




Proceso de validación del método de calcinación para la determinación del contenido de materia orgánica en muestras de suelos del Perú¹

Validation process of the calcination method for determining the organic matter content in soil samples from Peru

Processo de validação do método de calcinação para a determinação do teor de matéria orgânica em amostras de solos do Peru

Sumiry Aguilar²

Universidad Nacional Agraria La Molina, La Molina – Lima, Perú

 <https://orcid.org/0009-0009-6960-1975>
saguilar@lamolina.edu.pe (correspondencia)


Carlos Mestanza

Universidad Nacional Agraria La Molina, La Molina – Lima, Perú

 <https://orcid.org/0000-0001-7302-3308>
cmestanza@lamolina.edu.pe


Braulio La Torre

Universidad Nacional Agraria La Molina, La Molina – Lima, Perú

 <https://orcid.org/0000-0001-5638-4267>
braulio@lamolina.edu.pe

Berthin Ticona

Universidad Nacional Agraria La Molina, La Molina – Lima, Perú

 <https://orcid.org/0000-0002-3945-4419>
bticona@lamolina.edu.pe

DOI: <https://doi.org/10.35622/j.rca.2025.02.001>

Recibido: 24/03/2025 Aceptado: 30/04/2025 Publicado: 07/05/2025

PALABRAS CLAVE

correlación, materia
orgánica, oxidación

RESUMEN. La materia orgánica del suelo (MOS) es un indicador fundamental de la calidad del suelo, por su repercusión en las propiedades físicas, químicas y biológicas. El método estandarizado en Perú para hallar MOS es la de oxidación húmeda que requiere el uso de reactivos químicos controlados, cuyo descarte incorrecto conlleva un riesgo de contaminación ambiental. Como alternativa a este método se puede usar el método de la calcinación que es menos

¹ El trabajo es producto de la tesis "Validación del método de calcinación en la determinación del contenido de la materia orgánica del suelo" presentada a la Universidad Nacional Agraria La Molina, Perú.

² Magister Scientiae en Suelos e Ingeniera Agrónoma Colegiada de la Universidad Nacional Agraria La Molina, Perú.



húmeda, pérdida por ignición.	contaminante, pero las temperaturas aún no han sido uniformizadas a nivel nacional. El objetivo de la investigación es comparar el método de calcinación bajo tres distintas temperaturas de ignición con el método estandarizado. Se analizaron 61 muestras de suelo, procedentes de distintas regiones del Perú, que presentaban contenidos variados de MOS y CaCO ₃ . Las temperaturas en calcinación fueron 400 °C, 500 °C y 600 °C. En los resultados se compararon MOS por oxidación húmeda y MOS por calcinación, a través de una prueba de Wilcoxon de acuerdo a esto existen diferencias significativas ($p < 0.05$). Se realizó ecuaciones de regresión lineal buscando la correlación entre ambos procedimientos, y se obtuvo que la MOS por calcinación en las tres temperaturas tiene una correlación lineal sólida ($R^2_{ajus} = 0.88$). En las ecuaciones de regresión por cada temperatura de calcinación, la de 400 °C tiene una correlación alta con el método estandarizado ($R^2_{ajus} = 0.92$, $p < 0.005$). Estos hallazgos indican que el método de calcinación a 400 °C puede ser útil para estimar el contenido de materia orgánica del suelo en diferentes tipos de suelo.
-------------------------------	--

KEYWORDS correlation, organic matter, wet oxidation, loss on ignition.	ABSTRACT. Soil organic matter (SOM) is a key indicator of soil quality due to its impact on physical, chemical, and biological properties. The standardized method in Peru for determining SOM is wet oxidation, which requires the use of controlled chemical reagents; however, their improper disposal poses a risk of environmental contamination. As an alternative, the calcination method can be used, which is less polluting, although the operating temperatures have not yet been standardized nationwide. The aim of this research is to compare the calcination method at three different ignition temperatures with the standardized method. A total of 61 soil samples from various regions of Peru, exhibiting different SOM and CaCO ₃ contents, were analyzed. Calcination temperatures were set at 400 °C, 500 °C, and 600 °C. The results compared SOM determined by wet oxidation and SOM determined by calcination using the Wilcoxon test, which showed significant differences ($p < 0.05$). Linear regression equations were developed to evaluate the correlation between both procedures, and SOM obtained by calcination at the three temperatures showed a strong linear correlation (adjusted $R^2 = 0.88$). Among the regression equations for each calcination temperature, the 400 °C treatment exhibited the highest correlation with the standardized method (adjusted $R^2 = 0.92$, $p < 0.005$). These findings suggest that the calcination method at 400 °C can be a useful approach to estimate soil organic matter content across different soil types.
--	---

