

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS DE LOS ANÁLISIS DE SUELOS Y AGUA CON FINES DE RIEGO



MINISTERIO DE AGRICULTURA
INSTITUTO NACIONAL DE INNOVACION AGRARIA
DIRECCIÓN DE DESARROLLO TECNOLÓGICO AGRARIO
SUBDIRECCIÓN DE INVESTIGACIÓN Y ESTUDIOS ESPECIALES

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS DE LOS ANÁLISIS DE SUELOS Y AGUA CON FINES DE RIEGO

Ing. M.Sc. Rubén Bazán Tapia

LIMA - PERÚ
2017

MINISTERIO DE AGRICULTURA Y RIEGO

Ing. José Manuel Hernández Calderón

Ministro de Agricultura y Riego

Dr. Miguel Ángel Barandiarán Gamarra

Jefe del INIA

M.Sc. Juan Alvaro Loayza Valdivia

Director General

Dirección de Desarrollo Tecnológico Agrario

Dr. José Eloy Cuellar Bautista

Director

Subdirección de Investigación y Estudios Especiales

Ing. Auristela Florencia Reynoso Zárate

Coordinadora Técnica - INIA

Programa Presupuestal 0089

Reducción de la Degradación de los Suelos Agrarios

Dr. Sady García Bendezú

Jefe

Laboratorio de Análisis de Suelos

Universidad Nacional Agraria La Molina

Manual de Procedimientos de los Análisis de Suelos y Agua con Fines de Riego

© **INSTITUTO NACIONAL DE INNOVACIÓN AGRARIA - INIA**

DIRECCIÓN DE DESARROLLO TECNOLÓGICO AGRARIO

SUBDIRECCIÓN DE INVESTIGACIÓN Y ESTUDIOS ESPECIALES

PROGRAMA PRESUPUESTAL 0089 REDUCCIÓN DE LA DEGRADACIÓN DE LOS SUELOS AGRARIOS

Edición:

Instituto Nacional de Innovación Agraria - INIA

Revisión de texto:

Ing. Auristela Florencia Reynoso Zárate

Coordinadora Técnica - INIA

Diseño y Diagramación:

Área de Transferencia Tecnología - SDPA-DDTA-INIA

Primera Edición:

Marzo 2017

Tiraje: 100 ejemplares

Impreso en:

GRÁFICA BRACAMONTE de Bracamonte Heredia Gustavo Adolfo

Calle Eloy Ureta 076 - San Luis - Lima - Perú

Teléfonos: 3265361

Esta edición se terminó de imprimir en los talleres de Gráfica Bracamonte, de Bracamonte Heredia Gustavo Adolfo, el 30 de marzo de 2017

Hecho el Depósito Legal en la Biblioteca Nacional del Perú N° 2017-04142

Prohibida la reproducción total o parcial sin autorización

ÍNDICE GENERAL

I. SEGURIDAD EN EL LABORATORIO	11
II. MUESTREO Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA	15
2.1. Muestreo de suelos.	15
2.1.1. ¿Cómo realizar el muestreo de suelos?.....	16
2.2. Preparación de muestras de suelos en el laboratorio.	18
2.2.1. Identificación.....	19
2.2.2. Secado.....	19
2.2.3. Molienda y tamizado.....	19
III. ANÁLISIS DE PROPIEDADES FÍSICAS	20
3.1. Determinación del contenido de humedad.....	20
3.1.1. Principio.	20
3.1.2. Materiales y equipos.	20
3.1.3. Procedimiento.	20
3.1.4. Cálculos.	20
3.2. Determinación de la densidad aparente.	21
3.2.1. Principio.	21
3.2.2. Materiales y equipos.	22
3.2.3. Procedimiento.	22
3.2.4. Cálculos.	23
3.3. Preparación de la pasta saturada.	23
3.3.1. Principio.	23
3.3.2. Materiales y equipos.	23
3.3.3. Procedimiento.	23
3.4. Distribución del tamaño de las partículas. Método del hidrómetro.....	24
3.4.1. Equipos y reactivos.....	25
3.4.2. Procedimiento.	25
IV. ANÁLISIS QUÍMICO DE LOS SUELOS	28
4.1. Determinación del pH de los suelos.....	28
4.1.1. Principio.	28
4.1.2. Reactivos.....	29
4.1.3. Equipos.	29
4.1.4. Procedimiento.	29
4.2. Determinación de la conductividad eléctrica (CE. Sales solubles.).....	32
4.2.1. Principio.	32
4.2.2. Reactivos.....	33
4.2.3. Equipos y materiales.....	34
4.2.4. Procedimiento.	34
4.3. Determinación de carbonatos en el suelo	35
4.3.1. Principio.	35
4.3.2. Método del calcímetro	36
4.3.3. Método de neutralización ácida.	37

4.4.	Determinación de yeso. ($\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) en el suelo.	38
4.4.1.	Principio.	38
4.4.2.	Reactivos y equipos.	38
4.4.3.	Procedimiento.	38
4.4.4.	Cálculos.	39
4.5.	Determinación de carbono orgánico (Materia orgánica).	39
4.5.1.	Principio.	39
4.5.2.	Determinación por calcinación.	40
4.5.3.	Determinación por solución oxidante. Método de Walkley y Black.	40
4.5.4.	Determinación por colorimetría.	42
4.6.	Determinación de la capacidad de intercambio catiónico (CIC) y bases cambiables.	43
4.6.1.	Determinación de la CIC. Saturación con amonio. (NH_4OAc) N pH 7.0.	44
4.6.2.	Determinación de la CIC mediante saturación con acetato de sodio (NaOAc), N, pH 8.2.	45
4.6.3.	Determinación de cationes cambiables.	46
4.6.4.	Determinación de la acidez cambiabile.	48
4.6.5.	Alternativa a la determinación de la acidez intercambiable.	49
4.6.6.	Capacidad de Intercambio Catiónico Efectivo (CICe).	50
4.7.	Determinación del nitrógeno total y nitrógeno mineral.	50
4.7.1.	Determinación del nitrógeno total por el método micro-Kjeldahl.	50
4.7.2.	Determinación del nitrógeno Mineral: N-NH_4 y N-NO_3 .	53
4.8.	Determinación de fósforo en el suelo.	56
4.8.1.	Fósforo disponible.	56
4.8.2.	Determinación de fósforo y otros elementos.	59
4.8.3.	Determinación del fósforo Total.	61
4.9.	Determinación de potasio en el suelo.	62
4.9.1.	Potasio extractable.	62
4.9.2.	Potasio soluble en agua destilada.	63
4.10.	Determinación del azufre en el suelo.	63
4.10.1.	Primera alternativa.	63
4.10.2.	Segunda alternativa.	64
4.10.3.	Tercera alternativa.	65
4.11.	Determinación de boro en el suelo.	67
4.11.1.	Determinación con azomethine-H.	67
4.11.2.	Determinación con agua caliente.	68
4.12.	Determinación de micronutrientes: Fe - Cu - Zn - Mn.	69
4.12.1.	Principio.	69
4.12.2.	Metodología ASI para Cu - Fe - Mn - Zn.	70
4.12.3.	Metodología de Lindsay y Norvell. DTPA.	70
V.	ANÁLISIS DE LA SALINIDAD DEL SUELO.	71
5.1.	Sales Solubles.	71
5.1.1.	Extracción en la pasta saturada.	71
5.1.2.	Extractos Diluidos.	72
5.1.3.	Extracción con agua caliente.	73
5.2.	Conductividad eléctrica del extracto.	73
5.2.1.	Principio.	73
5.2.2.	Reactivos.	74
5.3.	Sólidos Totales Disueltos. (TDS).	74

5.3.1. Principio.	74
5.3.2. Procedimiento.	74
5.4. Cationes – aniones solubles.	74
5.4.1. Carbonatos y bicarbonatos solubles. (Alcalinidad).....	75
5.4.2. Cloruros.....	76
5.4.3. Sulfatos.	77
5.4.4. Nitratos.....	78
5.4.5. Boro.	79
VI. ANALISIS DE LA CALIDAD DEL AGUA DE RIEGO.	81
6.1. pH	81
6.1.1. Principio.	81
6.1.2. Reactivos.....	81
6.1.3. Procedimiento.	81
6.2. Alcalinidad.	82
6.2.1. Principio.	82
6.2.2. Reactivos.....	82
6.2.3. Procedimiento.	82
6.3. Conductividad eléctrica (CE).....	83
6.3.1. Principio.	83
6.3.2. Equipo y reactivos.	83
6.3.3. Procedimiento.	83
6.4. Cationes – aniones.....	83
6.4.1. Determinación de cationes.....	83
6.4.2. Determinación de aniones.....	84
VII. BIBLIOGRAFIA.....	89

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1: Selección de lugares para el muestreo	16
Figura 2: Muestreo siguiendo un recorrido en zigzag	17
Figura 3: Muestreo del suelo con el tornillo muestreador	17
Figura 4: a) Con la lampa hacer un hueco en forma de V con una profundidad de 20-30cm; b) Con un cuchillo corte a ambos lado	17
Figura 5: Homogeneización de las muestras	18
Figura 6: Identificación de cada una de las muestras	18
Figura 6a: Molino utilizado en la molienda y tamizado	19
Figura 7: Cilindros para la toma de muestras	22
Figura 8: Pesado del agregado en agua	23
Figura 9: Embudos Buchner y colección de filtrado	24
Figura 10: Triangulo textural USDA	27
Figura 11: Dispersador (agitador), vaso e hidrómetro de Bouyoucos, empleados en el método del hidrómetro	27
Figura 12: a) Equipo de agitación de muestra; b) Potenciómetro con electrodo de combinación	30
Figura 13: Escala de color y pH	32
Figura 14: Puente de Wheatstone para medir la conductividad	33
Figura 15: Calcímetro de Collins	36
Figura 16: Mufla de 500 °C	40
Figura 17: Representación del proceso de determinación de CIC y % Sat. de bases con NH ₄ y KCl	44
Figura 18: Unidad de destilación micro-Kjeldahl	52

ÍNDICE DE CUADROS

	Pág.
Cuadro 1: Constante de celdas recomendadas para diferentes rangos de conductividad	33
Cuadro 2: Valores de conductividad eléctrica de soluciones de KCl a 25 °C	33
Cuadro 3: Relación concentración de yeso con la conductividad eléctrica (CE)	39
Cuadro 4: Relación entre el contenido de almidón y la transmitancia y % M.O.	43
Cuadro 5: Relación entre concentración de N-NH ₄ ⁺ y absorbancia	54
Cuadro 6: Relación entre concentración de N-NO ₃ ⁻ y absorbancia	55
Cuadro 7: Relación entre la concentración de mg de P/L y la transmitancia	58
Cuadro 8: Relación entre la concentración de mg de P/L y la transmitancia	59
Cuadro 9: Sales para la preparación de soluciones stock	70
Cuadro 10: Solubilidad de algunas sales comúnmente presentes en el suelo. (K = producto de solubilidad)	71
Cuadro 11: CE de algunas soluciones acuosas de KCl a 25 °C	74

PRESENTACIÓN

El suelo es un recurso natural fundamental del país, constituyendo el conocimiento de su potencial productivo un aspecto indispensable del desarrollo tecnológico de la agricultura que solo es posible cuando se tiene un pleno entendimiento de las propiedades y limitaciones de un factor esencial de los procesos productivos agrarios utilizados en las diferentes regiones del territorio nacional.

Es evidente que para lograr una confiable caracterización de las propiedades de los suelos se requiere de la utilización de métodos seleccionados en base a una rigurosa investigación científica, que permita establecer una funcional aplicación de los resultados analíticos con un adecuado valor predictivo para la adopción de las prácticas culturales requeridas para la obtención de los óptimos rendimientos de bienes agrarios en beneficio de los productores y la sociedad.

