7 mg/kg a 912,8 mg/kg. Se utilizó cloruro de lantano al 5% para evitar las interferencias causadas por el fosfato en las determinaciones de magnesio. Según lo recomendado por la OMS lo permitido de ingesta diaria de magnesio para hombres y mujeres va desde 310-420 mg/día (**National Institute of Health, 2016a**).

El análisis ANOVA descompone la varianza de Mg en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 35,5039, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existiendo una diferencia estadísticamente significativa entre la media de Mg entre un nivel de Variedad de Melloco y otro, con un nivel del 95,0% de confianza.

**Mn:** Para las muestras de suelo, el contenido de manganeso se encontró en una concentración total entre 203,3 y 231,4 mgMn/kg suelo y su biodisponibilidad entre 28,07 a 37,88 mgMn/kg suelo. Mientras que el contenido de manganeso en melloco

fue de 0,83 a 1,20 mg/kg. No se reporta datos debido a que no representa una preocupación para la salud, el consumo de manganeso se basa en 11 mg/día, identificado mediante encuestas dietéticas, en el que no se observan efectos adversos según la OMS (**National Institute of Health, 2016b**)

El análisis ANOVA descompone la varianza de Mn en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 36,7928, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existiendo una diferencia estadísticamente significativa entre la media de Mn entre un nivel de Variedad de Melloco y otro, con un nivel del 95,0% de confianza.

**Zn:** Para las muestras de suelo, el contenido de cinc se encontró en una concentración total entre 36,07 y 89,67 mgZn/kg suelo y su biodisponibilidad entre 5,84 a 31,54 mgZn/kg suelo. Según la norma ecuatoriana, los valores de aceptación del suelo son 60 mg/kg (**ACUERDO MINISTERIAL 097, 2015**), los valores obtenidos experimentalmente se encuentran dentro de los estándares de calidad ambiental, sin embargo, para los puntos 4 y 5 sobrepasan este nivel.

Además, en las 5 variedades de melloco experimentalmente nos indica una concentración de 2,61 a 3,79 mg/Kg. En Zumos de hortalizas, frutas y néctares la cantidad de cinc no debe exceder los 5 mg/kg según la legislación sudafricana (**Diaz., 2014**). Lo que indicó que el contenido de metal no superó el límite permitido por la legislación. Sin embargo, el melloco no es un fruto ni un néctar por lo que dificulta la comparación

El análisis ANOVA descompone la varianza de Zn en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 29,2311, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existiendo una diferencia estadísticamente significativa entre la media de Zn entre un nivel de Variedad de Melloco y otro, con un nivel del 95,0% de confianza.

Según bibliografía, los micronutrientes metálicos cobre, hierro, manganeso y cinc se transportan como complejos de proteínas de unión a metales dentro del floema del tubérculo (**Reid, Dunbar, & McLaughlin, 2003**). Los resultados en experimentos bibliográficos nos indicaron valores medios en mg/kg base húmeda de 1,67–32,00 para manganeso, 7,25–61,58 para hierro, 1,59–10,56 para cobre, 6,65–46,99 para cinc, <0,01–0,09 para plomo, <0,08 y 0,06–0,14 para níquel respectivamente. Los niveles de estos metales en todas las muestras que se analizó, estuvieron dentro de los rangos reportados para tubérculos, leguminosas y cereales similares de varias partes del mundo (**Akinyelea & Shokunbi, 2015**). Los datos de este ensayo de metales son similares a los obtenidos experimentalmente en este trabajo.

#### **4.8. Biodisponibilidad de metales**

Se estableció un factor de biodisponibilidad  $\beta$ , para valorar la fracción biodisponible del metal en relación al metal total del suelo, de acuerdo a la siguiente fórmula:

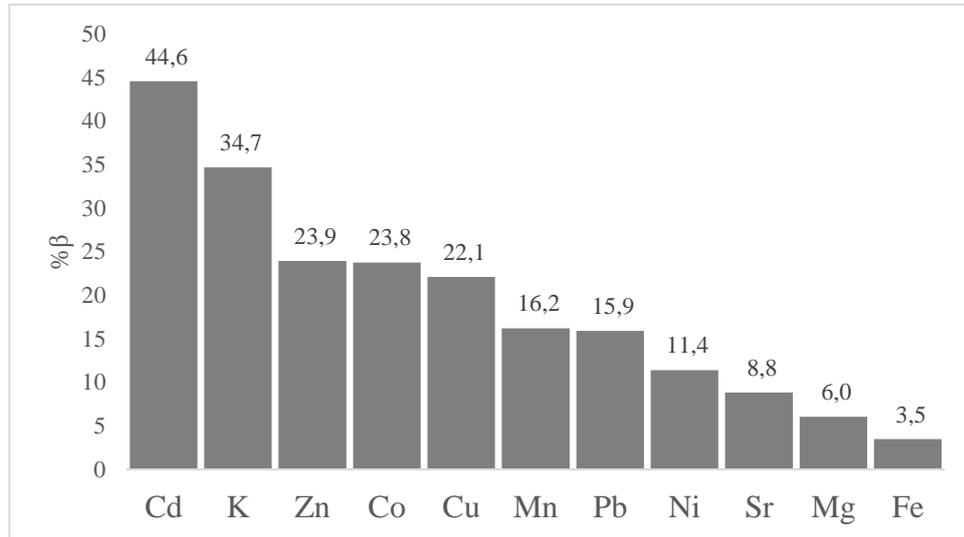
$$\beta = \frac{Metal_{biodisponible}}{Metal_{Total}} \quad \text{Fórmula 5}$$

La capacidad de las plantas para bioacumular metales varía según la naturaleza de los contaminantes. Estas diferencias en la absorción de metales, pueden ser por la capacidad de retención del metal por el suelo, la interacción planta-raíz-metal y por metabolismo vegetal propio. (**Delince, Valdés Carmenate, Morgado López, Guridi Izquierdo, & Balbín Arias, 2015**)

La fracción biodisponible, es la fracción de la cantidad total de un producto químico presente en un compartimiento del medio ambiente específico que, dentro de un lapso de tiempo, está disponible o pueden estar disponibles para captación por microorganismos o por ingestión de alimentos. (**Peijnenburg, Zablotkaja, & Vijver, 2007**)

En la Figura 5 nos demuestra el porcentaje de biodisponibilidad de los metales en suelo, lo que indica que el mayor índice de biodisponibilidad es el cadmio, seguido del potasio, cinc, cobalto, cobre, manganeso, plomo, níquel, estroncio, magnesio y hierro. La movilidad del cadmio en el floema de los tubérculos no se ha investigado

previamente en detalle, aunque ha habido una amplia propagación de cadmio que existen en la savia del floema, donde el cadmio es relativamente móvil en dichos tejidos, además, existe poca movilidad del plomo, donde se demuestra en la Figura 5 (Reid et al., 2003).