PALAVRAS-CHAVE correlação, matéria orgânica, oxidação úmida, perda por ignição.	RESUMO. A matéria orgânica do solo (MOS) é um indicador fundamental da qualidade do solo, devido ao seu impacto nas propriedades físicas, químicas e biológicas. O método padronizado no Peru para determinar a MOS é o de oxidação úmida, que requer o uso de reagentes químicos controlados, cujo descarte inadequado representa um risco de contaminação ambiental. Como alternativa, pode-se utilizar o método de calcinação, que é menos poluente, embora as temperaturas ainda não tenham sido uniformizadas em nível nacional. O objetivo desta pesquisa é comparar o método de calcinação em três diferentes temperaturas de ignição com o método padronizado. Foram analisadas 61 amostras de solo provenientes de diferentes regiões do Peru, com teores variados de MOS e CaCO ₃ . As temperaturas de calcinação foram de 400 °C, 500 °C e 600 °C. Nos resultados, compararam-se os valores de MOS obtidos por oxidação úmida e por calcinação, utilizando o teste de Wilcoxon, que indicou diferenças significativas ($p < 0.05$). Foram elaboradas equações de regressão linear para avaliar a correlação entre ambos os procedimentos, constatando-se que a MOS obtida por calcinação nas três temperaturas apresentou uma correlação linear sólida ($R^2_{ajus} = 0.88$). Nas equações de regressão para cada temperatura de calcinação, a de 400 °C mostrou a maior correlação com o método padronizado ($R^2_{ajus} = 0.92$, $p < 0.005$). Esses resultados indicam que o método de calcinação a 400 °C pode ser útil para estimar o teor de matéria orgânica do solo em diferentes tipos de solo.
---	--

1. INTRODUCCIÓN

La materia orgánica del suelo (MOS), caracterizada por su elevado contenido de carbono orgánico (COS) que representa cerca del 58% de su masa, constituye un elemento indispensable para mantener la salud y la capacidad productiva de los ecosistemas edáficos. La MOS actúa como reservorio de nutrientes esenciales,

optimiza la capacidad de retención hídrica, promueve la formación de agregados estables fundamentales para una aireación y drenaje adecuados e incrementa la capacidad de intercambio catiónico (CIC) de los suelos (FAO, 2017, Ćirić et al., 2023). Para monitorear y gestionar adecuadamente este recurso vital, su cuantificación precisa es imprescindible. Sin embargo, la elección de la metodología introduce una problemática crítica: la técnica de referencia tradicional, la oxidación húmeda (Walkley y Black, 1934), requiere el uso de reactivos controlados y peligrosos (dicromato de potasio y ácido sulfúrico concentrado). Si bien este método es replicable, la gestión inadecuada de sus residuos representa un riesgo significativo de contaminación ambiental del suelo y el agua, además de riesgos para la salud humana (Kristl, 2015). Esta situación impulsa la búsqueda de alternativas analíticas más limpias, económicas y sencillas.

Frente a las limitaciones de la oxidación húmeda, el método de Calcinación, conocido como Pérdida por Ignición (LOI) (Loss on Ignition), emerge como una alternativa atractiva. Esta técnica ofrece una medición directa del porcentaje de materia orgánica total, basándose en la determinación de la pérdida de masa de una muestra al ser sometida a altas temperaturas. Pese a la promesa de ser un procedimiento más económico y menos contaminante, la implementación de LOI se ve obstaculizada por la ausencia de un protocolo estandarizado para la temperatura de ignición. La literatura refleja esta falta de consenso: diversos estudios han empleado rangos de temperatura entre 250°C y 600°C, con tiempos de calentamiento que varían desde 2 hasta 24 horas (Combs & Nathan, 1998). Por ejemplo, Sadzawka et al. (2006) sugieren calcinar a 360 °C por 16 horas, mientras que Schulte y Hopkins (1996) recomiendan 360°C por 2 horas para suelos de EE. UU. y Bazán (2017) propone 550°C por 5 horas. Esta variabilidad metodológica dificulta la comparación de resultados y la identificación de la temperatura óptima para obtener la cantidad MOS. Además, se ha documentado que el uso de temperaturas superiores a 500 °C puede inducir errores significativos en la determinación de la MOS. Estos errores se deben a fenómenos como la descomposición de los carbonatos de carbonato de calcio (CaCO_3) con liberación de CO_2 , la pérdida de agua estructural de los minerales de arcilla, y la oxidación de hierro, lo que sobreestima el contenido de materia orgánica (Martínez et al., 2017). Por ello, es imperativo validar una temperatura que maximice la oxidación de la MOS y minimice la interferencia de otros componentes del suelo, manteniendo la exactitud del procedimiento LOI (Martínez et al., 2018).

Dada la función crucial de la MOS en la sostenibilidad edáfica y la necesidad de mitigar el impacto ambiental asociado al método de oxidación húmeda, se justifica la validación del método de calcinación como una alternativa analítica viable en el contexto nacional. Considerando que las propiedades de los suelos peruanos, incluyendo su variado contenido de carbonatos y arcillas, pueden influir en la temperatura óptima de calcinación, se requiere una investigación específica.

Por consiguiente, el objetivo de esta investigación es: comparar el desempeño del método de calcinación bajo tres distintas temperaturas de ignición con el método estandarizado de oxidación húmeda y determinar la temperatura de calcinación que exhiba la mejor correlación para estimar la materia orgánica en suelos del Perú.

2. METODOLOGÍA

El presente estudio adoptó un enfoque cuantitativo dado que se centra en la medición de variables (porcentaje de MOS) y el análisis estadístico de los datos (regresión lineal y pruebas de hipótesis). El diseño de la investigación es experimental de tipo correlacional comparativo. Es correlacional porque busca establecer la relación o asociación entre dos variables medidas (MOS por oxidación húmeda vs MOS por LOI) y es

comparativo porque evalúa si existen diferencias significativas entre los resultados de las tres temperaturas de calcinación y el método de referencia (WyB). El alcance es exploratorio y descriptivo, ya que busca explorar la viabilidad de una metodología alternativa (LOI) y describir la correlación en muestras de suelos peruanos, como recomiendan Hernández et al. (2014).