En el caso de los suelos peruanos, dada su complejidad resultante de la variabilidad geográfica bajo la cual se han formado, resulta de particular importancia la selección de los métodos analíticos tanto de campo como de laboratorio que posibiliten una caracterización apropiada para el manejo eficiente de los recursos edafológicos en cada región del país.

En la presente publicación, expresión de la reconocida calificación científica y de la amplia experiencia profesional del autor, cabe resaltar el funcional ordenamiento y la excelente descripción de cada uno de los métodos de análisis de suelos y agua con fines de riego incluidos en la obra, lo cual la convierte en una valiosa contribución y una obligatoria fuente de consulta de enorme utilidad para todos los estudiosos, profesionales y técnicos involucrados en la tarea de lograr el desarrollo de una agricultura nacional realmente productiva y de la más alta competitividad.

Manuel Arca Bielick

Ing.Agr.,MS, Ph.D.

Profesor Emérito de la UNALM

INTRODUCCIÓN

El Programa Presupuestal Multisectorial PP 089-Suelos “Reducción de la Degradación de los Suelos Agrarios”, en cuyo marco se elaboró el presente *Manual de Procedimientos de los Análisis de Suelos y Agua con fines de riego*, se encuentra enmarcado dentro de los objetivos nacionales y sectoriales del país, con el objetivo de proteger al suelo agrario de su deterioro y degradación constante, ya que se ha diagnosticado que son utilizados sin considerar su aptitud lo que impacta en la baja productividad de los cultivos, aunado al cambio climático, conduciendo al empobrecimiento de los productores y la inseguridad alimentaria. De acuerdo con la información del INRENA, el 99% de la superficie presenta problemas de erosión que va desde leve a muy severa; de igual manera, encontramos que el 26.8% de la superficie presenta problemas de desertificación, y el 0.24% de hectáreas presenta problemas de salinización.

El equipo, luego de identificar problemas generales y específicos, plantea superar esta problemática mediante la transferencia de tecnologías agrarias en el manejo adecuado de los suelos basados en los **análisis de suelos y agua** de riego, considerando la realidad local que coadyuven al incremento de la producción y productividad agraria para mejorar la fertilidad integral del suelo agrícola en forma sostenible, de manera que se preserve para las futuras generaciones.

Para un manejo adecuado se debe partir del conocimiento de la fertilidad que comprende la física, química y biología a través del diagnóstico previo mediante los análisis de los suelos, como una manifestación del estado de nutrición del suelo, igualmente la calidad del agua con que regamos por ser un medio de transporte de nutrientes hacia la planta.

Conociendo la oferta nutricional del suelo y la calidad del agua se podrá programar eficientemente una fertilización racional sin olvidar las copiosas incorporaciones de materia orgánica transformada en compost, humus para maximizar los rendimientos de los cultivos sin deteriorar el suelo agrario.

Los servicios tecnológicos agrarios a través de sus laboratorios de suelo del INIA ponen al alcance laboratorios de Análisis de Suelos que benefician a los investigadores, especialistas agrarios, productor agrario y toda persona que estén involucrados en el desarrollo del agro.

Auristela Florencia Reynoso Zárate

Coordinadora Técnica

PP Reducción de la Degradación de Suelos Agrarios

I.

SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Una serie de reglas de seguridad han sido adaptadas a partir de las guías desarrolladas por Kalra and Maynard (1991) y Okalebo *et al.* (1993).

Actitud general.

1. Desarrollar actitud positiva hacia la seguridad en el laboratorio.
2. Observe prácticas normales de seguridad en el laboratorio.
3. Mantenga un medio ambiente de trabajo limpio y seguro.
4. Evite trabajar solo.

Operación de equipos.

5. Cuando opere un equipo, siga las instrucciones de seguridad proveídos por los fabricantes.
6. Monitoree los equipos mientras ellos están operando.
7. Los espectrofotómetros de absorción atómica deben tener salida hacia la atmósfera. Asegúrese que la trampa de drenaje se encuentre llena con agua antes de iniciar la ignición del quemador.
8. Nunca abra la cubierta de la centrífuga mientras la máquina no se haya detenido completamente.

Accidentes.

9. Aprenda qué hacer cuando hay una emergencia. Los equipos para combatir incendios deben estar fácilmente accesibles en caso de una emergencia. Inspecciones y mantenimientos periódicos deben ser realizadas.
10. El personal del laboratorio debe ser entrenado en primeros auxilios.
11. En el caso de intoxicaciones por productos químicos, la atención médica debe ser inmediata.
12. El acceso hacia duchas y fuentes para el lavado de los ojos nunca deben estar bloqueadas. Éstas siempre deben ser inspeccionadas.

Manejo de reactivos químicos.

13. Use campanas extractoras cuando maneja ácidos y bases u otros productos químicos peligrosos.
14. Para trabajar con la pipeta no use la boca, siempre utilice bulbos de succión.
15. Cuando prepare diluciones, siempre adicione el ácido al agua, no agua al ácido.
16. Muchos metales y sales son extremadamente tóxicas y pueden causar la muerte si es ingerido. Lavarse las manos siempre después de haber manejado estos reactivos.
17. Todos los frascos de reactivos deben estar claramente etiquetadas y debe contener información sobre su peligro.

Muflas, estufas y planchas de calentamiento.

18. Use siempre pinzas o guantes resistentes al calor cuando haya necesidad de remover vasos u otros cuando están en las planchas, muflas o estufas.

Gases.

19. Cilindros que contengan gases deben estar asegurados. Una central de gases es preferible y más seguro.

Mantenimiento.

20. Todas las reparaciones eléctricas y mantenimiento de equipos debe ser realizada por personal calificado. Las campanas de extracción de gases deben ser mantenidas rutinariamente.

21. Un equipo de estabilización de voltaje, permite tener fuerza eléctrica estable.

Comida y bebida.

22. No comer, beber o fumar en el laboratorio. Esto es esencial porque se reduce la contaminación. Áreas específicas deben ser designadas para estas acciones.

23. No use los materiales de vidrio para comer o beber.

24. No almacene alimentos en el laboratorio.

Equipo de protección.

25. Use los siguientes equipos de seguridad personal :

- En el laboratorio use mandiles resistentes al ataque químico.
- Use guantes de protección, especialmente cuando maneja productos químicos muy reactivos.
- Cuando mueva suelos y plantas, use máscara protectora.
- Use lentes de seguridad. Personas que usan lentes de contacto, siempre deben usar lentes de protección en el laboratorio. Asegúrese que sus colegas sepan que Ud. usa lentes de contacto.
- Use zapatos de protección; sandalias no debe estar permitido su uso en el laboratorio.

Canasta de desechos.

26. Desechos líquidos deben ser vertidos cuidadosamente al desagüe en forma muy diluida. Tenga presente que existen ciertas disposiciones que prohíben el vaciado de algunos líquidos al desagüe público.

27. Materiales de laboratorio rotos deben depositarse en contenedores especiales.

Sistema Internacional de Unidades

El Sistema Internacional de Unidades (abreviado SI, del francés: *Le Système International d'Unités*), también denominado Sistema Internacional de Medidas, es el nombre que recibe el sistema de unidades que se usa en casi todos los países.

Una de las características trascendentales que constituye la gran ventaja del Sistema Internacional, es que sus unidades se basan en fenómenos físicos fundamentales. Excepción única es la unidad de la magnitud masa, el kilogramo, definida como «la masa del prototipo internacional del kilogramo», un cilindro de platino e iridio almacenado en una caja fuerte de la Oficina Internacional de Pesos y Medidas.

Unidades básicas (fundamentales)

El Sistema Internacional de Unidades consta de siete unidades básicas (fundamentales), que expresan magnitudes físicas. A partir de estas se determinan las demás (derivadas):

Tabla 1. Sistema internacional de unidades

Magnitud Física Básica	Símbolo dimensional	Unidad básica	Símbolo de la Unidad
Longitud	L	metro	m
Masa	M	kilogramo	kg
Tiempo	T	segundo	s
Intensidad de corriente eléctrica	I	Ampere o amperio	A
Temperatura	Φ	kelvin	K
Cantidad sustancia	N	mol	mol
Intensidad luminosa	J	candela	cd

Unidades derivadas.

Con esta denominación se hace referencia a las unidades utilizadas para expresar magnitudes físicas que son resultado de combinar magnitudes físicas básicas.

Ejemplos:

Unidad de volumen o metro cúbico, resultado de combinar tres veces la longitud.

Unidad de densidad o cantidad de masa por unidad de volumen, resultado de combinar masa (magnitud básica) con volumen (magnitud derivada). Se expresa en kilogramos por metro cúbico. Carece de nombre especial.

Unidad de fuerza, magnitud que se define a partir de la segunda ley de Newton (fuerza = masa \times aceleración). La masa es una de las magnitudes básicas; la aceleración es derivada. Por tanto, la unidad resultante ($\text{kg} \cdot \text{m} \cdot \text{s}^{-2}$) es derivada, de nombre especial: newton.

Unidad de energía. Es la energía necesaria para mover un objeto una distancia de un metro aplicándole una fuerza de un newton; es decir, fuerza por distancia. Se le denomina julio (unidad) (en inglés, joule). Su símbolo es J. Por tanto, $J = \text{N} \cdot \text{m}$.

DEFINICIONES DE LAS UNIDADES DERIVADAS

NEWTON:

Es la fuerza necesaria para proporcionar una aceleración de 1 m/s^2 a un objeto cuya masa sea de 1 kg.

$$N = \frac{\text{kg} \cdot \text{m}}{\text{s}^2}$$

PASCAL:

Un pascal es la presión normal (perpendicular) que una fuerza de un newton ejerce sobre una superficie de un metro cuadrado.

$$\text{Pa} = \frac{\text{N}}{\text{m}^2} = \frac{\text{kg}}{\text{s}^2 \cdot \text{m}}$$

VATIO:

Es la potencia que genera una energía de un julio por segundo. En términos eléctricos, un vatio es la potencia producida por una diferencia de potencial de un voltio y una corriente eléctrica de un amperio.

$$\text{W} = \frac{\text{J}}{\text{s}} = \text{V} \cdot \text{A} = \frac{\text{m}^2 \cdot \text{kg}}{\text{s}^3}$$

VOLTIO:

Definición: diferencia de potencial a lo largo de un conductor cuando una corriente de una intensidad de un amperio utiliza un vatio de potencia.

$$\text{V} = \frac{\text{J}}{\text{C}} = \frac{\text{m}^2 \cdot \text{kg}}{\text{s}^3 \cdot \text{A}}$$

OHMIO:

Es la resistencia eléctrica existente entre dos puntos de un conductor cuando - en ausencia de fuerza electromotriz en éste - una diferencia de potencial constante de un voltio aplicada entre esos dos puntos genera una corriente de intensidad de un amperio.

$$\Omega = \frac{\text{V}}{\text{A}} = \frac{\text{m}^2 \cdot \text{kg}}{\text{s}^3 \cdot \text{A}^2}$$

SIEMENS:

Es la conductancia eléctrica existente entre dos puntos de un conductor de un ohmio de resistencia.

$$\text{S} = \frac{1}{\Omega}$$

Unidades aceptadas por el SI:

GRADO CELSIUS:

Definición: la magnitud de un grado Celsius (1 °C) es igual a la de un kelvin.

$$t/^{\circ}\text{C} = T/\text{K} - 273,15$$

donde t es la temperatura en grados Celsius, y T en Kelvin. De escala Fahrenheit a escala Kelvin:

$$\text{K} = \frac{5}{9x} (^{\circ}\text{F} - 32) + 273$$

De escala Kelvin a escala Fahrenheit:

$$^{\circ}\text{F} = \frac{9}{5x} (\text{K} - 273) + 32$$

UNIDAD DE ÁREA : metro cuadrado m^2 ;

UNIDAD DE VOLUMEN : metro cúbico m^3

II.