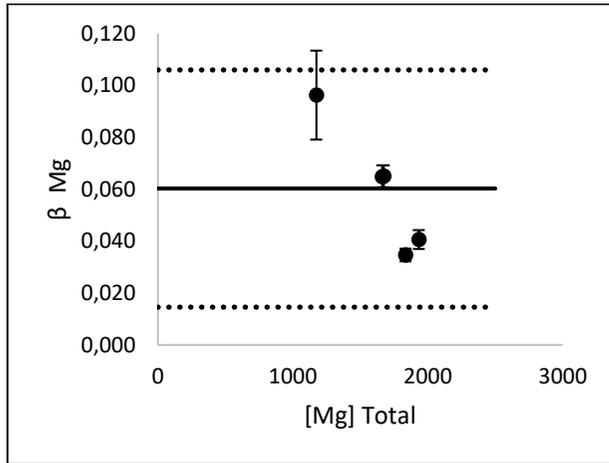
**Figura 5.** % de biodisponibilidad del suelo

El cadmio, níquel y plomo son absorbidos por las raíces de las plantas preferentemente por medio de la absorción pasiva (difusión o flujo de masa), mientras que la absorción de cobre y cinc a través de la captación activa (metabólicas) o por la combinación de ambas captaciones activa y pasiva, debido a que tanto cobre como cinc son nutrientes esenciales para las plantas. (Kim et al., 2015)

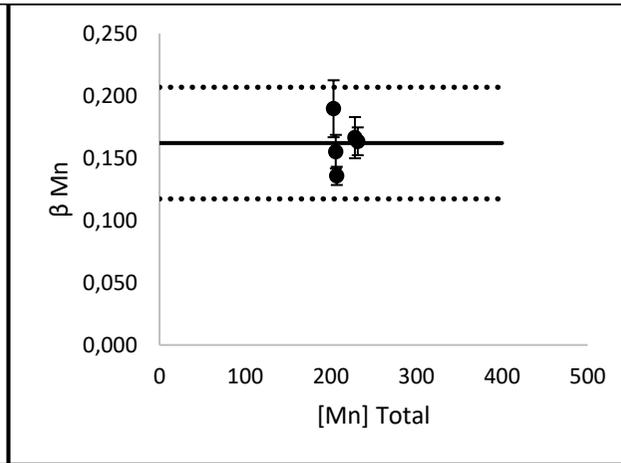
En la Figura 6 se muestra la relación del metal total en el eje de las x, con la fracción biodisponible del metal del suelo en el eje de las y. La línea continua representa el promedio de los valores experimentales de  $\beta$  (biodisponibilidad) y las líneas discontinuas gruesas representan el límite superior ( $\bar{x} + s$ ) e inferior ( $\bar{x} - s$ ) de las muestras. Los puntos corresponden a las zonas muestreadas (Figura 2) del suelo, y los bigotes corresponde al error de entre muestras de cada punto. Esto demuestra que a pesar de que se incremente el contenido de metal total del suelo, la biodisponibilidad del suelo se mantiene dentro del margen (límite superior e inferior), permaneciendo constante, debido a que este comportamiento está regulado por el propio pH y materia orgánica del suelo.

En la Figura 7 muestra la relación entre las 5 variedades de melloco de acuerdo al rango de concentración mínima de metal según la distribución de cajas y bigotes, donde los bigotes corresponden al error entre muestras, y la caja el intervalo de contenido de metal de cada muestra de melloco. Hay diferencias significativas de todos los metales y en cada uno de los mellocos. Esta relación se hace para distinguir la concentración mínima de cada metal por cada melloco. Se puede observar que para Cadmio la concentración de metal varía entre 0,7 a 0,12 mg/Kg a comparación de Cobre que la concentración de metal varía entre 0 a 180 mg/Kg entre variedades de melloco.

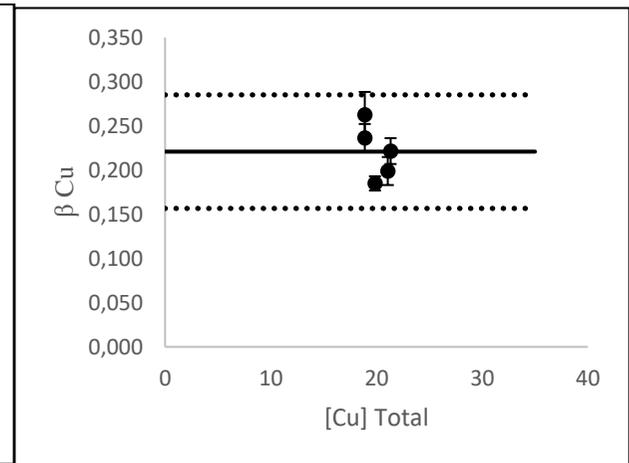
Magnesio (Mg)



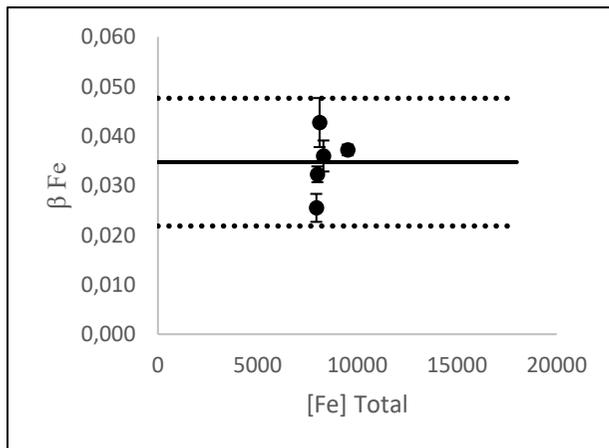
Manganeso (Mn)



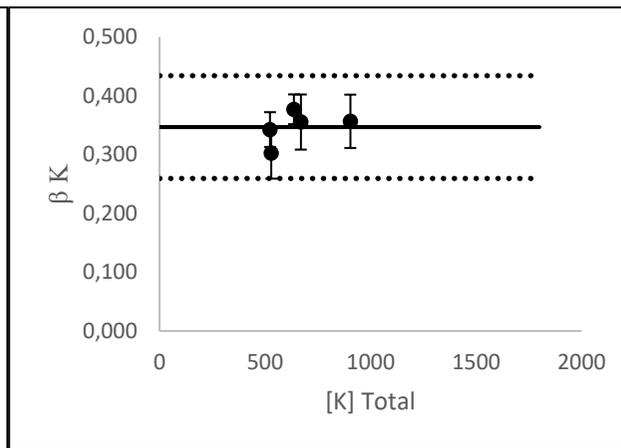
Cobre (Cu)



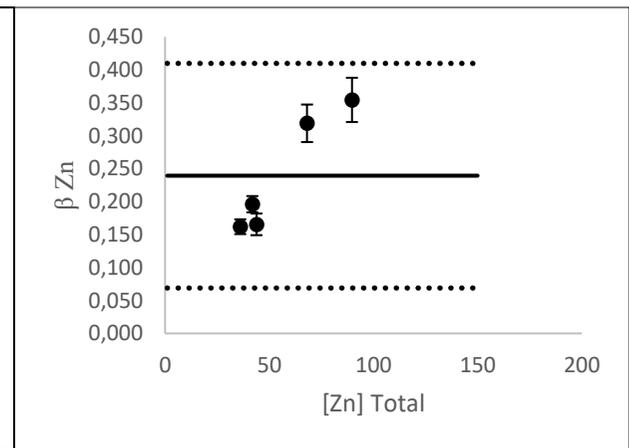
Hierro (Fe)