El trabajo se ejecutó en el Laboratorio de Análisis de Suelos, Plantas, Agua y Fertilizantes (LASPAF) de la Universidad Nacional Agraria La Molina. Se analizaron un total de 61 muestras de suelo, recolectadas de la capa superficial (0-30 cm de profundidad) de diversas regiones del Perú con diferente contenido de %MOS y %CaCO₃. Las muestras procedieron de 12 regiones, siendo las más representadas Lima (24 muestras), Cajamarca (13) y Junín (5).

Antes de proceder con los análisis químicos y por ignición, las muestras pasaron por un pretratamiento de secado fino al aire (TFSA). Este proceso consistió en el secar las muestras a la sombra y al aire por un periodo de 48 horas, seguido de una molienda y un tamizado a través de una malla con una abertura de 2 mm, asegurando la homogeneidad de la muestra para las determinaciones posteriores.

Determinación de MOS por Oxidación Húmeda (Walkley y Black)

El contenido de MOS se determinó mediante el método de oxidación húmeda (modificado de Walkley y Black), el cual sirve como el procedimiento de referencia para la correlación. Se pesó 1 gramo de suelo (TFSA) y se colocó en un matraz. Se añadió un volumen de 10 ml de dicromato de potasio a 1N. Posteriormente, se adicionó ácido sulfúrico concentrado en una cantidad ajustada en función del contenido de MOS esperado en la muestra. La cantidad de dicromato de potasio que no reaccionó con el carbono orgánico se determinó mediante titulación con una solución de sulfato ferroso. El punto de equivalencia se identificó utilizando el indicador redox difenilamina sulfúrica. El Carbono Orgánico (COS) se calculó a partir de la cantidad de dicromato consumido, y la Materia Orgánica del Suelo (MOS) se estimó aplicando el factor de Van Bemmelen (1890) de 1.724, asumiendo que la MOS contiene un 58% de carbono (Bazán, 2017).

Determinación de MOS por Pérdida por Ignición (LOI)

El método de Calcinación (LOI) se ejecutó para evaluar la pérdida de masa por calentamiento. Para cada muestra, se prepararon tres repeticiones utilizando 8 gramos de suelo. Las muestras se secaron inicialmente en una estufa a 105°C durante 24 horas para eliminar completamente el agua higroscópica, luego las muestras secas fueron transferidas a una mufla (modelo BF51766C-1 MUFLA LINDBERG/BLUE) y sometidas a un programa de calentamiento de 4 horas dividido en dos fases, primera fase a dos horas a 150°C, segunda fase dos horas a tres temperaturas de ignición distintas (400°C, 500°C, 600°C). Después del calentamiento, las muestras se enfriaron en un desecador a temperatura ambiente. El porcentaje de Pérdida por Ignición (LOI) se calculó con la siguiente fórmula, donde %MO representa la MOS estimada por este método:

$$MO\% = ((\text{Peso } 105^{\circ}\text{C} - \text{Peso } T^{\circ} \text{ calcinación})) / (\text{Peso } 105^{\circ}\text{C}) \times 100$$

Para la comparación de las metodologías, se utilizó la prueba no paramétrica de Wilcoxon para muestras relacionadas (o pareadas). Esta prueba se aplicó para determinar si existen diferencias significativas ($p < 0.05$) entre la %MOS obtenida por oxidación húmeda y la %MOS obtenida por LOI a las diferentes temperaturas. Posteriormente, se empleó un modelo de regresión lineal para evaluar la correlación entre los resultados de MOS por LOI y MOS por oxidación húmeda, con el fin de desarrollar ecuaciones predictivas. El criterio de

aceptabilidad del modelo es el coeficiente de determinación R^2 ajustado, este evalúa criterio estadístico de la aceptabilidad del modelo es el coeficiente de determinación R^2 ajustado, este coeficiente, cuyo valor varía entre cero y uno, refleja la calidad del modelo al analizar la variabilidad de los datos. Un R^2 próximo a uno indica que el modelo tiene un buen poder predictivo, mientras que un valor cercano a cero sugiere que su capacidad para predecir es baja este evalúa el desempeño del modelo y la variación de los datos.

3. RESULTADOS

Se realizó la prueba de Wilcoxon donde los valores de MOS por WyB son diferentes a MO LOI en las tres temperaturas evaluadas con el valor p ($p < 2.2e-16$), esto quiere decir que existe una diferencia estadísticamente significativa entre las variables MO WyB y MO LOI estos valores tienden a ser diferentes de manera consistente dentro de las parejas observadas (Tabla 1).