MUESTREO Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

2.1. Muestreo de suelos.

En general, los agricultores o los usuarios de los análisis de suelos están muy interesados en que los laboratorios presten los mejores servicios de análisis y de recomendaciones de fertilización. Sin embargo, todo esto funcionará en forma eficiente cuando la muestra de suelo enviada al laboratorio sea representativa del lote o del campo muestreado. De otra forma la inversión en el análisis de suelo no será justificable.

Por los años cuarenta, Cline (1944) definió la metodología básica para el muestreo de suelos y esta se ha mantenido hasta nuestros días. El estableció el concepto de que el límite de exactitud está dado por el muestreo y no por el análisis.

Se sabe muy bien que el suelo es un cuerpo no homogéneo y presenta diferentes tipos de variaciones. Por ejemplo, la fertilidad del suelo varía de un lugar a otro e incluso en los horizontes dentro del perfil.

Como es imposible muestrear todo el campo, para superar las variaciones se ha concluido que es necesario obtener una muestra representativa a partir de submuestras y así poder tener un estimado confiable. La intensidad de muestreo o la cantidad de submuestras a obtener evidentemente dependerá de la variabilidad del campo.

La exactitud y la precisión son dos conceptos de importancia en el muestreo de los suelos. La exactitud se refiere a la cercanía del valor del análisis del suelo con respecto al promedio real del campo. La precisión está descrita por la reproductibilidad de los resultados. Estos dos conceptos son los que determinan el número de muestras.

Existen diferentes maneras de obtener una muestra representativa. El esquema más sencillo consiste en tomar submuestras al azar en diferentes lugares del campo, para luego mezclarla y obtener la muestra representativa o muestra compuesta. Esta muestra compuesta es adecuada, pero puede no dar una idea de la variabilidad que existe en el campo. El análisis de cada submuestra podría proveer buena información de la variabilidad, pero esto no es aplicable debido al gran costo que representa.

La segunda modalidad de muestreo consiste en la división del campo en sub-unidades en la cual en cada una de ellas se toman muestras compuestas al azar. Este esquema es semejante al muestreo por paisaje o topografía del terreno. Esta modalidad tiene la ventaja de incrementar la precisión sin mayor aumento en el costo.

Una tercera modalidad de muestreo es la de áreas de referencia (benchmark). En este caso, el muestreo involucra la selección de un área pequeña ($\pm 1/10$ de ha), considerada como representativa del campo, y en el cual se toman muestras al azar. Siempre y cuando, se elija bien el área de muestreo, la variabilidad y los costos son menores que el muestreo de todo el campo.

Asimismo otra modalidad muy usada es la sistemática o de grilla. Las muestras son tomadas a intervalos regulares en todas las direcciones. Este tipo de muestreo nos permite obtener información de la variabilidad del campo.

Además de elegir la forma de muestreo más adecuado para reducir la variabilidad, es necesario minimizar los errores de muestreo. Es por eso que siempre es bueno asegurar la limpieza de los equipos utilizados en el muestreo. Además, tener presente la profundidad del suelo, los lugares no representativos donde no se deben tomar muestras y la presencia de ciertas características edáficas que no deben estar presentes en el área de muestreo, como por ejemplo la presencia de pedregosidad, manchas salinas o áreas donde el agricultor realizó preparaciones de mezclas de fertilizantes o enmiendas o sustancias para las prácticas de sanidad.

En resumen, existen varios criterios de selección del área y modalidad de muestreo, siendo lo más importante que éstos nos permitan obtener una muestra que se ajuste a la realidad del campo.

En la experiencia del autor, una secuencia recomendada para el muestreo de los suelos es la que se presenta a continuación.

2.1.1. ¿Cómo realizar el muestreo de suelos?

1. Delimitar la superficie de muestreo: es recomendable tener un mapa o construir un croquis. Como referencia de extensión o área de muestreo se pueden considerar lo siguiente :

Terrenos planos: área de muestreo = 5 ha.

Terrenos accidentados: área de muestreo no mayor 4 ha.

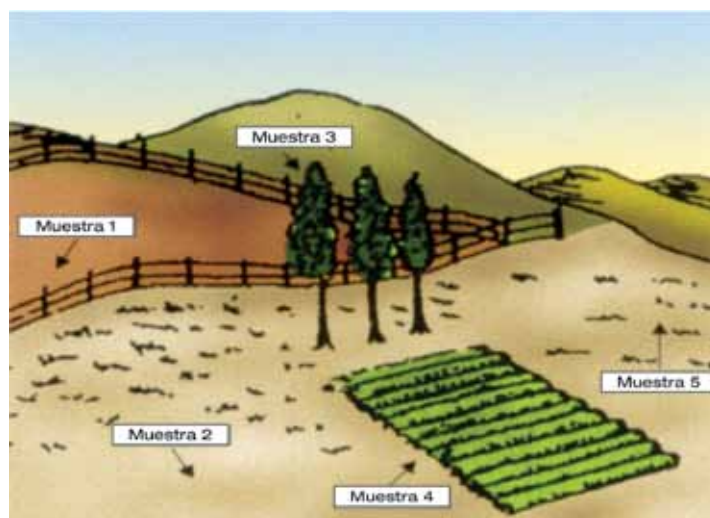


Figura 1: Selección de lugares para el muestreo.

2. Definir profundidad de muestreo: Dependiendo del cultivo y la finalidad del muestreo se determina la profundidad.

Capa arable: 0 – 25/30 cm

Subsuelo: debajo de 25/30 cm

3. Definir forma de muestreo: Es el recorrido que se realizará al campo para la toma de submuestras, éste puede ser:

En zigzag

En diagonales

En cuadrícula

El patrón utilizado en el recorrido varía de acuerdo a la zona de muestreo y número de muestras que se desean tomar. Un ejemplo de muestreo se observa en la siguiente figura.

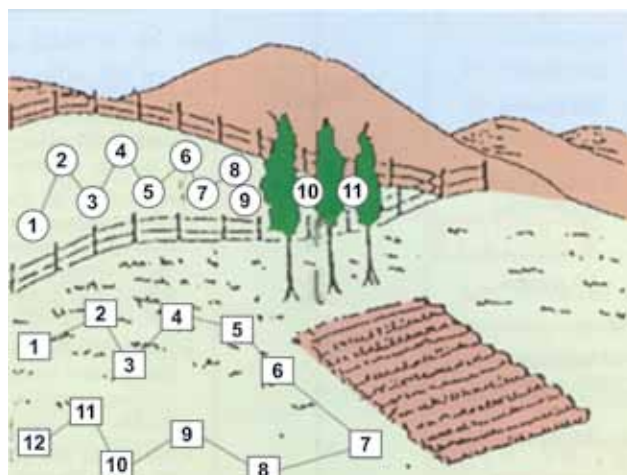
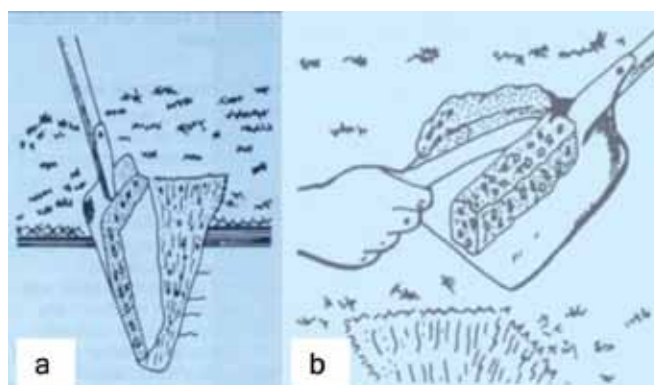


Figura 2: Muestreo siguiendo un recorrido en zigzag.

4. Número de submuestras: Puede variar de 5-25 submuestras por parcela o superficie delimitada. El número medio: 10 – 15 submuestras.
5. En cada uno de los puntos del recorrido tomar las muestras como se muestra en las siguientes figuras:



Figura 3: Muestreo del suelo con el tornillo muestreador



**Figura 4: a) Con la lampa hacer un hueco en forma de V con una profundidad de 20-30cm;
b) Con un cuchillo corte a ambos lado**

6. Al final del recorrido, las submuestras deben ser homogeneizadas dentro de un balde o una bolsa tal como se muestra a continuación.



Figura 5: Homogeneización de las muestras

7. Transferir una porción de ± 500 g de la muestra a cajas o bolsas. Identifique cada una de las muestras de acuerdo al campo al que pertenecen.

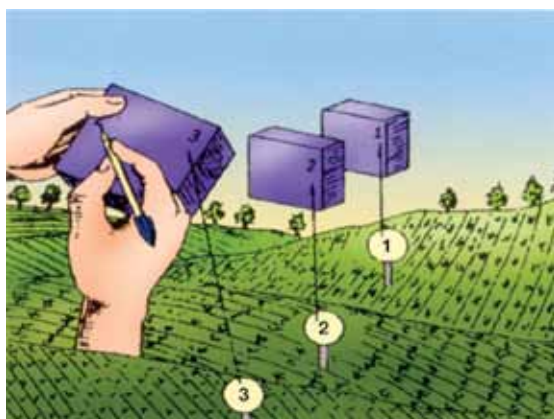


Figura 6: Identificación de cada una de las muestras.

Recordemos que por lo general una muestra representativa pesa aproximadamente 500 gramos, o sea el 0.00002 % del peso medio de la capa arable de una hectárea. Por esta razón, no se debe desestimar la importancia de obtener una muestra representativa y conservarla de manera adecuada.

2.2. Preparación de muestras de suelos en el laboratorio.

Ya en el laboratorio, es necesario poner sumo cuidado en el manejo de las muestras cuando estas llegan del campo. Las operaciones que se realizan siguen la siguiente secuencia:

Identificación \longrightarrow Secado \longrightarrow Molienda \longrightarrow Tamizado

Los materiales utilizados en la preparación de las muestras son los siguientes:

1. Molino para muestras de suelo (de preferencia de martillos).
2. Estufa para secado, con circulación de aire.
3. Tamiz de 2 mm de diámetro.
4. Mortero de ágata para casos especiales.

5. Bolsas de polietileno o de papel kraft.
6. Marcadores indelebles o etiquetas.
7. Cuaderno para registro.

2.2.1. Identificación.

En un cuaderno de registro se deben anotar todas las muestras que llegan al laboratorio para su análisis. En éste se anotarán el número de laboratorio y de campo que le corresponde a la muestra de suelo, datos sobre la procedencia así como el tipo de análisis que requiere la muestra. Cualquier otro dato que permita su identificación debe ser anotado.

2.2.2. Secado.

Tan pronto como las muestras llegan al laboratorio (en una cantidad aproximada de 500 g a 1000 g) son puestas a secar al aire en un lugar seco y protegido de posibles contaminaciones. En algunos casos se pueden secar en una estufa con circulación de aire y a una temperatura de 25 °C- 30 °C.

Debido a los rápidos cambios que se producen en el estado de algunas especies iónicas por efecto del secado, muchos análisis deben realizarse sobre muestras húmedas. Por ejemplo: En la determinación de nitratos es necesario determinar el % de humedad para luego hacer las correcciones en la expresión del contenido. Una vez secada la muestra, una porción puede ser guardada en frascos para el museo edafológico.

2.2.3. Molienda y tamizado.

En el análisis de suelos con fines agrícolas, se emplea el concepto tierra fina secada al aire (TFSA), y ésta es aquella que ha pasado por el tamiz de 2 mm de diámetro. En consecuencia los agregados de suelo deben ser rotos mediante molienda.

Se debe evitar moler partículas de grava o cascajo y también se debe remover restos de hojas o raíces así como agregados muy duros durante el proceso de secado de la muestra.

Terminado este proceso, la muestra está preparada para ser trabajada en el laboratorio y los análisis pueden ser realizados. La siguiente figura muestra al molino que se utiliza para la molienda y tamizado.