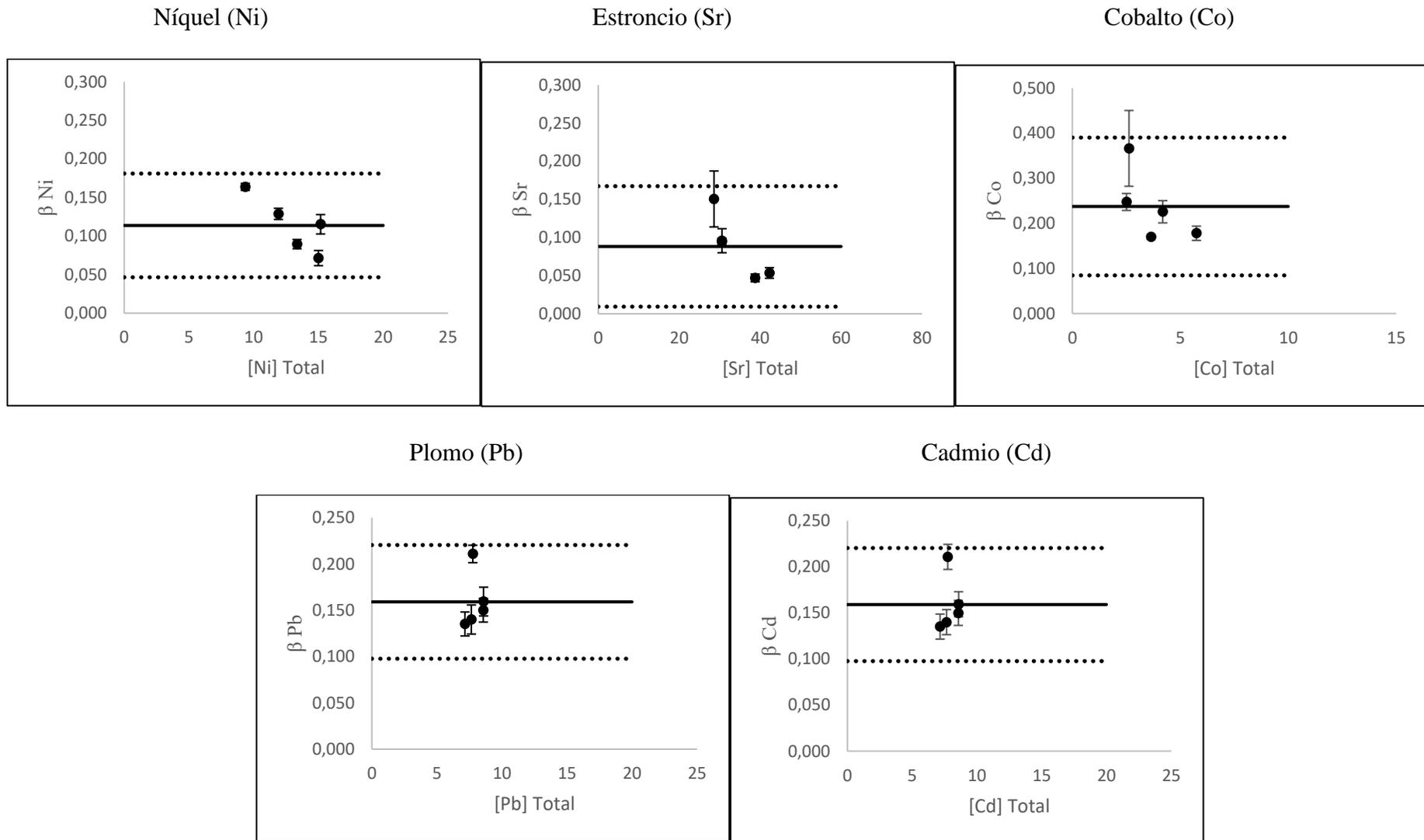


Potasio (K)



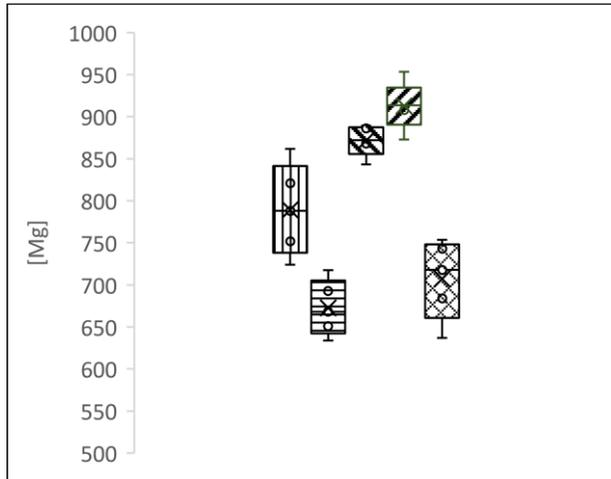
Cinc (Zn)



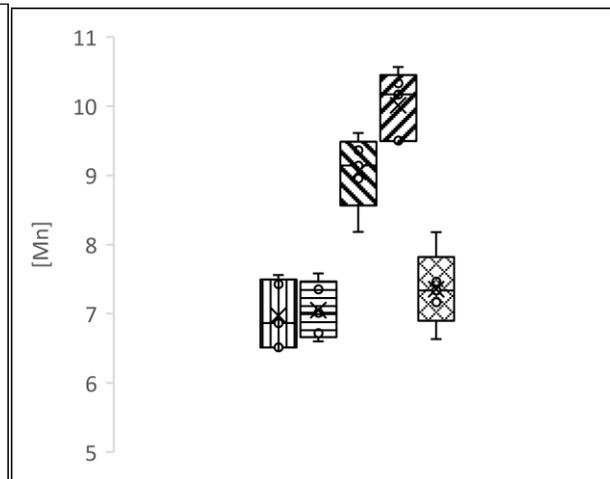


**Figura 6.** Fracción Biodisponible para cada metal

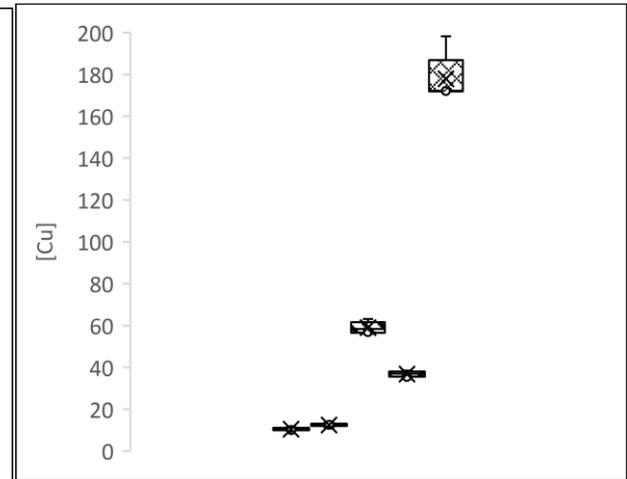
Magnesio (Mg)



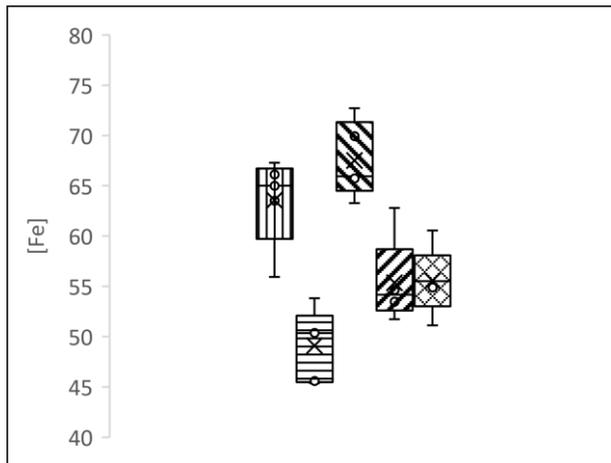
Manganeso (Mn)



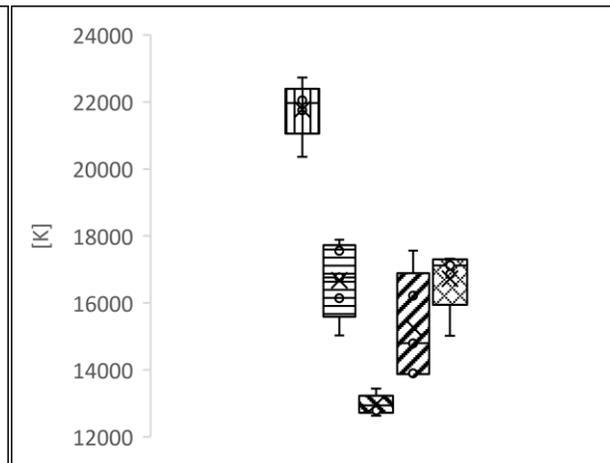
Cobre (Cu)