Tabla 1

Prueba de Wilcoxon entre el promedio del %MO por oxidación y el %MO LOI

Temperatura (°C)	%MO por oxidación	% MO LOI	Diferencia	P-Valor
400-600	7.85	11.78	3.93	<0.05

Al examinar los datos de la Tabla 2, la alta dispersión observada en las medias y desviaciones estándar para la MOS cuantificada por el método de Oxidación Húmeda (WyB) y el método por Pérdida por Ignición (LOI) refleja una marcada heterogeneidad en el contenido de MOS a lo largo de las 61 muestras de suelo analizadas. Esta variabilidad, confirmada por el amplio rango entre los valores mínimos y máximos en ambos métodos, es esperable dada la procedencia de las muestras de diversas regiones edáficas del Perú.

Tabla 2

Estadísticos descriptivos de la materia orgánica del suelo

	%MOS WB	% MOS LOI 400°C	% MOS LOI 500°C	%MOS LOI 600°C
Media	7.85	9.91	11.19	13.4
Mediana	4.95	5.47	7.31	9.59
Desviación estándar	7.92	10.14	10.46	11.34
Varianza de la muestra	62.79	102.83	109.41	127.87
Coeficiente de asimetría	1.66	2.07	1.97	1.9
Mínimo	0.03	0.34	1.16	1.25
Máximo	35.38	56.91	58.93	64.54
Datos	61	61	61	61

Nota. La materia orgánica del suelo (MOS) fue determinada por los métodos de Walkley-Black (WyB) y Pérdida por Ignición (LOI) a temperaturas de 400 °C, 500 °C y 600 °C, en un total de 61 muestras.

La heterogeneidad de la MOS y la presencia de factores interferentes como el CaCO_3 , en el método LOI implican que los valores brutos de pérdida por ignición a una temperatura dada no serán directamente equivalentes a los valores obtenidos por el método de referencia (WyB). Por lo tanto, la simple comparación de medias por la prueba de Wilcoxon, aunque es necesaria, no es suficiente para validar el método LOI. Para que la calcinación sea una alternativa precisa para la estimación de MOS en una amplia gama de suelos peruanos, es indispensable, cuantificar la relación, determinar el grado de asociación entre MOS por LOI y MOS por WyB, corregir la desviación y utilizar un modelo predictivo, como la regresión lineal, para ajustar y calibrar las mediciones de LOI a las de WyB.

La regresión lineal permite establecer una fórmula lineal (la ecuación de ajuste) que minimiza el error entre el valor de MOS predicho a partir de la calcinación y el valor de referencia de MOS por oxidación húmeda. Este proceso transforma una simple medición de pérdida de peso en una estimación de MOS validada estadísticamente.

Como se justificó previamente, la heterogeneidad de la MOS en las muestras de suelos peruanos requirió el desarrollo de modelos de regresión lineal múltiple para establecer una relación predictiva robusta y corregir las desviaciones inherentes al método de Pérdida por Ignición. Los resultados de los análisis de regresión se resumen en la Tabla 3.

Tabla 3

Modelos de regresión lineal para la estimación de la MOS mediante calcinación a diferentes temperaturas

	Ecuación	R ² ajust	P -valor	RSE
General	$Y = -0.0202 + 0.69x - 0.245z - 0.00012x \cdot z$	0.88	$<2.2e^{-16}$	2.63
400°C	$Y = 0.251 + 0.426x - 0.026z + 0.003x \cdot z$	0.92	$<2.2e^{-16}$	1.29
500°C	$Y = -0.236 + 0.41x - 0.028z + 0.0023x \cdot z$	0.92	$<2.2e^{-16}$	1.32
600°C	$Y = -0.202 + 0.38x - 0.047z + 0.0006x \cdot z$	0.90	$<2.2e^{-16}$	1.42

Nota. y = materia orgánica por el método de oxidación húmeda; x = materia orgánica por calcinación; z = cantidad de carbonatos de calcio; RSE = error estándar residual. Las ecuaciones muestran los modelos predictivos para cada temperatura (400 °C, 500 °C y 600 °C) y el modelo general con interacción del CaCO_3 , indicando los valores de R² ajustado, p-valor y RSE correspondientes.

Las ecuaciones presentadas son modelos predictivos permiten estimar el contenido de MOS obtenido por el método de referencia (WyB) a partir de los resultados brutos de LOI y el contenido de CaCO_3 . La significancia estadística de todos los modelos es extremadamente alta, como lo demuestra el P-valor ($<2.2e^{-16}$), lo que significa que correlación observada es significativa y refleja una relación genuina entre los dos métodos de cuantificación de la MOS. Además, todos los modelos exhiben una correlación sólida, con coeficientes de determinación ajustados (R²_ajus) que oscilan entre 0.88 y 0.92.