Figura 6a: Molino utilizado para la molienda y tamizado

III.

ANÁLISIS DE PROPIEDADES FÍSICAS

La determinación rutinaria de las propiedades físicas incluye solo algunas de éstas, siendo generalmente el contenido de agua o humedad del suelo, distribución del tamaño de partículas, y la densidad aparente las propiedades comúnmente presentes en un análisis de suelo.

Una medida física común, especialmente en suelos que son irrigados, es la preparación de la pasta saturada. Ésta provee un extracto en el cual están presentes aniones y cationes solubles y ellos pueden ser medidos. Por otro lado, este extracto puede dar lugar a criterios de deficiencia o toxicidad por salinidad.

3.1. Determinación del contenido de humedad.

3.1.1. Principio.

El contenido de humedad es determinado mediante la estimación de la pérdida de peso de una muestra de suelo con humedad original luego de ser secada en una estufa de aire forzado. La pérdida en peso (agua) es expresada en porcentaje sobre la base de peso seco.

En algunos suelos la materia orgánica puede ser descompuesta a 105 °C. Para la mayoría de los suelos, esto no es un problema serio de error, pero sí lo es para suelos que contienen cantidades significativas de compuestos volátiles.

3.1.2. Materiales y equipos.

1. Estufa.
2. Balanza con aproximación de 0.01 g.
3. Desecador.
4. Cajas de aluminio con tapa (preferentemente de peso conocido).

3.1.3. Procedimiento.

1. Pesar la caja de aluminio, es W_1
2. Transferir 20 g de suelo húmedo, siendo esta cantidad suficiente para suelos minerales. El peso de la caja más la muestra de suelo húmeda es W_2
3. Colocar la caja más muestra de suelo en la estufa a 105 °C hasta obtener un peso constante. Esto se logra en más o menos 24 horas.
4. Retirar la muestra de la estufa, enfriar en un desecador durante 30 minutos. Pesar en una balanza con aproximación de 0.01 g. Peso de caja más muestra seca es W_3

3.1.4. Cálculos.

$$\text{Peso de suelo seco (gramos)} = W_3 - W_1$$

$$\text{Peso del agua (gramos)} = W_2 - W_3$$

$$\text{Porcentaje de humedad (\%)} = (\text{Peso de agua} / \text{peso suelo seco}) * 100$$

Nota.

1. El contenido de humedad de un suelo secado al aire se denomina como: humedad higroscópica.
2. Los resultados analíticos de N-P-K etc. son en muchos casos expresados sobre la base de peso seco a la estufa. Si el análisis es hecho en muestras secadas al aire o sobre muestras húmedas, los resultados pueden ser convertidos a esa base mediante la determinación de la humedad en una submuestra del suelo. Los resultados analíticos hechos en muestras húmedas se multiplican por el factor de humedad.

Donde:

Factor de humedad = $(100 + \text{humedad } (\%))/ 100$

3.2. Determinación de la densidad aparente.

3.2.1. Principio.

En los suelos, cuando nos referimos a su densidad, se puede tener dos consideraciones. La primera, es que la densidad del suelo puede ser considerada como la masa de una unidad de volumen de los sólidos del suelo, y en este caso esta relación es llamada densidad de partícula (**pp**). En el sistema métrico **pp** puede ser expresado en términos de megagramos por metro cúbico (Mg/m^3). La densidad de la partícula en promedio pesa $2.65 \text{ Mg}/\text{m}^3$. Esta densidad depende principalmente de la composición química y de la estructura cristalina de las partículas minerales.

Una segunda medida de la masa del suelo es la densidad aparente (**pa**) que se define como la masa de una unidad de volumen de suelo seco. Este volumen incluye tanto a los poros como a los sólidos. Se debe tener en cuenta que cualquier factor que influya en el espacio poroso afectará la densidad aparente. Los suelos de textura fina, tales como los arcillosos, franco-arcillosos generalmente tienen **pa** de valores más bajos que los suelos de textura arenosa.

La **pa** tiene los siguientes usos:

1. Transforma los porcentajes de humedad gravimétrica del suelo en términos de humedad volumétrica
2. Calcula la porosidad total del suelo cuando se conoce la densidad de partícula
3. Estima el grado de compactación del suelo
4. Estima la masa de la capa arable del suelo.

Dada la importancia de esta característica y como la **pp** es casi constante para los suelos, se hace necesaria la determinación de la **pa**.

La determinación de la **pa** es sencilla, sin embargo se requiere que la estructura natural del suelo no sea disturbada. Si se dispone de un cilindro muestreador de volumen conocido, la determinación se reduce a obtener una muestra con el cilindro, secarla y luego pesarla para obtener el peso de la muestra.

Si solo se cuenta con agregados no alterados y completamente secos, de forma irregular, será necesario conocer el volumen de éstos, la determinación de los volúmenes se basa en la pérdida de peso que experimenta el agregado cubierto con parafina que es sumergido en agua.

3.2.2. Materiales y equipos.

1. Balanza con aproximación de pesada 0.01 g.
2. Estufa para secado.
3. Desecador.
4. Cilindros muestreadores de volumen conocido (ver figura 7).
5. Parafina: gravedad específica: 0.90 ± 0.01 g



Figura 7: Cilindros para la toma de muestras

3.2.3. Procedimiento.

Cuando se toma en el campo un volumen de suelo mediante el cilindro.

1. Definir el lugar donde se desea determinar la **pa**.
2. Introducir el cilindro de volumen conocido en el suelo, ayudado con un pedazo de madera que se coloca en la parte superior del cilindro. Usando un mazo de goma golpear sobre ella.
3. Retirar el cilindro con la muestra de volumen conocido.
4. Transferir la muestra de suelo contenida en el cilindro hacia una lata de desecación. Secar la muestra en la estufa a $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 24 horas. Enfriar en un desecador y luego pesar (M = peso de suelo seco).
5. Con el volumen del cilindro (V = volumen cilindro). Relacionando masa seca y volumen se obtiene la densidad aparente : $pa = M / V \text{ g/cm}^3$

Cuando se disponen de agregados no disturbados (método de la parafina)

1. Tomar un agregado (no disturbado) y secarlo a $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 24 horas. Enfriar en un desecador y pesar (A = peso seco).
2. Atar el extremo de un hilo al agregado y suspenderlo dentro de parafina derretida, permitiendo que la parafina cubra todo el agregado.
3. Retirar y permitir la solidificación de la parafina. Se puede realizar una segunda cubierta de parafina.
4. Pesar el agregado cubierto con parafina (B = peso agregado en el aire + parafina).
5. Sumergir el agregado en agua y pesar (C = peso del agregado en el agua), tal como se muestra en la Figura 8.
6. Retirar el agregado, secar con papel toalla y pesar. El peso debe ser igual a B .



Figura 8: Pesado del agregado en agua

3.2.4. Cálculos.

Método de la Parafina.

1. Peso seco del agregado (g) => A
2. Peso de cera (g) => $B - A$
3. Volumen de cera (cm³) => $(B - A) / 0.9$
4. Volumen del agregado (cm³) => $((B - C) - (B - A)/0.9) = V$
5. ρ_a (g/cm³) => A / V
6. Conociendo $\rho_p = 2.65$ g/cm³ y ρ_a calculado; se puede estimar la porosidad total del suelo:

$$\%P = (1 - \rho_a / \rho_p) 100$$

3.3. Preparación de la pasta saturada.

3.3.1. Principio.

El uso de un extracto a partir de la pasta saturada tiene ventajas, especialmente, en la caracterización de suelos salinos por su estrecha relación entre salinidad y crecimiento de las plantas.

Por este método se puede obtener los aniones SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , HCO_3^- y el Cl^- y en el grupo cationes solubles Ca^{+2} , Mg^{+2} , K^+ y Na^+ . Además, con los cationes se puede estimar el RAS (Relación de Adsorción de Sodio). Conociendo la cantidad de boro, se puede saber qué especies vegetales pueden tolerar a este elemento.

3.3.2. Materiales y equipos.

1. Vasos plásticos de 400 mL de capacidad
2. Espátulas
3. Embudos para filtración con succión (embudos Büchner)
4. Estufa con temperatura regulable
5. Desecador
6. Balanzas con aproximación 0.01 g

3.3.3. Procedimiento.

1. Colocar aproximadamente 200 g de suelo dentro del vaso de 400 mL.

2. En forma gradual adicionar suficiente cantidad de agua para humedecer el suelo y mezclando con una espátula.
3. Continuar adicionando gradualmente agua hasta que el suelo se encuentre saturado.
4. La pasta saturada se reconoce cuando se inclina el vaso y la pasta se desliza suavemente por la pared de éste.
5. Cubrir el vaso y dejar por dos o más horas para alcanzar el equilibrio (preferiblemente toda la noche). Si el líquido se acumula sobre la superficie después de este tiempo, adicionar más suelo para absorber esta agua y si la pasta muestra apariencia de sequedad agregar más agua para restaurar la condición de saturación.
6. Calculo del contenido de humedad: Transferir aproximadamente 25 a 30 g de suelo saturado hacia un depósito de peso conocido y secar a 105 °C por 24 horas. Después de este tiempo enfriar y pesar.

Humedad (%) = Porcentaje de saturación.

7. El resto de suelo saturado es transferido a un embudo Büchner provisto de papel filtro. Aplicar vacío (ver figura 9), coleccionar el filtrado en tubos o frascos adecuados. El filtrado termina cuando no hay más extracción de agua. El líquido almacenado constituye el extracto acuoso de saturación.



Figura 9: Embudos Büchner y colección de filtrado.

3.4. Distribución del tamaño de las partículas. Método del hidrómetro.

La textura del suelo es una propiedad física que en condiciones del campo puede determinarse mediante el tacto. En el laboratorio, el análisis de la distribución del tamaño de las partículas permite obtener numéricamente la distribución de arena, limo y arcilla.

El análisis por sedimentación es apto para fracciones de diámetro menores a 50 micras. Para partículas con diámetros mayores de 50 micras es recomendado usar un tamiz.

Para el estudio de la sedimentación, la ley de Stokes y la teoría de sedimentación de Fisher-Oden son de gran aplicación. En base a estos principios, Bouyoucos introdujo el uso del hidrómetro para determinar la distribución de tamaños de las partículas de los suelos. El hidrómetro indica los gramos de sólidos suspendidos por litro de suspensión a una determinada temperatura, asumiendo una densidad de partícula de 2.65 g/mL y utilizando como medio de suspensión agua más reactivos agregados para dispersar el suelo.

Dado que la temperatura no es uniforme durante todo el proceso de sedimentación, el medio líquido no es agua pura, y la densidad de las partículas puede variar, se han establecido factores de corrección.

El procedimiento para la determinación textural del suelo se puede resumir en tres etapas diferenciadas:

1. Remoción de los agentes cementantes y dispersión completa de la muestra de suelo en un medio que es de reacción alcalina.
2. Separación de la fracción arena de acuerdo al sistema internacional o al del USDA por tamizado en húmedo y posterior secamiento
3. Determinación de la fracción limo y arcilla en la muestra dispersada mediante :
 - a) método de la pipeta o
 - b) método del hidrómetro

Para propósitos de análisis rutinarios, la remoción de agentes cementantes (materia orgánica, carbonato de calcio) no es de vital importancia. Sin embargo, para fines de estudios edafológicos si es necesario, para lo cual hay una bibliografía respectiva.

3.4.1. Equipos y reactivos.

1. Equipo de dispersión: velocidad variable y vaso de dispersión.
2. Hidrómetro con la escala Bouyoucos en g/L (ASTM 152H).
3. Cilindro calibrado a 1L.
4. Solución de dispersión. Disolver 40 g de hexametáfosfato de sodio $[(\text{NaPO}_3)_6]$ y 10 g de carbonato de sodio (Na_2CO_3) por litro de agua destilada. Esta solución se deteriora con el tiempo y no debe guardarse por más de 1 a 2 semanas.
5. Alcohol amílico ($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$).