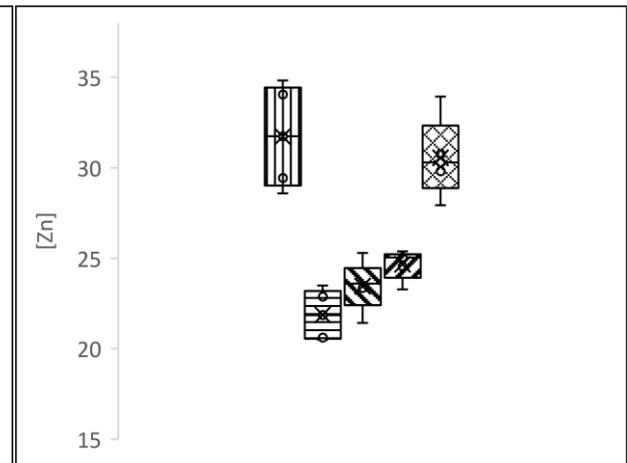
Hierro (Fe)



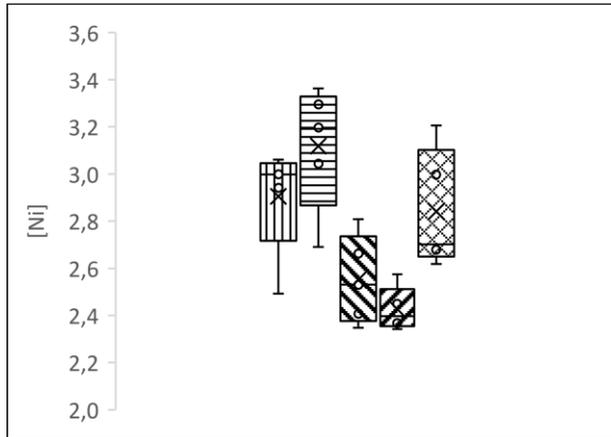
Potasio (K)



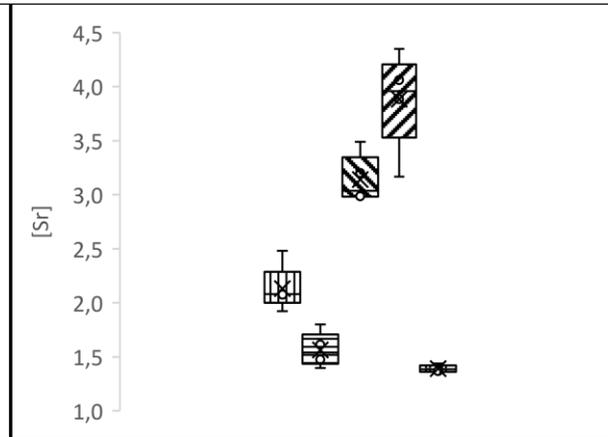
Cinc (Zn)



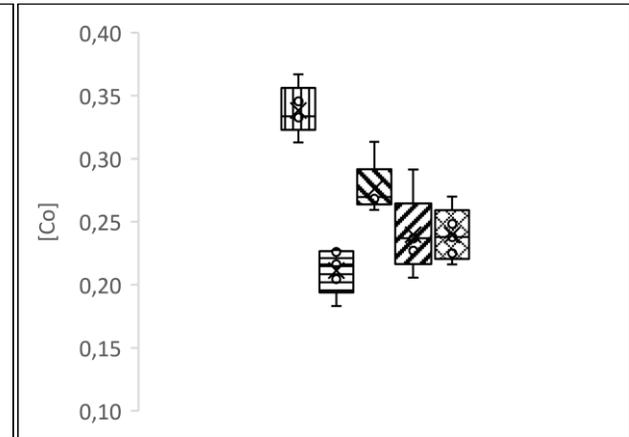
Níquel (Ni)



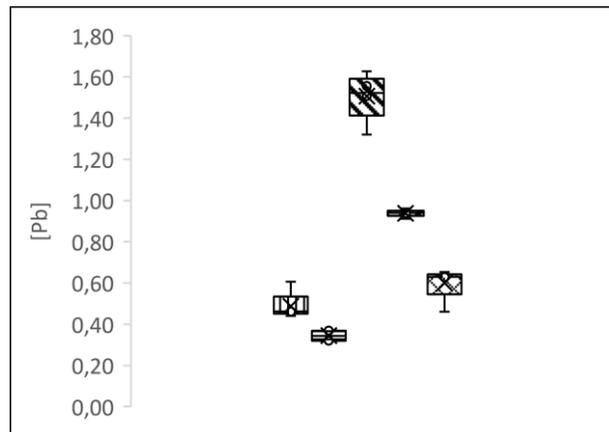
Estroncio (Sr)



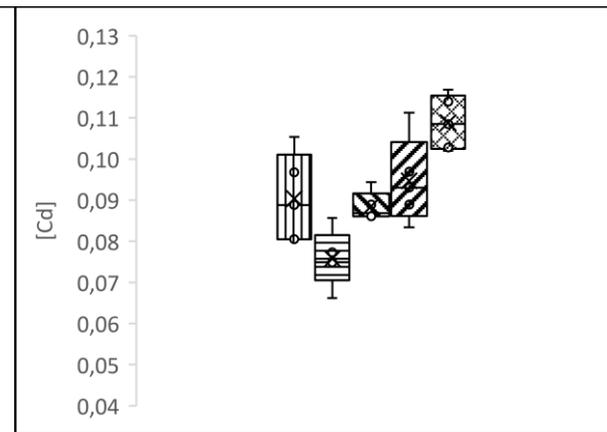
Cobalto (Co)



Plomo (Pb)



Cadmio (Cd)



□ M Amarillo    ▨ M Blanco    ▩ M Caramelo    ▤ M Gallito    ▦ M Rojo

Figura 7. Concentración de metales para cada variedad de Melloco

#### 4.9.Límites de detección y cuantificación para suelo y melloco

El cálculo del límite de detección (LOD) y de cuantificación (LOQ), fue posible a partir de la desviación estándar de la concentración conocida del blanco de cada metal. Se determino los límites de detección y cuantificación para melloco, suelo total y biodisponible de los metales estudiados. En la Tabla 12 se reportan los resultados obtenidos.

**Tabla 12.** Límites de detección y cuantificación de metales.

Metales	Melloco		Metales totales		Metales biodisponibles	
	LOD, mg/kg	LOQ, mg/kg	LOD, mg/kg	LOQ, mg/kg	LOD, mg/kg	LOQ, mg/kg
Co	0,01	0,03	0,17	0,56	0,02	0,06
Pb	0,01	0,04	0,21	0,71	0,02	0,07
Cd	0,00	0,01	0,03	0,09	0,00	0,01
Ni	0,02	0,06	0,30	1,00	0,03	0,10
Sr	0,03	0,12	0,56	1,87	0,06	0,19
Mn	0,04	0,14	0,69	2,31	0,07	0,23
Cu	0,04	0,12	0,58	1,92	0,06	0,19
Fe	0,13	0,43	2,09	6,96	0,21	0,70
Mg	0,01	0,05	0,22	0,75	0,02	0,07
K	0,03	0,10	0,48	1,60	0,05	0,16
Zn	0,043	0,143	0,699	2,331	0,070	0,233

LOD: límite de detección, LOQ: Limite de cuantificación

Los valores calculados para el límite de detección en melloco para cobalto, plomo, cadmio y magnesio presentaron menor concentración. Para metales totales en suelos el límite de detección más bajo fue para cadmio con 0,03 mg/kg. Y en metales biodisponibles como cobalto, plomo, cadmio, níquel y magnesio se obtuvo valores bajos. Mientras que, en los límites de cuantificación en melloco, los valores más pequeños son para cadmio y cobalto. Por otro lado, plomo y magnesio son los valores más bajos en metales totales en suelos. Finalmente, los límites más bajos para metales biodisponibles en el suelo fueron en el caso de cadmio, cobalto, plomo, y magnesio.