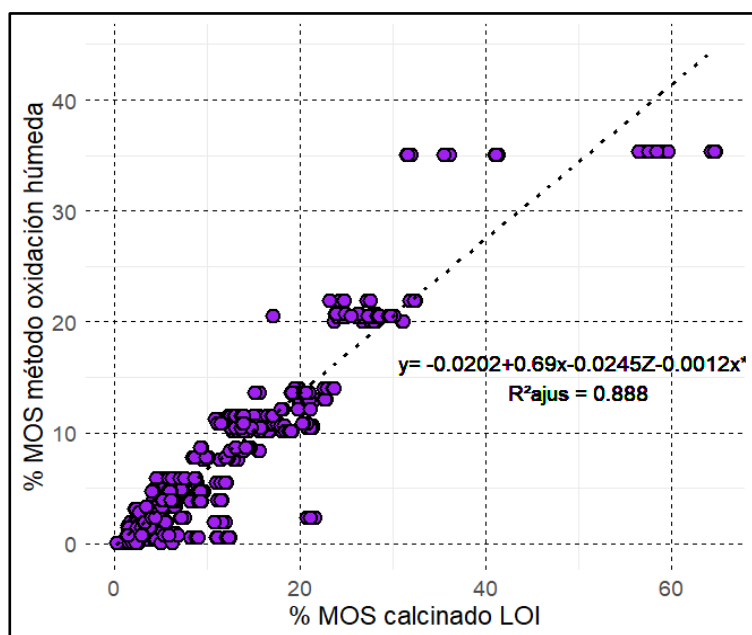
Al comparar los modelos específicos por temperatura, se observa que a mayor poder predictivo las temperaturas de 400°C y 500°C comparten el mayor coeficiente de determinación ajustado (R²_ajus = 0.92), lo que significa que el 92% de la variabilidad en los resultados de WyB es explicada por la LOI y el CaCO_3 en esos rangos. Sin embargo, la ecuación de 400°C presenta un error estándar residual (RSE) significativamente menor 1.29 en comparación con 500°C (RSE = 1.32) y 600°C (RSE = 1.42). El RSE cuantifica el error promedio en la predicción de la MOS, indicando que el modelo a 400°C realiza la estimación con la menor imprecisión. La disminución

del R^2 ajustado y el aumento del RSE en la temperatura de 600°C sugiere un incremento en la interferencia de la descomposición de CaCO_3 y la pérdida de agua estructural, lo que reduce la precisión del modelo predictivo.

En la Figura 1, se muestra la relación lineal positiva entre el MOS medido por LOI y el MOS medido por oxidación húmeda. El método LOI según nuestra comparación con las tres temperaturas evaluadas tiende a subestimar ligeramente la MOS en comparación con el método de oxidación húmeda, especialmente en muestras con mayor contenido de MOS.

Figura 1

Análisis de correlación lineal entre la MOS por el método de calcinación y método de oxidación húmeda

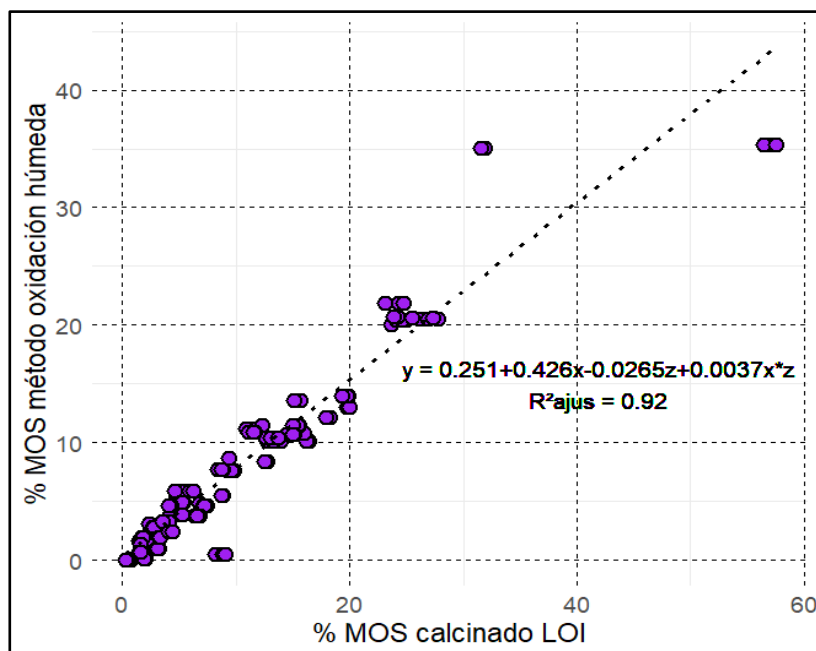


En la Figura 1, al examinar la correlación entre MOS determinada por WyB y LOI en las tres temperaturas evaluadas, se evidenció una dispersión en los datos que sugiere la influencia del carbonato de calcio en la relación entre ambos métodos. Si bien el término de interacción en el modelo de regresión no resultó estadísticamente significativo, el efecto independiente del CaCO_3 sí mostró ser marginalmente significativo. Además, el elevado coeficiente de determinación ajustado R^2 -ajustado indica que el modelo predictivo, que incluye la MOS por LOI y el contenido de CaCO_3 explica una proporción sustancial de la variabilidad observada en la MOS obtenida por oxidación húmeda.

El modelo sugiere que la materia orgánica MO LOI tiene un efecto positivo significativo en la variable dependiente, mientras que el CaCO_3 tiene un efecto negativo significativo. Además, la interacción entre MOS por LOI y CaCO_3 es significativa, lo que implica que el efecto de la materia orgánica varía según el nivel de carbonato de calcio. El modelo general tiene un buen ajuste y es altamente significativo.

Figura 2

Correlación entre MOS por calcinación (400 °C) y oxidación húmeda



Este modelo sugiere una relación más compleja entre los dos métodos de medición de MOS, donde el contenido de carbonato de calcio no solo tiene un efecto negativo directo en el % MOS por oxidación húmeda, sino que también modula la relación entre el % MOS por LOI y el % MOS por oxidación húmeda. Un mayor contenido de carbonato de calcio parece amplificar la influencia del % MOS medido por calcinación en la predicción del % MOS por oxidación húmeda.