3.4.2. Procedimiento.

1. Pesar 40 g de suelo secado al aire pasado por el tamiz de 2 mm de diámetro (TFSA), colocarlo dentro del vaso de dispersión. Algunos laboratorios hacen la siguiente modificación: los 40 g de suelo son colocados en un vaso de 600 mL. Adicionan el agente dispersante, cubren el vaso y dejan toda la noche.
2. Adicionar 60 mL de la solución dispersante.
3. Adicionar agua destilada hasta 2/3 de la capacidad del vaso.
4. Dispersar la suspensión por un tiempo de 5 minutos usando el equipo de agitación. Si no se dispone de equipo de dispersión, agitar la muestra toda la noche.
5. Detener la dispersión, lavar la paleta de agitación dentro del vaso de dispersión.
6. Transferir la suspensión al cilindro y llevar a volumen de 1 L.

3.4.2.1. Determinación del blanco. A.

1. Colocar 60 mL de la solución dispersante dentro del cilindro calibrado a 1 L. Diluir a 1 L usando agua destilada.
2. Homogeneizar, introducir el hidrómetro, y tomar una lectura, a esta lectura se la denominará Rb.
3. La lectura del blanco debe repetirse cuando hay cambios de temperatura mayores a 2 °C con relación a la temperatura de 20 °C.

3.4.2.2. Determinación de limo más arcilla.

1. Utilizando un agitador mezclar la suspensión suelo-agua, retirar el agitador e inmediatamente insertar el hidrómetro.

2. Dispersar cualquier formación de espuma adicionando 1 gota de alcohol amílico y tomar la lectura del hidrómetro a los 40 segundos después de haber retirado el agitador. Esta lectura se denominará Rsc. Registrar la temperatura de la suspensión.
3. Retirar el hidrómetro.
4. Cálculo del % de arcilla + limo en el suelo:

$$\% \text{ arcilla + limo (w/w)} = (R_{sc} - R_b) \times \frac{100}{\text{peso suelo seco (g)}}$$

3.4.2.3. Determinación de arcilla.

1. Terminada la lectura para la cuantificación de arcilla más limo, utilizando un agitador homogeneizar la suspensión y dejar que sedimente, evitando cualquier disturbación.
2. Después de 4 horas, insertar el hidrómetro y tomar la lectura, esta lectura se denominará Rc. Registrar la temperatura de la suspensión.
3. Cálculo : % de arcilla en el suelo:

$$\% \text{ de arcilla} = (R_c - R_b) \times \frac{100}{\text{Peso suelo seco (g)}}$$

$$\% \text{ de limo} = [\% \text{ arcilla + limo}] - [\% \text{ arcilla}]$$

3.4.2.4. Determinación de arena.

1. Terminada la toma de lecturas, pasar el contenido de la probeta a través de un tamiz de 50 µm. Se retendrá la parte sólida.
2. Mediante agua hacer que las fracciones menores a 50 µm pasen a través del tamiz. El proceso termina cuando el pase de agua es de color claro. Evitar derrames.
3. Trasladar el contenido que queda en el tamiz a un vaso de peso conocido.
4. Secar el vaso con la arena en una estufa a 105 °C por 24 horas.
5. Enfriar y volver a pesar el vaso con la arena seca.
6. Cálculo del % de arena en el suelo:

$$\% \text{ de arena} = \frac{\text{peso de arena seca} \times 100}{\text{Peso seco (g)}}$$

$$\text{Peso de arena seca (g)} = [\text{vaso + arena (g)}] - [\text{peso vaso (g)}]$$

Notas:

1. El método del hidrómetro fue introducido por Bouyoucos principalmente como una técnica rápida que daba datos aproximados al método estándar de la pipeta y dentro de un tiempo razonable sin necesidad de tratamientos previos.
2. Si es posible, las probetas con la muestra de suelo dispersada deberían ser puestas en un baño de agua a temperatura constante (20 °C). En este caso no habrá necesidad de hacer correcciones por temperatura.
3. Para la corrección por temperatura. Usar un valor de 0.4 por cada grado de diferencia de temperatura de 20 °C. Adicionar este factor si la temperatura es mayor a 20 °C y restar este factor si temperatura es menor a 20°C.
4. En este procedimiento no hay remoción de carbonatos y materia orgánica.

5. La suma de las fracciones de arena, limo y arcilla debe ser 100 % La magnitud de la desviación de 100 es un indicador del grado de precisión.
6. Una vez conocido los porcentajes de las fracciones de arena ($2 - 0.05$ mm de Θ), limo ($0.05 - 0.002$ mm de Θ) y arcilla (< 0.002 mm Θ), el suelo puede ser llamado por su clase textural usando el triángulo USDA textural (ver figura).

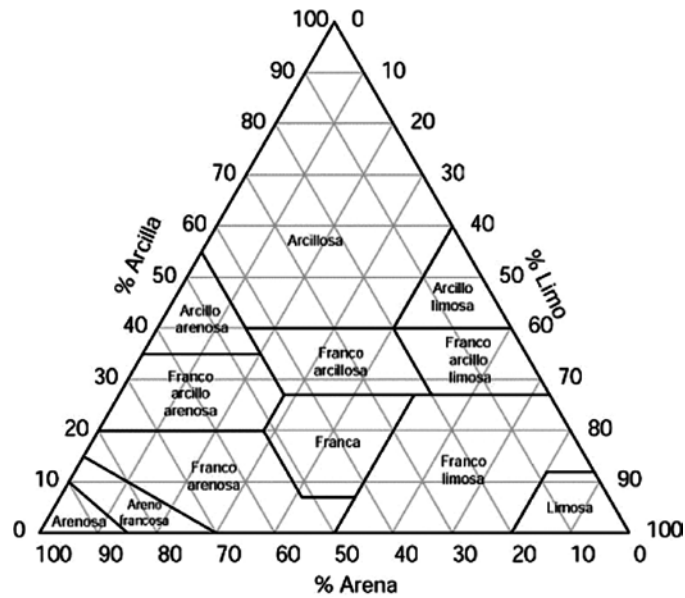


Figura 10: Triángulo textural USDA

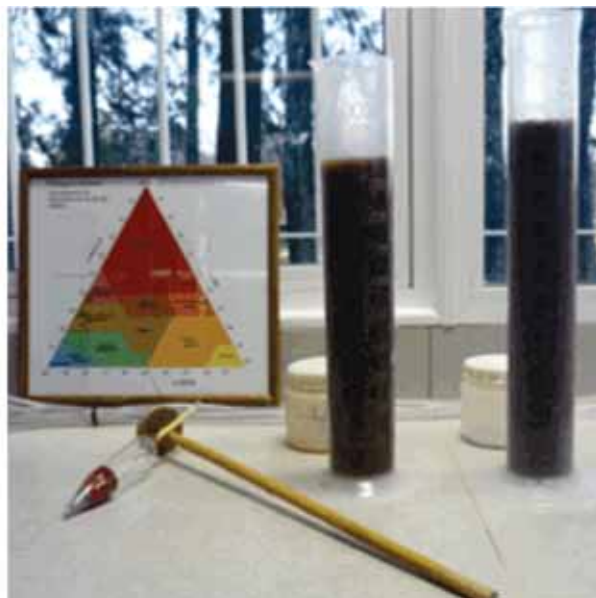


Figura 11: Dispersador (agitador), vaso e hidrómetro de Bouyoucos, empleados en el método del hidrómetro.

IV.

ANÁLISIS QUÍMICO DE LOS SUELOS

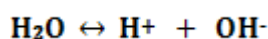
4.1. Determinación del pH de los suelos.

4.1.1. Principio.

El pH del suelo es posiblemente la medición más simple que puede realizarse a la hora de determinar las características de los suelos. La estimación del pH revela mucho más de las características del suelo que tan solo decir suelo ácido o alcalino. Así por ejemplo, el pH se relaciona mucho con la disponibilidad de los nutrientes o con la toxicidad que pueden producir otros elementos.

El término pH fue introducido por Sorensen en 1909 y fue definido como el logaritmo negativo de base 10 de la concentración del ion hidrógeno. Posteriores avances en el conocimiento y cuantificación de este parámetro permitió conocer más y simplificar su medida. Al llegar a la década de los 1930 se desarrolló el electrodo de vidrio, y mediante este dispositivo se permitió la determinación del pH en forma muy rápida.

El concepto pH fue derivado de la siguiente ecuación:



Entonces tenemos:

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$$

$$\text{pOH} = -\log [\text{OH}^-]$$

$$\text{pH} + \text{pOH} = 14$$

$$K_w = [\text{H}^+][\text{OH}^-] = 1 \times 10^{-14} \text{ (a } 25^\circ\text{C)}$$

$[\text{H}^+]$ = Concentración molar de protones (Moles/Litro)

$[\text{OH}^-]$ = Concentración molar de hidroxilos (Moles/Litro)

Donde $[\text{H}^+]$ y $[\text{OH}^-]$ reflejan la actividad de estos iones. Cuando $[\text{H}^+]$ y $[\text{OH}^-]$ son iguales, cada uno tiene una actividad de 10^{-7} M.

Dos diferentes métodos son usados para determinar el pH del suelo. Uno de ellos usa soluciones indicadoras coloreadas, el otro procedimiento usa electrodos unidos a potenciómetros eléctricos. Las soluciones indicadoras son muy usadas campo, en cambio los métodos potenciométricos son más comunes en el laboratorio donde se obtiene mayor precisión.

El método potenciométrico mide el pH a través de dos electrodos que se insertan dentro de la solución o suspensión de suelo. Un electrodo es denominado de referencia y que tiene un potencial eléctrico constante. El otro es denominado electrodo de vidrio cuyo potencial eléctrico varía como una función logarítmica de la actividad del H^+ en la solución. Ambos electrodos pueden ser integrados en uno solo denominándose electrodo de combinación.

El potenciómetro, mide la diferencia en potencial eléctrico entre los dos electrodos y la convierte en lecturas de pH. Esta diferencia de potencial eléctrico es muy débil y debe ser amplificado considerablemente.

El pH del suelo es medido potencialmente en una pasta saturada o en el líquido sobrenadante que está en equilibrio en una suspensión suelo-solución, pudiendo utilizarse distintas relaciones como 1:1; 1:2 o 1:5 en referencia a (peso : peso), (peso : volumen) o (volumen : volumen). El líquido es agua o un electrolito: 0.01 M de cloruro de calcio (CaCl_2) o 1 N cloruro de potasio (KCl).

4.1.2. Reactivos.

1. Solución de cloruro de calcio 0.01 M. Disolver 1.47 g de la sal ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en 1000 mL de agua destilada. Ajustar el pH de la solución, éste debe ser entre 5.0-6.5. Si requiere ajuste se utiliza $\text{Ca}(\text{OH})_2$ o HCl. La conductividad eléctrica debe ser 2.32 dS/m a 25 °C.
2. Solución de cloruro de potasio 1 M. Disolver 74.5 g de la sal (KCl) en 1000 mL de agua destilada.
3. Solución buffer de pH 4.0. Puede ser comprada en el comercio especializado o prepararse dentro del laboratorio mediante el siguiente procedimiento: pesar 5.105 g de biftalato de potasio seco a 105 °C ($\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4$) (M = 204.44 g/mol) durante 2 horas. Disolver en agua destilada previamente hervida y enfriada. Llevar a volumen de 500 mL. Adicionar un cristal de timol o 1 mL de cloroformo para preservar.
4. Solución buffer de pH 6.86 Al igual que en el caso anterior, se compra o se prepara mediante el siguiente procedimiento: secar KH_2PO_4 y Na_2HPO_4 a 105 °C por 2 horas. Disolver 3.44 g de KH_2PO_4 y 3.55 g de Na_2HPO_4 en agua destilada y diluir a 1 L. El pH de este buffer es 6.9, 6.86, 6.85, y 6.84 a 15, 20, 25, 30, y 35 °C respectivamente.
5. Solución buffer de pH 9.18. Disolver 3.81 g. de borato de sodio ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) en 1 L de agua destilada previamente hervida y enfriada. El pH de este buffer es 9.27, 9.22, 9.18, 9.14 y 9.10 a 15, 20, 25, 30 y 35 °C respectivamente.
6. Agua destilada. En el análisis se usa agua destilada o desionizada. Al estar en contacto con el CO_2 del medio ambiente, el pH es de 5.8 - 6.0; su conductividad eléctrica es de 3 - 5 microSiemens/cm. En algunos casos se requiere agua destilada libre de CO_2 . Ésta puede ser preparada hirviendo, esta agua tendrá un pH de 6.8 - 7.2 y es muy probable que tenga una conductividad eléctrica menor a 3 microSiemens/cm.