## CAPÍTULO V

### CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### 7.1. Conclusiones

- Fue evaluado el contenido de cadmio, cobalto, cobre, cinc, estroncio, hierro, magnesio, manganeso, níquel, plomo y potasio en cinco 5 variedades de melloco adquiridos en distintos sitios de distribución de Ambato y Riobamba, de todos los metales estudiados, el melloco caramelo se encontró que el plomo superó los valores máximos permitidos por el Codex Alimentarius para tubérculos y raíces.
  
- Se estudio un suelo de una parcela que se emplea para la producción de melloco en el cantón Ambato, parroquia Pilahuín, y se encontró que este suelo fue moderadamente ácido, muy ligeramente alcalino y con alto contenido de materia orgánica de acuerdo a la Secretaría del Medio Ambiente y Recursos Naturales del Ecuador. El contenido de los metales de la fracción soluble en agua regia se encontró por debajo de la norma de Calidad ambiental del Recurso, suelo y Criterios de Remedición para Suelos Contaminados del Ecuador. Se determinó el % de biodisponibilidad de los metales en suelo, y se encontró que el mayor índice de biodisponibilidad fue para cadmio, seguido de potasio, cinc, cobalto, cobre, manganeso, plomo, níquel, estroncio, magnesio y hierro
  
- Se empleó la espectrometría de absorción atómica de horno de grafito para los minoritarios: cobalto, estroncio, plomo, níquel y cadmio debido a su mayor sensibilidad que los de llama para los elementos mayoritarios: potasio, magnesio, manganeso, cobre, hierro y cinc.

## **7.2.Recomendaciones**

- Al momento de realizar las digestiones, el analista debe tomar algunas precauciones tales como: evitar al máximo salpicaduras de las muestras, no dejar secar en su totalidad la muestra debido a que se puede quedar adherida al material de trabajo, y los materiales de trabajo deben estar completamente estériles.
- Se recomienda realizar ensayos similares de biodisponibilidad de metales entre suelos de diferentes zonas de los volcanes de la cordillera de los andes del Ecuador.
- Que haya más estudios sobre metales en suelo y tubérculos, para proponer en una legislación ecuatoriana
- Realizar un análisis más profundo del melloco caramelo, para investigar los niveles de plomo que existe en ese tubérculo por contaminación del suelo, del agua o de los fertilizantes utilizados.

## Bibliografías

- Abollino, O., Aceto, M., Malandrino, M., Mentasti, E., Sarzanini, C., & Barberis, R. (2002). Distribution and mobility of metals in contaminated sites. Chemometric investigation of pollutant profiles. *Environmental Pollution*, *119*(2), 177–193. [https://doi.org/10.1016/S0269-7491\(01\)00333-5](https://doi.org/10.1016/S0269-7491(01)00333-5)
- ACUERDO MINISTERIAL 097. (2015). NORMA DE CALIDAD AMBIENTAL DEL RECURSO SUELO Y CRITERIOS DE REMEDIACIÓN PARA SUELOS CONTAMINADOS. *Registro Oficial TULSMA*, (0075), 1–184.
- Ahumada, D., & Guerrero, J. (2013). Reduction of matrix effects in pesticide residue analysis in food by programmable temperature vaporizer. *Vitae*, *20*(3), 184–194.
- Akinyelea, I. O., & Shokunbi, O. S. (2015). Concentrations of Mn, Fe, Cu, Zn, Cr, Cd, Pb, Ni in selected Nigerian tubers, legumes and cereals and estimates of the adult daily intakes. *Food Chemistry*, *173*, 702–708. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.10.098>
- Baghban, N., Shabani, A. M. H., Dadfarnia, S., & Jafari, A. A. (2009). *Flame Atomic Absorption Spectrometric Determination of Trace Amounts of Cobalt after Cloud Point Extraction as 2-[(2-Mercaptophenylimino)methyl]phenol Complex*. *20*(5), 832–838.
- Barbaro, Lorena; Karlanian, Mónica; Mata, D. (2000). *Importancia del pH y la conductividad eléctrica en la agricultura*. Retrieved from [https://inta.gob.ar/sites/default/files/script-tmp-inta\\_-\\_importancia\\_del\\_ph\\_y\\_la\\_conductividad\\_elctrica.pdf](https://inta.gob.ar/sites/default/files/script-tmp-inta_-_importancia_del_ph_y_la_conductividad_elctrica.pdf)
- Bautista, F., Palacio, J., & Delfin, H. (2011). *Técnicas de muestreo para manejadores de recursos naturales. Segunda Edición*. Mexico.
- Becerril, J. M., Barrutia, O., Garcia Plazaola, J. I., Hernández, A., Olano, J. M., & Garbisu, C. (2007). Especies nativas de suelos contaminados por metales : aspectos ecofisiológicos y su uso en fitorremediación. *Ecosistemas*, *16*(2), 50–55.
- Bernier, R., & Alfaro, M. (2006). *Acidez de los suelos y Efectos en el Encalado* (p. 45). p. 45. Chile.
- Bravo Velasquez, E. (2014). *La biodiversidad en el Ecuador*. Cuenca-Ecuador.
- Buscio, V., Álvarez, M. D., & Gutiérrez Bouzán, M. C. (2009). Determinación de Metales Pesados en Tejidos Mediate Espectroscopia de Absorción Atómica con Atomización Electrotérmica. *Boletín Intexter*, 17–24.

- Cacchiarelli, J., Galantini, J. A., & Rosell, R. A. (2008). *ESTABILIDAD ESTRUCTURAL Y P EN FRACCIONES DE AGREGADOS EN LACUENCA DEL A° EL DIVISORIO (CORONEL PRINGLES, BA)*. 26(1), 71–79.
- Campitelli, P., Aoki, A., Gudelj, O., Rubenacker, A., & Sereno, R. (2010). Selección de indicadores de calidad de suelo para determinar los efectos del uso y prácticas agrícolas en un área piloto de la región central de Córdoba. *Ciencia Del Suelo*, 28(2), 223–231.
- Codex Alimentarius. (2015). Norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos. *CODEX STAN 193-1995. Adoptada En 1995. Revisión: 2009. Enmienda: 2016*, 76. Retrieved from [http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/sh-proxy/en/?lnk=1&url=https%253A%252F%252Fworkspace.fao.org%252Fsites%252Fcodex%252Fstandards%252FCODEX%2B193-1995%252FCXS\\_193s.pdf](http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/sh-proxy/en/?lnk=1&url=https%253A%252F%252Fworkspace.fao.org%252Fsites%252Fcodex%252Fstandards%252FCODEX%2B193-1995%252FCXS_193s.pdf)
- Delince, W., Valdés Carmenate, R., Morgado López, O., Guridi Izquierdo, F., & Balbín Arias, M. I. (2015). Riesgo agroambiental por metales pesados en suelos con Cultivares de *Oryza sativa* L y *Solanum tuberosum* L. *Revista Ciencias Técnicas Agropecuarias*, 24(1), 44–50.
- Díaz., A. (2014). *CONTENIDOS MAXIMOS EN METALES PESADOS EN PRODUCTOS ALIMENTICIOS*. 25.
- Espín, S., Villacrés, E., & Brito, B. (2004). Caracterización Físico - Química , Nutricional y Funcional de Raíces y Tubérculos Andinos. *Raíces y Tubérculos Andinos: Alternativas Para La Conservación y Uso Sostenible En El Ecuador*, 91–116. Retrieved from <http://www.monitoreoyevaluacion.info/biblioteca/files/original/f1ce784ad56186d4fbec1a60f9e8e757.pdf#page=102>
- Fiege, N. (2014). *Etapas de la Toma de Muestra para Análisis de Suelo*. 1–6. <https://doi.org/10.15199/48.2018.05.29>
- García, H., Zauahre, M. El, Morán, H., Acosta, Y., Senior, A., & Fernández, N. (2006). Análisis comparativo de dos técnicas de digestión para la determinación de metales pesados en lodos residuales. *Multiciencias*, 6(3), 234–243. Retrieved from <http://www.redalyc.org/pdf/904/90460305.pdf>
- Gary, D. C. (2009). *Química Analítica. 6th Edición*. 1–858.
- Gómez, C. (2003). *Aplicacion a Emplazamientos Contaminados co hidrocarburos*