La pérdida por ignición (LOI) es un buen método para estimar la materia orgánica medida por Walkley Black (WyB), especialmente cuando se considera la interacción con el carbonato de calcio.

En la siguiente figura (Figura 3) se evidencia una fuerte correlación lineal ($R^2_{ajus} = 0.92$) entre la MOS por calcinación a 500 °C y la obtenida por oxidación húmeda, aunque con un ligero aumento del error ($RSE = 1.32$). Esto indica buena capacidad predictiva, pero cierta sobreestimación de la MOS en suelos con carbonatos, debido a la descomposición parcial del CaCO_3 .

Figura 3

Correlación entre MOS por calcinación (500 °C) y oxidación húmeda

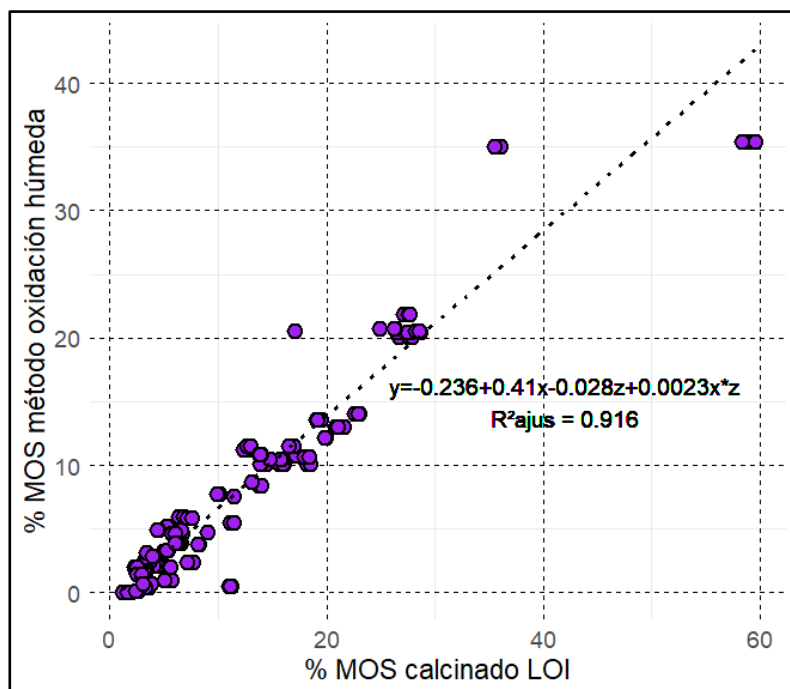
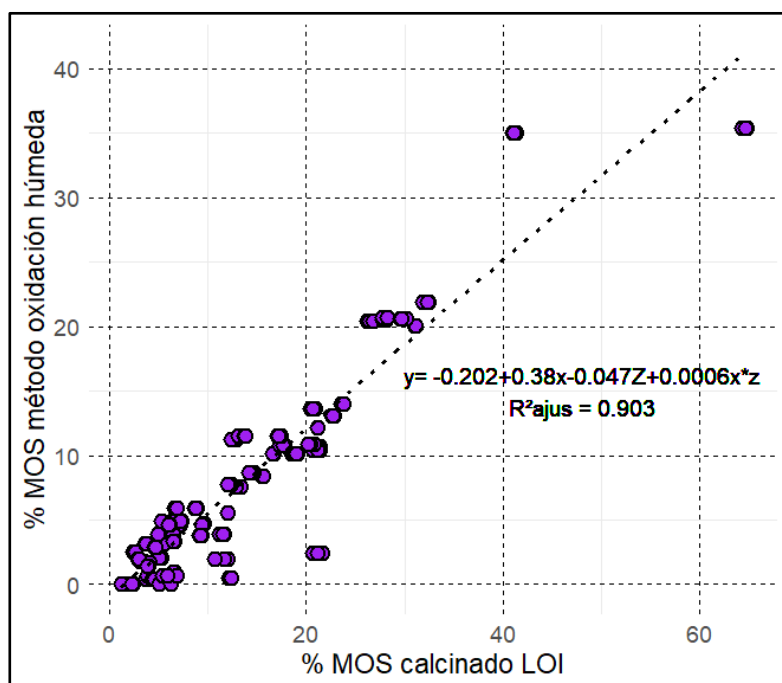


Figura 4

Análisis de correlación lineal de la MOS del método de calcinación a temperatura de 600 °C y el método de oxidación húmeda



En los suelos analizados, la intersección mostró valores positivos en el las temperaturas de 400°C y 500 °C, en caso de 600°C negativos para las temperaturas evaluadas (Figura 4). Esto sugiere que las condiciones de

calcinación aplicadas eliminaron por completo la materia orgánica, y sobreestimaron la cantidad de pérdida de peso. Esto se observa en suelo con mayor cantidad de carbonatos.

4. DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos confirman que el método de calcinación (LOI) presenta una fuerte correlación con el método de oxidación húmeda de Walkley y Black, especialmente a 400 °C, lo que coincide con los hallazgos de Eyherabide et al. (2014), quienes reportaron coeficientes de determinación superiores al 92 %. Esta concordancia respalda la aplicabilidad del LOI como alternativa analítica menos contaminante y de menor costo operativo. Sin embargo, el incremento progresivo de la materia orgánica con la temperatura observado en este estudio sugiere la posible interferencia de procesos físicos y químicos, tales como la pérdida de agua estructural y la descomposición parcial de carbonatos, tal como advierten Martínez et al. (2018) y Wang et al. (2012).

Los resultados obtenidos confirman que el método de calcinación (LOI) es una alternativa viable al procedimiento de referencia, al demostrar una fuerte correlación lineal con el método de oxidación, especialmente a 400 °C, lo que coincide lo cual se evidencia en los altos coeficientes de determinación ajustados que alcanzaron 92% .Esta concordancia respalda los hallazgos de Eyherabide et al. (2014), quienes también reportaron coeficientes de determinación superiores al 92% en estudios comparativos. La solidez de esta relación valida la aplicabilidad del LOI como una alternativa analítica menos contaminante y de menor coste operativo, abordando así la problemática de los residuos químicos asociados al WyB (Kristl, 2015).

La temperatura de ignición fue identificada como el factor más crítico en el método LOI. Nuestro análisis de regresión lineal múltiple, que incluyó la corrección por el contenido de CaCO_3 , permitió seleccionar la temperatura que minimiza el error predictivo. El modelo a 400°C exhibió el menor Error Estándar Residual ($\text{RSE} = 1.29$) entre las tres temperaturas evaluadas, confirmando que esta es la temperatura óptima para la estimación de MOS en los suelos analizados. Este resultado sugiere que a 400°C se logra la eliminación máxima de la materia orgánica sin incurrir en interferencias significativas. El incremento progresivo del RSE y la disminución del (R^2_{ajus}) observados en las temperaturas superiores, especialmente a 600°C, se interpreta como la interferencia de procesos fisicoquímicos no relacionados con la MOS. Tal como advierten Wang et al. (2012) y Martínez et al. (2018), temperaturas por encima de los 500°C son propensas a la pérdida de agua estructural de las arcillas y la descomposición parcial de carbonatos (particularmente aquellos como los de manganeso y magnesio, que se descomponen a temperaturas inferiores a los 750°C). Esta interferencia resultaría en una sobreestimación de la MOS por LOI, haciendo que el modelo predictivo sea menos preciso.

Un aporte fundamental de esta investigación radica en la inclusión de la variable CaCO_3 en el modelo de regresión. Aunque la descomposición completa del CaCO_3 ocurre a temperaturas superiores 750°C a 850°C, la presencia de CaCO_3 como variable de interacción resultó significativa para mejorar el ajuste del modelo, especialmente en suelos calcáreos, lo cual subraya la complejidad de la matriz del suelo (Kristl et al., 2015). A diferencia de estudios previos, como el de Eyherabide et al. (2014), que se centraron únicamente en suelos francos, la presente investigación analizó una amplia gama de texturas y concentraciones de MOS y CaCO_3 provenientes de diversas regiones del Perú. Este enfoque geográfico y textural heterogéneo confiere una mayor representatividad y validez a la ecuación de corrección desarrollada a 400°C para la realidad de los suelos agrícolas nacionales.

El principal aporte práctico es la validación de un protocolo de calcinación eficiente 400°C por 2 horas para la estimación de MOS en suelos peruanos. Esto permite a los laboratorios reemplazar el método WyB o utilizar LOI como un método adjunto de control de calidad, mejorando la eficiencia operativa (menor tiempo y costo) y la sostenibilidad ambiental al reducir la generación de residuos peligrosos.

Una limitación del estudio es que, si bien el contenido de arcilla en las muestras analizadas fue bajo (lo que sugiere una interferencia mínima por la pérdida de agua estructural), la ecuación de regresión debería ser validada en suelos con concentraciones de arcilla excepcionalmente altas para confirmar la robustez del modelo. Adicionalmente, aunque el factor de 1.724 es estándar, la calibración de un factor de conversión específico para LOI a 400°C en suelos andinos podría refinar aún más la precisión. Futuras líneas de investigación deberían centrarse en, validar la ecuación de 400°C con un método de referencia absoluto (como la combustión seca Dumas) en un grupo de suelos con alto contenido de arcilla y evaluar la viabilidad de temperaturas por debajo de 400°C en suelos con MOS muy bajo (Wang et al., 2012).

5. CONCLUSIONES

Esta investigación confirma una fuerte relación lineal positiva entre la MOS medida por LOI y la MOS medida por oxidación húmeda. El método LOI en su forma bruta tiende a subestimar ligeramente la MOS de referencia, particularmente en muestras con alto contenido de carbonatos. No obstante, el desarrollo de la ecuación de regresión a 400°C (con R^2 ajustado = 0.92 y el RSE más bajo) demuestra que el método de calcinación a 400°C, corregido por el contenido de CaCO_3 , es la temperatura óptima y más útil para estimar el contenido de materia orgánica del suelo en diferentes tipos de suelo del Perú.

Conflicto de intereses / Competing interests:

Los autores declaran que no incurrieron en conflictos de intereses.

Rol de los autores / Authors Roles:

Sumiry Aguilar: conceptualización, análisis formal, investigación, metodología, administración del proyecto, supervisión, redacción, revisión y edición.