4.1.3. Equipos.

1. Potenciómetro con electrodos o con electrodo de combinación.
2. Baguetas para agitación.
3. Vasos de vidrio.

4.1.4. Procedimiento.

4.1.4.1. Calibración del potenciómetro.

1. Use los buffer 6.86 y 4.01.
2. Los pasos exactos para la calibración del equipo se explican en su manual. Generalmente los pasos en la calibración comprende:
 - a) Fijar la temperatura de calibración que generalmente es 25 °C.
 - b) Insertar los electrodos en el buffer 6.86, suavemente agitar en el buffer y ajustar el equipo al valor de pH cuando la lectura se ha estabilizado.
 - c) Lavar los electrodos usando agua destilada e insertar en el buffer 4.01 y proceder como en el caso anterior.
3. Lavar los electrodos para ser usados en las muestras.
4. Los electrodos son almacenados en agua destilada cuando el potenciómetro no está en uso.

4.1.4.2. Lectura de pH en la pasta saturada.

1. En un vaso plástico de 400 mL, colocar suelo y adicionar suficiente cantidad de agua hasta lograr una pasta de saturación.
2. Cubrir el vaso con una luna de reloj, y dejar por una hora para obtener el equilibrio. Si se mide el volumen de suelo y la cantidad de agua adicionada, se puede calcular el porcentaje de saturación del suelo.
3. Transcurrido el tiempo, con ayuda de una espátula mezclar suelo y agua. Introducir los electrodos o el electrodo, si se trata del tipo combinación, dentro de la masa. Tomar la lectura cuando el potenciómetro muestre lectura estable.
4. Remover electrodos de la masa, lavar con agua destilada en un vaso separado y con cuidado secar el exceso de agua usando papel secante fino.

4.1.4.3. Lectura de pH del suelo en relación 1:1 (v/v)

1. Medir 20 mL de suelo en un vaso de 50 o 100 mL.
2. Adicionar 20 mL de agua destilada o solución de 1 N KCl o solución de 0.01 M CaCl_2 .
3. Agitar intermitentemente durante 30 minutos. Una máquina de agitación puede ser usada (ver figura). Terminada la agitación dejar en reposo 15 minutos.
4. Agitar la suspensión en el vaso e insertar los electrodos. En el caso que se use agua destilada como solución, los electrodos pueden ser sumergidos en el líquido sobrenadante, o en la suspensión que se está agitando. Lo importante es que la determinación del pH sea llevado en una forma uniforme.
Cuando el pH se mide en el líquido sobrenadante en una determinación suelo-agua, los valores son ligeramente más altos que cuando se mide en la suspensión que se agita. Cuando se usa suelo-solución salina, estas diferencias desaparecen.
5. Leer el valor del pH en el potenciómetro y registrar como:
 - a) pH_w si es suelo-agua.
 - b) pH_{KCl} si es suelo-KCl.
 - c) $\text{pH}_{\text{CaCl}_2}$ si es suelo- CaCl_2 .

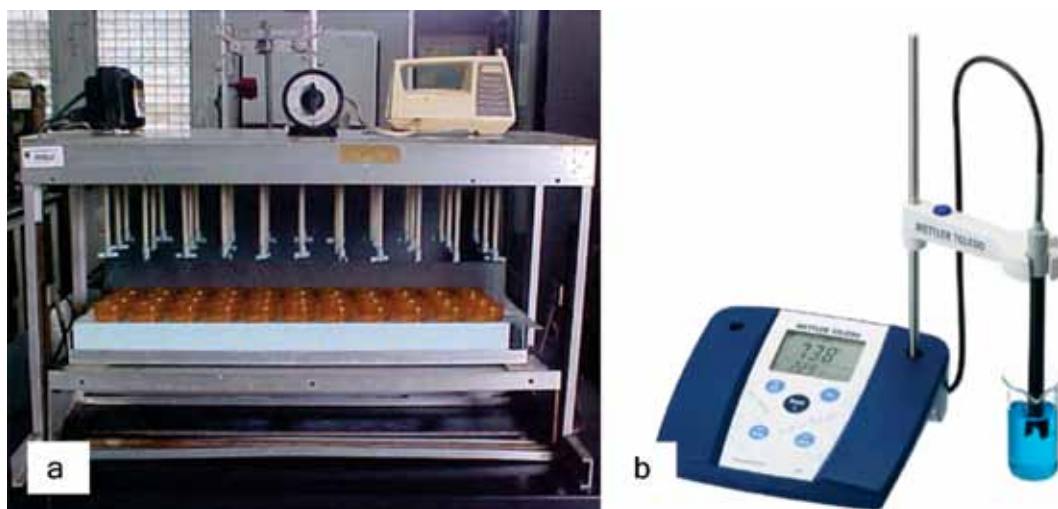


Figura 12: a) Equipo de agitación de muestra; b) Potenciómetro con electrodo de combinación

Notas:

1. Para la Taxonomía de Suelos, el pH_w se determina en una suspensión de proporción suelo: solución de 1:1, los pH_{KCl} y pH_{CaCl2} en suspensiones 1:2.
2. El tiempo requerido para la estabilización generalmente es de 1 minuto o menos, pero puede depender de numerosos factores incluyendo: el valor del pH (a valores altos de pH es más difícil alcanzar la estabilización); la calidad y antigüedad del electrodo de vidrio; las diferencias de pH entre las muestras de una serie. La mezcla mecánica antes de realizar la medición puede ayudar a lograr lecturas estables en tiempos menores. La estabilización en soluciones de CaCl₂ o de KCl se alcanza más rápidamente que en agua.

4.1.4.4. Lectura de pH del suelo en relación 1:2 (p/v).

1. Pesar 10 g de suelo en un vaso de 100 mL.
2. Adicionar 20 mL de agua destilada o solución de 1 N KCl o 0.01 M de CaCl₂.
3. Proceder en la misma forma como en el caso anterior.

Notas:

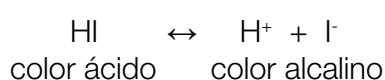
La medida del pH en 0.01 M de CaCl₂ ofrece las siguientes ventajas:

1. El pH es casi independiente de la dilución.
2. Provee una buena aproximación del pH de la solución suelo bajo condiciones de campo.
3. Los resultados son más reproducibles que el pH medido en agua.
4. La solución de CaCl₂ 0.01 M enmascara la variabilidad por efecto del contenido de sales en el suelo y éste es mantenido en un estado floculado eliminando el efecto de suspensión.

4.1.4.5. Determinación colorimétrica del pH.

Los métodos para la determinación colorimétrica del pH están basados en los conceptos ácido débil o base débil, en el cual los colores cambian con las formas disociadas o no disociadas.

Por ejemplo, la disociación de un ácido débil da:



La gama de colores que se presentará es una función de la relativa concentración de HI y de I⁻, el cual varía con el pH.

Materiales y reactivos:

1. Placa de porcelana
2. Carta de colores para pH entre 4.0 a 8.5 (ver Figura 13).
3. Reactivos: indicador triple que se prepara de la siguiente forma:
En mortero de ágata mezclar 25 mg de cada uno de los siguientes indicadores: a) verde de bromocresol, b) púrpura de bromocresol y c) rojo cresol, junto con 1.5 mL de NaOH 1N y 0.5 mL de H₂O. Disolver la mezcla en metanol al 30 % y llevar a volumen de 100 mL con el mismo reactivo. Ajustar a pH 7.0 usando NaOH o HCl 0.01 N.
4. Sulfato de bario seco y pulverizado.

Procedimiento.

1. Usando la espátula, poner porciones de suelo en las depresiones de la placa de porcelana.
2. Adicionar indicador triple en cantidad suficiente para mojar el suelo.
3. Homogeneizar con la espátula. Recubrir la mezcla con una delgada capa de sulfato de bario, sobre el cual se revelará el color impartido por el indicador.
4. Comparar el color resultante del sulfato de bario con el color de la tabla de colores para hallar el pH.



Color and pH Scale Using Triplex Indicator		
Color	pH	Reaction
	8.5	Alkali (Sodium Carbonate)
	8.0	Alkaline (Calcium Carbonate)
	7.0	Neutral
	6.5	Very Slightly Acid
	6.0	Slightly Acid
	5.5	Medium Acid
	5.0	Strongly Acid
	4.5	Very Strongly Acid
	4.0	Extremely Acid

Figura 13: Escala de color y pH

4.2. Determinación de la conductividad eléctrica (CE. Sales solubles.)

4.2.1. Principio.

El concepto salinidad se refiere a la presencia de solutos inorgánicos disueltos en agua siendo esencialmente Na^+ , Mg^{+2} , Ca^{+2} , K^+ , Cl^- , SO_4^{-2} , HCO_3^- , y CO_3^{2-} los que se presentan en mayores concentraciones.

Estas sales solubles en el suelo son estimadas a partir de la conductividad eléctrica (CE) en un extracto acuoso (extracto de saturación) mediante un procedimiento conductométrico. Este extracto sirve, también, para determinar los aniones y cationes solubles.

La CE de aguas y extractos acuosos es una expresión numérica de la capacidad de una solución acuosa para transportar la corriente eléctrica. Esta determinación de la CE involucra la medida física de la resistencia (R) en ohms.

El valor R del material conductor (solución salina) es inversamente proporcional al área (A) de la sección transversal y directamente proporcional a su longitud. La magnitud de R depende de las características de la celda de conductividad y de los electrodos. La recíproca de R es la conductancia (C) y es expresado en la recíproca de ohms: mhos.

La CE generalmente ha sido expresada en micromhos por centímetro ($\mu\text{mho}/\text{cm}$) o en milimhos por centímetro (mmho/cm). En el Sistema Internacional de unidades (SI) la recíproca de ohm es el siemen (S) y por lo tanto en este sistema la CE es expresada como S/m, como dS/m, mS/cm o uS/cm. Por lo tanto las relaciones son:

$$1 \text{ S} = 1 \text{ mho}$$

$$1 \text{ dS/m} = 1 \text{ milimho/cm}$$

$$1 \text{ mmho/cm} = 1 \text{ mS/cm (miliSimens por centímetro)}$$

La medición eléctrica se efectúa mediante un puente de Wheatstone (ver figura 14) para medir resistencias. El equipo debe tener corrector de temperatura manual o automática debido a que los resultados se expresan a temperatura de 25 °C.

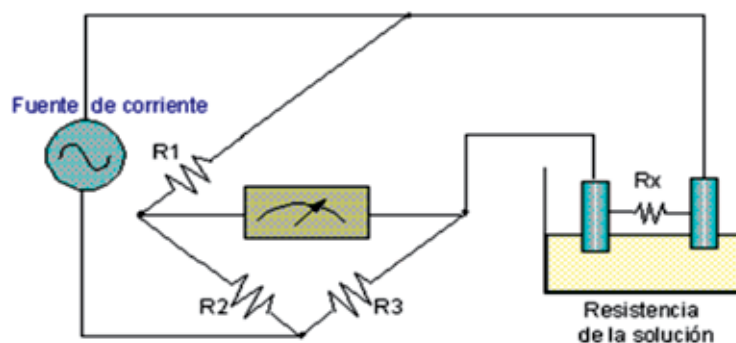


Figura 14: Puente de Wheatstone para medir la conductividad

Se debe seleccionar una celda de conductividad que tenga una constante apropiada a la CE de la muestra. Las constantes de celdas recomendadas son mostradas en el siguiente cuadro:

Cuadro 1: Constante de celdas recomendadas para diferentes rangos de conductividad.