*Policíclicos Aromáticos.*

- Institucional de la Universidad de Alicante. (2014). *Espectroscopia de emisión y absorción atómica*. 0–19. Retrieved from <https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/8252/4/T7Abasorc.pdf>
- Jara, M., & García, L. (1996). Aplicación de Microondas en la Digestión de Hígado de Bovino para la Cuantificación de Metales Pesados. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, 12(1), 41–44.
- Kim, R. Y., Yoon, J. K., Kim, T. S., Yang, J. E., Owens, G., & Kim, K. R. (2015). Bioavailability of heavy metals in soils: definitions and practical implementation—a critical review. *Environmental Geochemistry and Health*, 37(6), 1041–1061. <https://doi.org/10.1007/s10653-015-9695-y>
- Kojuncu, Ý., Bundalevska, J. M., Ay, Ü., Cundeva, K., Stafilov, T., & Akçin, G. (2004). Atomic absorption spectrometry determination of Cd, Cu, Fe, Ni, Pb, Zn, and Tl traces in seawater following flotation separation. *Separation Science and Technology*, 39(11), 2751–2765. <https://doi.org/10.1081/SS-200026751>
- Mancera, N. (2006). Estado del Conocimiento de las concentraciones de Mercurio y Otros Metales Pesados en Peces. *Acta Biologica Colombiana*, 11(1), 3–23.
- Mark, L., & Keller, A. (2004). *Complex NAPL Site Characterization Using Fluorescence Part 2 : Analysis of Soil Matrix Effects on the Excitation/Emission Matrix*.
- Mendez, J. P., Ramírez, C. A. G., Gutiérrez, A. D. R., & Garcia, F. P. (2008). Plant Contamination and Phytotoxicity Due To Heavy Metals From Soil and Water. *Tropical and Subtropical Agroecosystems*, 10(1), 19–44. <https://doi.org/1870-0462>
- Ministerio de Salud y Protección Social. (2013). Niveles máximos de contaminantes en los alimentos destinados al consumo humano. *Resolution*, pp. 1–10. Retrieved from [http://biblioteca.saludcapital.gov.co/img\\_upload/03d591f205ab80e521292987c313699c/resolucion-4506-de-2013.pdf](http://biblioteca.saludcapital.gov.co/img_upload/03d591f205ab80e521292987c313699c/resolucion-4506-de-2013.pdf)
- MINISTERIO DEL AMBIENTE. (2016). *ECONCIENCIA VERDE. Edición digital Numero 2. Revista de Investigación Ambiental. Ministerio del Ambiente del Ecuador. Edición Anual 2016. ISSN en trámite*.
- Naranjo Quinaluisa, E. J., Tapia Bastidas, C. G., Velázquez Feria, R. J., Cruz Pérez, Y., Delgado Pilla, A. H., Borja Borja, E. J., & Paredes Andrade, N. J. (2019). Caracterización Eco-geográfica de melloco (*Ullucus tuberosus* C.) En la Región

- Alto Andina del Ecuador. *La Técnica: Revista de Las Agrociencias*. ISSN 2477-8982, (19), 31. [https://doi.org/10.33936/la\\_tecnica.v0i19.953](https://doi.org/10.33936/la_tecnica.v0i19.953)
- National Institute of Health. (2016a). *Magnesio*. 3. Retrieved from <http://ods.od.nih.gov/HealthInformation/RecursosEnEspanol.aspx>.
- National Institute of Health. (2016b). *Sustancias Químicas. Organización para la Prohibición de Armas Químicas*. 51–104. Retrieved from [www.vertic.org/media/assets/nim\\_docs/International Implementation Assistance Program \(IAP\) pdfs - CW/Chemical products/Chemical products - Spanish.pdf](http://www.vertic.org/media/assets/nim_docs/International Implementation Assistance Program (IAP) pdfs - CW/Chemical products/Chemical products - Spanish.pdf)
- Nordberg, G. (2012). Metales: Propiedades Químicas Y Toxicidad Productos Químicos. *Enciclopedia De Salud Y Seguridad En El Trabajometal, 4º* (ES: PROPIEDADES QUÍMICAS Y TOXICIDAD), 1–76. Retrieved from <http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/TextosOnline/EnciclopediaOIT/tomo2/63.pdf>
- Obiol, J. (2013). *Espectrofotometría de Absorción Atómica*. 659–668. Retrieved from <http://boletines.secv.es/upload/196908659.pdf>
- Organización Mundial de la Salud OMS. (2013). Ingesta de potasio en adultos y niños. *Organización Mundial de La Salud (OMS)*, 1–7.
- Peijnenburg, W. J. G. M., Zablotskaja, M., & Vijver, M. G. (2007). Monitoring metals in terrestrial environments within a bioavailability framework and a focus on soil extraction. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 67(2), 163–179. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2007.02.008>
- PG Instruments. (n.d.). *Flame and Graphite Analysis*.
- Pozo, R. F. (2000). *Cuantificación de la erosión genética de melloco (Ullucus tuberosus Caldas), oca (Oxalis tuberosa Mol.) y mashua (Tropaeolum tuberosum R. y P.) en agroecosistemas de las provincias de Canar, Chimborazo y Tungurahua, Ecuador*.
- Reid, R. J., Dunbar, K. R., & McLaughlin, M. J. (2003). Cadmium loading into potato tubers: The roles of the periderm, xylem and phloem. *Plant, Cell and Environment*, 26(2), 201–206. <https://doi.org/10.1046/j.1365-3040.2003.00945.x>
- Reyes, Y., Vergara, I., Torres, O., & Díaz, M. (2016). CONTAMINACIÓN POR METALES PESADOS: IMPLICACIONES EN SALUD, AMBIENTE Y SEGURIDAD ALIMENTARIA. *The Indian Journal of Pediatrics*, 24(1), 14. <https://doi.org/10.1007/BF02796157>
- Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. (2003). *NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-021-SEMARNAT-2000*.