Carlos Mestanza: conceptualización, validación, curación de datos y escritura –borrador original.

Braulio La Torre: conceptualización, validación, análisis formal, escritura –revisión y edición.

Berthin Ticona: conceptualización, investigación, recursos y administración del proyecto.

Fuentes de financiamiento / Funding:

Los autores declaran que no recibieron financiamiento para la realización de la investigación.

Aspectos éticos / legales; Ethics / legal:

Los autores declaran no haber incurrido en aspectos antiéticos, ni haber omitido aspectos legales en la realización de la investigación.

REFERENCIAS

- Bazán, R. (2017). *Manual de procedimientos de los análisis de suelos y agua con fines de riego*. Ministerio de Agricultura y Riego/Instituto Nacional de Innovación Agraria.
- Ćirić, V., Prekop, N., Šeremešić, S., Vojnov, B., Pejić, B., Radovanović, D., & Marinković, D. (2023). The implication of Cation Exchange Capacity (cec) assessment for soil quality management and improvement. *Agriculture & Forestry/Poljoprivreda i šumarstvo*, 69(4). DOI:10.17707/AgricultForest.69.4.08
- Combs, S. M., & Nathan, M. V. (1998). Soil organic matter. In J. R. Brown (Ed.), *Recommended chemical soil test procedures for the North Central Region* (North Central Regional Research Publication No. 221, Revised ed., pp.

- 53–58). Missouri Agricultural Experiment Station SB 1001. https://www.canr.msu.edu/uploads/234/68557/rec_chem_soil_test_proce55c.pdf
- Eyherabide, M., Sainz Rozas, H., Barbieri, P., & Echeverría, H. E. (2014). Comparación de métodos para determinar carbono orgánico en suelo. *Ciencia del suelo*, 32(1), 13–19. https://ri.conicet.gov.ar/bitstream/handle/11336/25777/CONICET_Digital_Nro.6092f0df-9d4b-4597-a8ad-7433176558ac_A.pdf?sequence=2&isAllowed=y
- Food and Agriculture Organization. (2017). *Mapa del carbono orgánico del suelo*. Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura/FAO. <https://openknowledge.fao.org/server/api/core/bitstreams/0321e0f3-9e17-4f9f-9430-253d0f67f736/content>
- Kristl, M., Mursec, M., Sustar, V., & Kristl, J. (2015). Application of thermogravimetric analysis for the evaluation of organic and inorganic carbon contents in agricultural soils. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 123(3), 2139–2147. <https://link.springer.com/article/10.1007/s10973-015-4844-1>
- Martínez, H., Fuentes, E., y Acevedo, H. (2008). Carbono orgánico del suelo y propiedades del suelo. *Revista de la ciencia del suelo y nutrición vegetal*, 8(1). <http://dx.doi.org/10.4067/S0718-27912008000100006>
- Martínez, J. M., Galantini, J. A., Duval, M. E., López, F. M., and Iglesias, J. O. (2018). Estimating soil organic carbon in Mollisols and its particle-size fractions by loss-on-ignition in the semiarid and semihumid Argentinean Pampas. *Geoderma Regional*, 12, 49–55. <https://doi.org/10.1016/j.geodrs.2017.12.004>
- Sadzawka, A., Carrasco, M., Grez, R., De La Luz Mora, M., Flores, H. y Neaman, A. (2006). *Métodos de análisis recomendados para los suelos de Chile* (Revisión 2006). Serie Actas INIA (Instituto de Investigación Agropecuaria) N°34. Ministerio de Agricultura/Gobierno de Chile. <https://www.schcs.cl/wp-content/uploads/2018/11/Analisis-de-suelos.pdf>
- Schulte, E. E., & Hopkins, B. G. (1996). Estimation of soil organic matter by weight loss-on-ignition. In F. R. Magdoff, M. A. Tabatabai, & E. A. Hanlon Jr. (Eds.), *Soil organic matter: Analysis and interpretation* (Vol. 46, Chap. 3). SSSA Special Publications. <https://doi.org/10.2136/sssaspecpub46.c3>
- Shamrikova, E. V., Vanchikova, E. V., Lu-Lyan-Min, E. I., Kubik, O. S., & Zhangurov, E. V. (2023). Which method to choose for measurement of oranic and inorganic carbon content in carbonate-rich soils? Advantages and disadvantages of dry and wet chemistry. *Catena*, 228, 107151. <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0341816223002424?via%3Dihub>
- Van Bemmelen, J. M. (1890). Über die Bestimmung des Wassers, des Humus, des Schwefels, der in den colloidalen Silikaten gebundenen Kieselsäure, des Mangans u. s. w. im Ackerboden. *Die Landwirthschaftlichen Versuchs-Stationen*, 37, 279–290. <https://edepot.wur.nl/211282>
- Wang, X., Wang, J., & Zhang, J. (2012). Comparisons of three methods for organic and inorganic carbon in calcareous soils of Northwestern China. *PLOS ONE*, 7(8), e44334. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0044334>
- Walkley, A., & Black, I. A. (1934). An examination of the Degtjareff method for determining organic carbon in soils: Effect of variations in digestion conditions and of inorganic soil constituents. *Soil Science*, 63, 251–263. <https://www.scirp.org/reference/ReferencesPapers?ReferencelD=2196695>