Rango conductividad dS/m	Constante de la celda m^{-1}
0.00005 – 0.020	0.0001
0.001 – 0.2	0.001
0.01 – 2	0.01
0.1 – 20	0.1
1 - 200	0.5

El valor de la constante de una celda (K) se halla mediante la relación R / R_s , donde R_s es la resistencia específica.

Se debe tener presente que durante el proceso de medición se presentan ciertas interferencias, siendo algunas de ellas:

- La exposición de la muestra al aire atmosférico puede causar cambios en la conductividad, debido a la ganancia o pérdida de gases disueltos, en especial el CO_2 .
- La presencia de sustancias no disueltas o materiales que precipiten lentamente, pueden ensuciar la superficie de los electrodos.

4.2.2. Reactivos.

- Solución de cloruro de potasio (KCl) 0.01 M. Disolver 0.7456 g de la sal (KCl) en agua destilada y llevar a volumen de 1000 mL. Esta solución tiene una CE de 1.413 dS/m a 25 °C. (1.413 mmhos/cm)
- Para calibrar otros tipos de celdas se puede usar concentraciones de KCl más o menos concentradas, como sugiere el siguiente cuadro.

Cuadro 2: Valores de conductividad eléctrica de soluciones de KCl a 25 °C

Concentración de KCl M	Conductividad dS/m
0.001	0.147
0.01	1.413
0.05	6.668
0.1	12.900
0.5	58.640
1.0	111.900

4.2.3. Equipos y materiales.

1. Bomba de tipo eléctrica o de agua para producir vacío.
2. Celda de conductividad del tipo pipeta o del tipo inmersión, y conductímetro.
3. Vasos plásticos.
4. Embudos Büchner.
5. Embudo de vidrio o de plástico.

4.2.4. Procedimiento.

4.2.4.1. Lectura en el extracto de saturación.

1. Llenar la celda de conductividad con la solución del extracto de saturación obtenida si ésta es de tipo pipeta, o sumergir la celda si es de tipo inmersión.
2. Leer la CE en el conductímetro, con la corrección a 25 °C.
3. Remover la celda de conductividad lavar con agua destilada y secar con papel secante suave.

4.2.4.2. Lectura en la suspensión suelo-agua 1:2 o 1:5

1. Pesar 20 g o medir 20 mL de suelo. Transferir a un vaso de 100 o 200 mL. Adicionar 40 mL de agua destilada cuando se trata de una relación 1:2 o 100 mL de agua cuando se trata de una relación 1:5
2. Agitar intermitentemente por 30 minutos en agitador rotativo.
3. Filtrar usando papel filtro y embudos. Recibir el filtrado en frascos.
4. Leer la CE directamente usando la celda de conductividad y el conductímetro, corregida a 25 °C.

Nota:

1. Las lecturas son registradas en milimhos por centímetro (mmh/cm) o en deci Siemens por metro (dS/m). El uso de las unidades deciSiemens es preferido sobre las unidades milimhos/cm. Ambas unidades son iguales, esto es que $1 \text{ dS/m} = 1 \text{ mmh/cm}$.
2. En el extracto de saturación, se puede medir la concentración de iones solubles (aniones y cationes), para lo cual en muchos casos será necesario hacer diluciones con agua destilada. En las diluciones, adicione 1 gota de una solución 0.1 % de hexametáfosfato de sodio (NaPO_3)₆ para prevenir la precipitación del CaCO_3 .
3. Usando la CE, se pueden establecer algunas relaciones muy usadas :
 - a. Concentración total de cationes en mmol/L $\approx 10 \times \text{CE en dS/m}$
 - b. Concentración de sales, mg/L $\approx 640 \times \text{CE en dS/m}$
4. Algunas equivalencias importantes:

- Microsiemens por centímetro ($\mu\text{S/cm}$)	=	$1 \times 10^{-4} \text{ S/m}$
- Microsiemens por metro ($\mu\text{S/m}$)	=	$1 \times 10^{-6} \text{ S/m}$
- Siemens por centímetro (S/cm)	=	100 S/m
- Siemens por metro (S/m)	=	1 S/m
5. La constante de la celda puede ser determinada:
 - a. Se prepara soluciones de KCl de las siguientes concentraciones:
 - a¹. 0.1 mol/L Disolver 7.456 g de KCl secado a 105 °C por 24 horas en agua destilada y llevar a volumen de 1 L. La conductividad eléctrica específica de esta solución es 12.9 dS/m a 25°C.

- a². 0.01 mol/L. Diluir 10 mL de la solución 0.1 mol/L a 100 mL con agua destilada. La conductividad eléctrica específica es: 1.41 dS/m a 25 °C.
- b. Calcular la constante de la celda, según:

$$K = \frac{CE_e}{CE_m}$$

donde: K = constante de la celda

CE_e = CE específica de una de las soluciones de KCl en dS/m

CE_m = CE medida de la misma solución de KCl en dS/m

Calcular el promedio de los valores de constante de la celda y ajustar a ese valor la constante de esa celda.

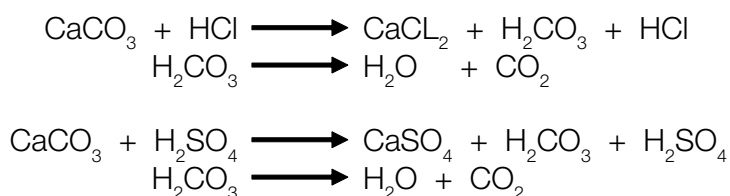
La constante de la celda promedio no debe diferir en más de un 5 % del valor dado por el fabricante.

4.3. Determinación de carbonatos en el suelo

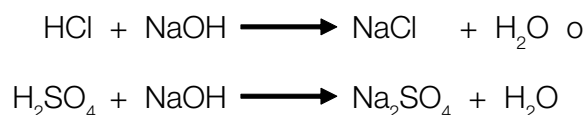
4.3.1. Principio.

Los carbonatos son minerales que están presentes en muchos suelos, presentan las siguientes fórmulas CaCO₃ y CaMg(CO₃)₂. Estos compuestos se presentan en los suelos como resultado de la meteorización o son heredados a partir del material parental. Muchos suelos de regiones áridas y semi-áridas son calcáreos.

Ambos minerales reaccionan con el ácido clorhídrico (HCl) o el sulfúrico (H₂SO₄). El CO₂ generado puede ser medido en un calcímetro a temperatura y presión atmosférica. También puede ser calculado en base a la cantidad de HCl o H₂SO₄ gastado, de acuerdo a las siguientes reacciones:



El exceso de HCl o H₂SO₄ adicionado es titulado con NaOH, ajustándose a las siguientes reacciones:



4.3.2. Método del calcímetro

4.3.2.1. Materiales y reactivos.

1. Calcímetro de Collins con graduación (ver Figura 15).
2. Erlenmeyers (matraces) de 150 mL y 250 mL.
3. Pipetas graduadas.

4.3.2.2. Reactivos.

1. Ácido clorhídrico diluido 1:1
2. Solución saturada para la columna: AOAC vol II 2000, método 923-02, sugiere: Disolver 100 g de NaCl o $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ en 350 mL de H_2O . Adicionar aproximadamente 1 g de NaHCO_3 y 2 mL del indicador methyl orange (solución acuosa 0.5 %), luego mediante H_2SO_4 1+5 o HCl 1+2 acidificar hasta color rosado. Agitar para la remoción del CO_2

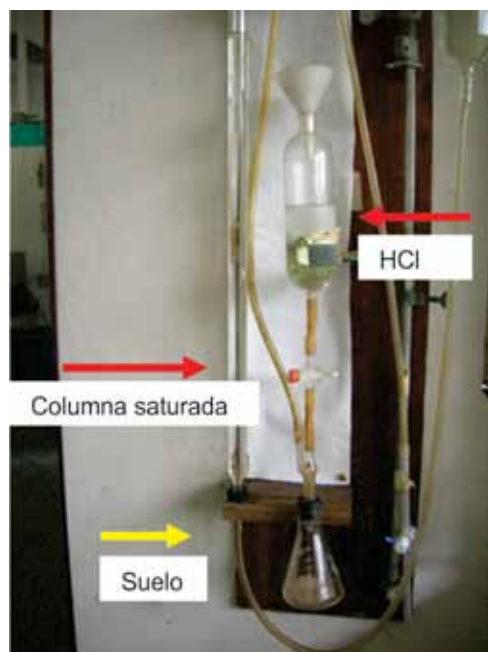


Figura 15: Calcímetro de Collins

4.3.2.3. Procedimiento

1. En un erlenmeyer de 150 mL colocar un peso **P_x** de suelo (puede ser 5 g).
2. Conectar el Erlenmeyer al calcímetro. Equilibrar presiones.
3. Adicionar al frasco que contiene la muestra 10 mL de HCl diluido 1:1.
4. Agitar el frasco. Si en la muestra hay carbonato, la columna de agua saturada se desplaza. Cuando no hay más desplazamiento en la columna, leer los mL **V_x** desplazados. Registrar esta lectura.
5. Tomar un peso **P₁** de CaCO_3 puro (generalmente 100 mg) y seguir el mismo procedimiento utilizado para la muestra de suelo. Registrar el volumen **V₁** de desplazamiento en la columna.

4.3.2.4. Cálculos

P = peso de suelo

P₁ = peso CaCO_3 puro

V_x = vol de CO_2 desprendido de la muestra

V₁ = vol de CO_2 desprendido del CaCO_3

$$\% \text{CaCO}_3 \text{ en suelo} = \frac{V_x \times P_1}{V_1 \times P}$$

Nota:

Cuando el contenido de carbonatos es demasiado alto y el gas liberado desplaza toda la columna líquida, repita el proceso y disminuya la cantidad de muestra de suelo a 2,5 g y si se repite el problema puede bajar la cantidad de muestra.

4.3.3. Método de neutralización ácida

4.3.3.1. Reactivos y materiales

1. Ácido clorhídrico HCl 1 N. Diluir 82.8 mL. de HCl Q.P. (37 % sp.gr 1.19) y llevar a volumen de 1000 mL. Controlar la normalidad con una base estándar.
2. Hidróxido de sodio NaOH 1 N. Disolver 40 g de NaOH Q.P. y llevar a volumen de 1000 mL con agua destilada. Controlar la normalidad con un ácido estándar.
3. Indicador: fenolftaleína [$C_6H_4COOC(C_6H_4-4-OH)_2$] al 0.5 %: disolver 0.5 g en 100 mL de etanol (alcohol etílico).
4. Indicador anaranjado de metilo (methyl orange) [4-NaOSO₂C₆H₄N:NC₆H₄/-4-N (CH₃)₂]. Disolver 0.1 g de anaranjado de metilo en 100 mL de agua destilada.
5. Carbonato de sodio 1N. (Na₂CO₃). Disolver 53 g de carbonato de sodio anhidro y llevar a volumen de 1000 mL con agua destilada.

4.3.3.2. Procedimiento.

1. En un frasco Erlenmeyer de 250 mL poner 1 g de suelo que ha sido molido y pasado por tamiz de 0.5 mm. Incluir un blanco (sin muestra) y llevarlo en forma paralela.
2. Adicionar 10 mL de HCl 1N. Agitar para mezclar el contenido. Dejar toda la noche o calentar a 50 – 60 °C. Dejar en reacción por dos horas. Ocasionalmente agitar.
3. Adicionar 59 a 100 mL de agua destilada.
4. Adicionar 2 a 3 gotas del indicador fenolftaleína.
5. Titular con NaOH 1 N con agitación del frasco.
6. La titulación termina ante la presencia del color rosado persistente por 30 segundos.