- Siebe, C. (1994). Acumulacion Y Disponibilidad De Metales Pesados En Suelos Regados Con Aguas Residuales En El Distrito De Riego 03, Tula, Hidalgo, México. *Rev. Int. Contam. Ambient*, 10, 15–21.
- Survey, U. S. G., Casadevall, T. J., & Thompson, T. B. (2011). *Pamphlet to accompany WORLD MAP OF VOLCANOES AND PRINCIPAL AERONAUTICAL FAETURES.*

## ANEXOS



**Figura 8.** Melloco  
Amarillo



**Figura 9.** Melloco Blanco



**Figura 10.** Melloco  
Caramelo



**Figura 11.** Melloco Gallito



**Figura 12.** Melloco Rojo



**Figura 13.** Digestión de  
las muestras de suelo



**Figura 14.** Molienda y  
tamizado de melloco



**Figura 15.** Aforo de las  
muestras



**Figura 16.** Utilización del  
equipo

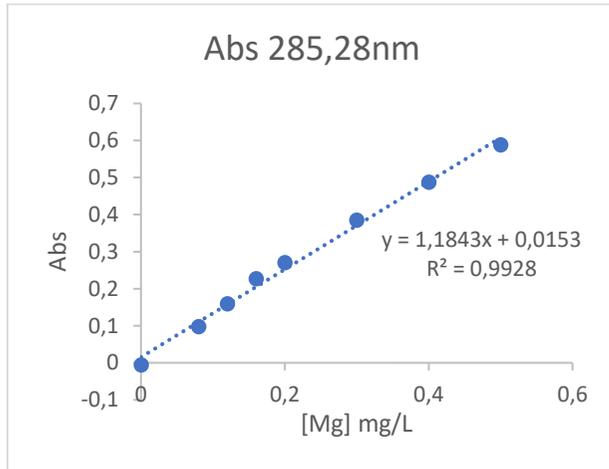
**Tabla 12.** Condiciones instrumentales del equipo para cada elemento en la medición con horno de grafito

<b>Parámetros de análisis</b>	<b>Cadmio (Cd)</b>	<b>Cobalto (Co)</b>	<b>Níquel (Ni)</b>	<b>Plomo (Pb)</b>	<b>Estroncio (Sr)</b>
Línea analítica	228,8 nm	240,7 nm	232,0 nm	283,3 nm	460,7 nm
Ancho de ventana	0,4 nm	0,2 nm	0,2 nm	0,4 nm	0,4 nm
Factor de filtro	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Corriente de la lámpara	5,0 mA	7,0 mA	4,0 mA	3,0 mA	3,0 mA
Tiempo de integración	3,0 sec	3,0 sec	3,0 sec	3,0 sec	5,0 sec
Corrección de la absorbancia inespecífica	D <sub>2</sub>				
Tipo de grafito	plataforma recubierta				
Tamaño de la muestra	10 µL				
Acidez	0,1% HNO <sub>3</sub>				
Sensibilidad	0,4pg/mL	5,18pg/mL	8,97pg/mL	5,18pg/mL	1,93pg/mL
Límite de detección	0,25pg/mL	4,23pg/mL	8,57pg/mL	3,88pg/mL	1,05pg/mL
Intervalo lineal	0,10-6,0 pg/mL	1,0-100,0 pg/mL	1,0-150,0 ng/mL	1,0-100,0 ng/mL	0,2-30,0 ng/mL

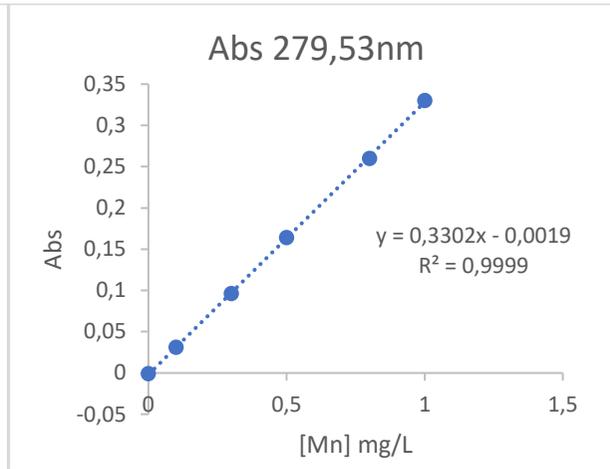
**Tabla 13.** Condiciones instrumentales del equipo para cada elemento en la medición con llama

<b>Parámetros de análisis</b>	<b>Cobre (Cu)</b>	<b>Hierro (Fe)</b>	<b>Potasio (K)</b>	<b>Magnesio (Mg)</b>	<b>Manganeso (Mn)</b>	<b>Cinc (Zn)</b>
Línea analítica	324,7 nm	248,3 nm	766,5 nm	285,2 nm	279,5 nm	213,9 nm
Ancho de ventana	0,4 nm	0,2 nm	0,4 nm	0,4 nm	0,4 nm	0,4 nm
Factor de filtro	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Corriente de la lámpara	5,0 mA	5,0 mA	5,0 mA	5,0 mA	5,0 mA	5,0 mA
Tiempo de integración	3,0 s	3,0 s	3,0 s	3,0 s	3,0 s	3,0 s
Corrección de la absorbancia inespecífica	D <sub>2</sub>	D <sub>2</sub>	D <sub>2</sub>	D <sub>2</sub>	D <sub>2</sub>	D <sub>2</sub>
Tipo de llama	Aire/Aceliteno	Aire/Aceliteno	Aire/Aceliteno	Aire/Aceliteno	Aire/Aceliteno	Aire/Aceliteno
Zona de la llama	Azul oxidante	Azul oxidante	Azul oxidante	Azul oxidante	Azul oxidante	Azul oxidante
Sensibilidad	0,03 mg/L	0,05 mg/L	0,008 mg/L	0,003mg/L	0,02 mg/L	0,01 mg/L
Límite de detección	0,004 mg/L	0,0046 mg/L	0,001 mg/L	0,0018 mg/L	0,002 mg/L	0,003 mg/L
Intervalo lineal	0,018-4,00 mg/L	0,03-8,00 mg/L	0,008-1,2 mg/L	0,007-0,4 mg/L	0,01-3,5 mg/L	0,01-3,0 mg/L

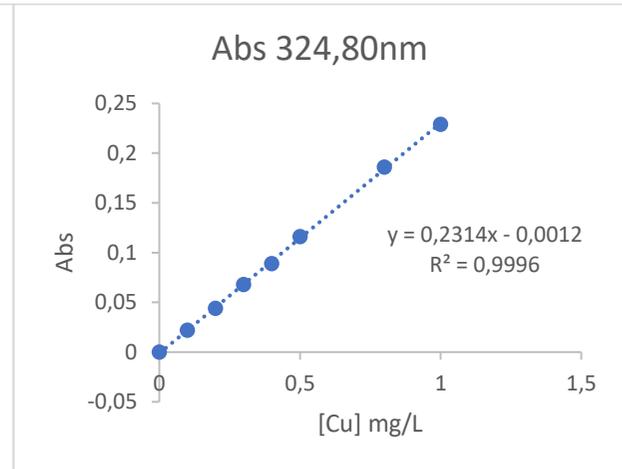
Magnesio (Mg)



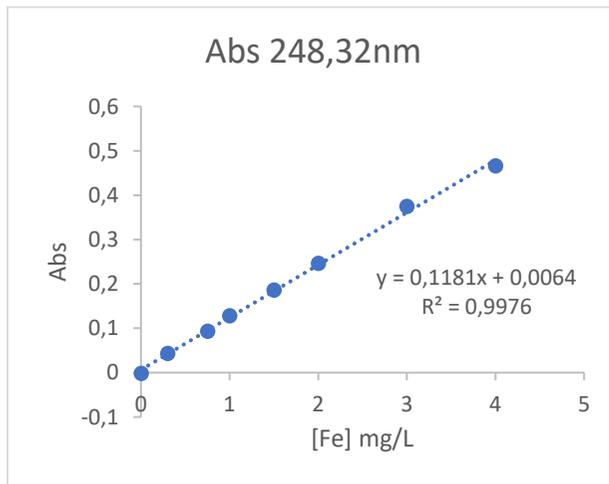
Manganeso (Mn)



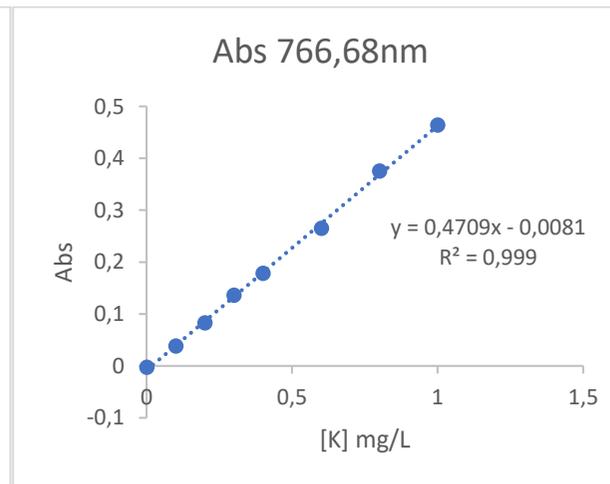
Cobre (Cu)



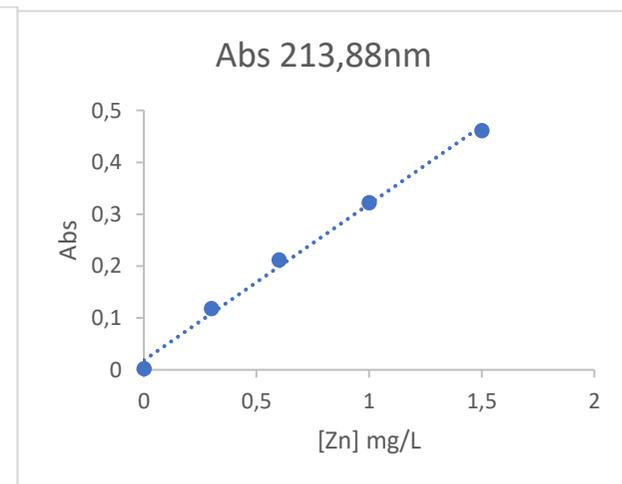
Hierro (Fe)



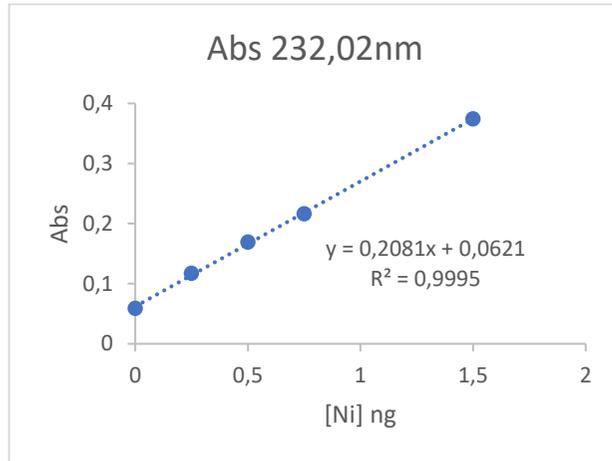
Potasio (K)



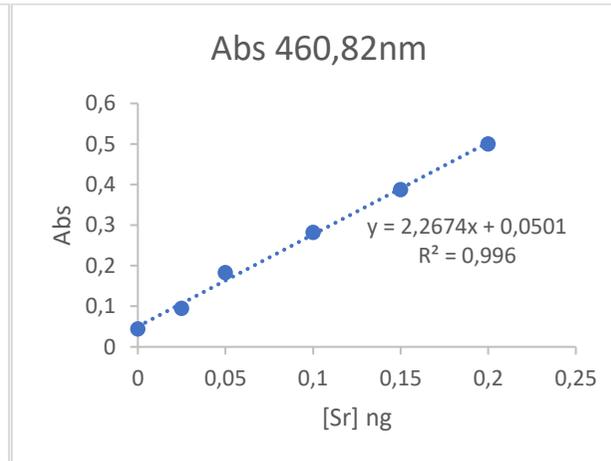
Cinc (Zn)



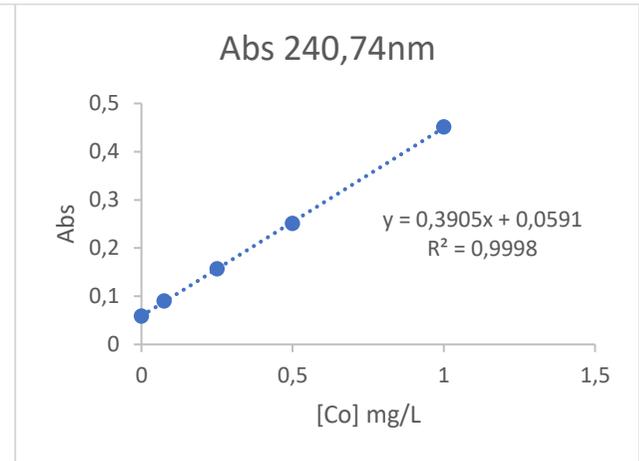
Níquel (Ni)



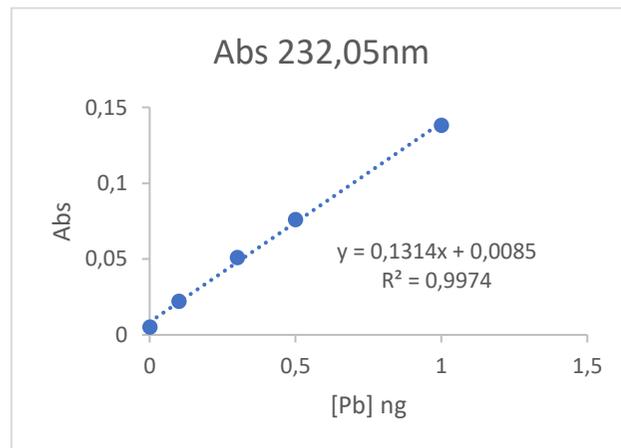
Estroncio (Sr)



Cobalto (Co)



Plomo (Pb)



Cadmio (Cd)

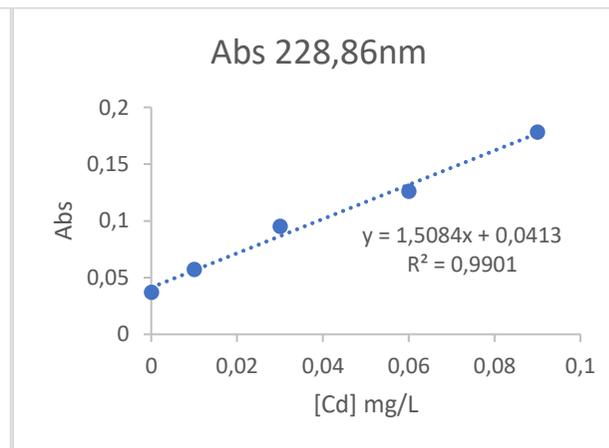


Figura 17. Curvas de calibración para cada metal

**Tabla 14.** Datos experimentales obtenidos en un laboratorio certificada

	Valor obtenido	Lab. INIAP
pH	6,08	6.09
% MO	12%	6.20%
CE (ds/m)	0,96	-
Hierro	353.60	272.00
Manganeso	37.76	8.90
Magnesio	108.48	2.25
Cobre	4.71	3.30
Zinc	8.20	8.80
Potasio	240.4	3.04

**Figura 18.** Resultados de suelo del laboratorio INIAP