4.3.3.3. Cálculos:

Ws	=	Peso en g del suelo seco al aire
G	=	Volumen de NaOH 1N gastado en la titulación
N.NaOH	=	Normalidad de la NaOH
N.HCl	=	Normalidad del HCl
%CaCO ₃	=	$[(10 \times N \text{ HCl}) - (G \times N \text{ NaOH})] \times 0.05 \times 100 / Ws$

1^{ra} Nota

Para conocer la exacta normalidad del HCl, siga el siguiente procedimiento:

1. En un frasco Erlenmeyer colocar alícuota de 10 mL de Na₂CO₃ 1N.
2. Adicionar 2 gotas de indicador anaranjado de metilo (methyl orange).
3. Titular con HCl 1 N (en la bureta).
4. La solución cambia de claro a anaranjado oscuro.

$$\text{Normalidad del HCl} = \frac{10 \times N \text{ Na}_2\text{CO}_3}{\text{Vol. de HCl}}$$

2^{da} Nota

Para conocer la normalidad del NaOH

1. En un frasco Erlenmeyer colocar 10 mL de HCl N estandarizado.
2. Adicionar 2 gotas del indicador fenolftaleína.
3. Titular con NaOH (en la bureta).

4. La solución cambia de color de claro a rosado.

$$\text{Normalidad de NaOH} = \frac{10 \times \text{N HCl}}{\text{Vol de NaOH}}$$

3^{ra} Nota

1. Se requiere cierta experiencia para apreciar los cambios de color. 10 mL de HCl 1N puede disolver hasta 0.5 g de CaCO₃. Esto significa que si un suelo contiene 50 % de CaCO₃ o más, 10 mL de N HCl podría no ser suficiente. En este caso, debería haberse adicionado 15 o 20 mL de HCl N.
2. El análisis de carbonatos no se realiza en suelos de pH-H₂O menores a 6.5, en el cual se asume que el carbonato está ausente.

4.4. Determinación de yeso. (CaSO₄.2 H₂O) en el suelo.

4.4.1. Principio.

El yeso (CaSO₄.2H₂O) es disuelto por agitación con agua, teniendo una solubilidad en agua de 2.6 g/L a 25 °C. El método estándar, que aquí se describe, es el presentado por Richards (1954). Este método, junto a otros procedimientos, han sido modificados por la FAO especialmente en determinaciones para suelos ypsíferos. (FAO, 1990).

La solubilidad es influenciada por la temperatura y la presencia de otras sales. El carbonato de calcio y el sulfato de sodio decrecen la solubilidad mientras que las sales de cloruro de sodio incrementan la solubilidad. Para su determinación, la muestra se solubiliza en agua y posteriormente es selectivamente precipitada del extracto por adición de acetona. El precipitado es redisolto en agua y el yeso es determinado por:

- a. La medición de la concentración de calcio vía absorción atómica.
- b. Por referencia a un gráfico que muestra la relación entre la concentración y la conductividad eléctrica (CE) (Richards, 1954).

4.4.2. Reactivos y equipos.

1. Acetona.
2. Centrífuga con cabezal para tubos de 50 mL y capaz de alcanzar 4000 rpm.
3. Celda de conductividad eléctrica.
4. Agitador mecánico.

4.4.3. Procedimiento.

1. Pesar 10 a 20 g de suelo secado al aire TFSA (textura media a fina). Luego colocarla dentro de un frasco de 250 mL.
2. Adicionar un volumen suficiente de agua destilada para disolver el yeso presente.
3. Tapar el frasco y agitar por 15 minutos usando un agitador mecánico.
4. Dejar en reposo para su sedimentación o filtrar usando papel filtro de porosidad media.
5. Transferir del filtrado, una alícuota de 20 mL hacia un tubo cónico de centrifuga.
6. Adicionar 20 mL de acetona, mezclar bien, luego dejar en reposo para que el precipitado flocule. El tiempo requerido generalmente es de 10 a 15 minutos.
7. Centrifugar a 4000 rpm por 5 minutos. Decantar el líquido sobrenadante y luego invertir el tubo para un total drenaje.

8. Dispersar el precipitado y lavar las paredes del tubo usando una pipeta y 10 mL de acetona a presión.
9. Centrifugar nuevamente por 5 minutos, decantar el líquido sobrenadante, invertir en tubo para drenar.
10. Adicionar exactamente 40 mL de agua destilada, tapar y agitar hasta que el precipitado se disuelva totalmente
11. Medir la conductividad eléctrica de la solución.

4.4.4. Cálculos.

Para determinar la concentración de yeso en la solución, se debe comparar la CE obtenida con un cuadro que muestra la relación entre la concentración y la CE (Richards, 1954).

Cuadro 3: Relación entre la concentración de yeso y la conductividad eléctrica (CE)

Concentración de yeso meq /L	CE a 25 °C dS/ m
1.0	0.121
2.0	0.226
5.0	0.500
10.0	0.900
20.0	1.584
30.0	2.205

meq de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en la alícuota = (meq / L de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ por conductividad) x (mL de agua para disolver el precipitado)/1000

meq de Yeso /100 g = 100 x (meq de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en alícuota) / (relación suelo : agua x mL extracto usados).

Notas:

1. Los sulfatos de sodio y potasio, cuando están presentes en concentraciones suficientemente altas, son también precipitados por la acetona. La máxima concentración de estos sulfatos que puede ser tolerada es 50 y 10 meq/L respectivamente.
2. A una relación 1:5 (suelo:agua), el agua disolverá aproximadamente 15 meq de yeso por 100 g de suelo. Si se encuentra que el contenido de yeso del suelo se aproxima a 15 meq/100 g usando (suelo:agua) extracto de 1:5, la determinación debe ser repetida usando un extracto diluido.
3. Es recomendable, en todas las muestras de suelos de zonas áridas y semi áridas, hacer como rutina una prueba cuantitativa de yeso.

4.5. Determinación de carbono orgánico (materia orgánica).

4.5.1. Principio.

El carbono orgánico puede ser determinado por el proceso de oxidación del C-orgánico a CO_2 , utilizando generalmente dos procedimientos, siendo estos:

- a. Oxidación de la materia orgánica por calcinación.
- b. Oxidación usando un agente fuertemente oxidante ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) en una solución ácida de H_2SO_4 .

El segundo procedimiento presenta dos modificaciones. La primera es midiendo el exceso del agente oxidante en la reacción y la segunda es la medida de la transmitancia de la solución coloreada de la reacción carbono-dicromato de potasio.

4.5.2. Determinación por calcinación.

Es una combustión de la materia orgánica del suelo a CO_2 . Este CO_2 puede ser medido de acuerdo a su volumen generado por fijación de éste en una solución alcalina o por diferencia de peso. El siguiente método es por diferencia de peso o calcinación.

4.5.2.1. Materiales.

1. Mufla de 500 °C.
2. Crisoles o cápsulas de porcelana.
3. Balanza de precisión.
4. Desecador.



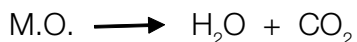
Figura 16: Mufla de 500 °C

4.5.2.2. Procedimiento.

1. Secar la muestra de suelo a 105 °C usando una estufa por 24 horas.
2. Pesar con exactitud el crisol o la cápsula de porcelana. Colocar dentro del crisol un peso de suelo secado a 105 °C.
3. Calcinación a 550 °C por 5 horas. Enfriar en un desecador y pesar con aproximación de 0.001 g.
4. Mediante este procedimiento se puede estimar el contenido de carbonatos, para lo cual se sigue el procedimiento:
 - a) El crisol con la muestra calcinada a 550 °C se vuelve a calcinar a 950 °C por 5 horas.
 - b) Después de 5 horas, enfriar el crisol y pesar con aproximación de 0.001 g.

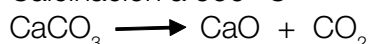
4.5.2.3. Cálculos.

1. Peso seco a 105 °C por 12 horas.
2. Calcinación a 550 °C



$$\text{Pérdida peso a 550 °C} = \frac{(\text{peso seco a 105 °C} - \text{peso seco a 550 °C})}{\text{peso seco a 105 °C}} \times 100$$

3. Calcinación a 950 °C

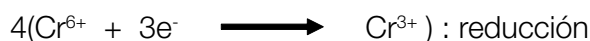
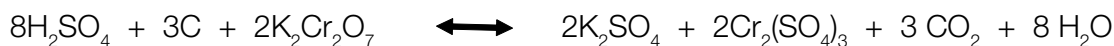


$$\text{Pérdida de peso a 950 °C} = \frac{(\text{peso seco a 550 °C} - \text{peso seco a 950 °C})}{\text{peso seco a 105 °C}} \times 100$$

4.5.3. Determinación por solución oxidante. Método de Walkley y Black.

4.5.3.1. Principio.

La materia orgánica del suelo es oxidada por una mezcla de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ más H_2SO_4 . El exceso de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ es determinado por titulación con FeSO_4 o con $(\text{NH}_4\text{Fe})_2(\text{SO}_4)_3$. La primera reacción de oxidación - reducción es:



La segunda reacción, titulación es:



El punto de equivalencia en esta reacción es dada por el indicador redox: difenil amina sulfúrica. La materia orgánica se estima asumiendo que ésta contiene 58 % de carbono (factor de Van Bemmelen).

4.5.3.2. Materiales.

1. Erlenmeyers de 250 mL.
2. Pipetas graduadas y volumétricas.
3. Agitador magnético con barra de teflón.
4. Buretas para titulación.

4.5.3.3. Reactivos.

1. Dicromato de potasio 1 N. Disolver en agua 49.04 g del reactivo $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (previamente secada a 105 °C). Llevar a volumen de 1000 mL.
2. Sulfato ferroso amoniacal $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 0.5 N. Disolver, exactamente, 196.1 g de la sal en 800 mL H_2O . Transferir a un envase de 1 L. Adicionar 20 mL de H_2SO_4 concentrado. Mezclar bien y llevar a volumen de 1 L.
3. Puede usarse también el reactivo $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.5 N para lo cual se pesan 139 g de la sal y se adicionan en 800 mL de agua destilada. Disolver. Adicionar 15 mL de H_2SO_4 Q.P. Enfriar y llevar a volumen de 1000 mL.
4. Como indicador, se puede usar :
 - a. Difenil amina sulfúrica. Disolver 1 g del indicador $[(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}_2]$ en 100 mL de H_2SO_4 concentrado.
 - b. Ortrofenantrolina - sulfato ferroso 0.025 M. Este indicador se conoce comercialmente con el nombre de ferroína.
5. Ácido sulfúrico Q.P. 96 %; $d = 1.84$ g/cc.

4.5.3.4. Procedimiento.

1. En un Erlenmeyer de 500 mL poner 1.0 g o 1 mL de suelo si se a va trabajar. Si los suelos son muy oscuros, pesar 0.5 g o medir 0.5 mL de suelo. En forma paralela llevar un blanco (sin muestra) para conocer la normalidad del sulfato ferroso.
2. Adicionar 10 mL de 1 N dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).
3. Adicionar 20 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado. Puede usarse el grado técnico (manipular con cuidado).
4. Mezclar para homogeneizar la solución. Durante esta reacción hay generación de calor.
5. Dejar en reacción por 1 hora o más.
6. Adicionar aproximadamente 200 mL de agua destilada.
7. Adicionar 5 mL de ácido fosfórico concentrado (H_3PO_4) y 0.5 mL del indicador difenil amina sulfúrica o 3 - 4 gotas de Ferroin.

8. Titular con 0.5 N de sulfato ferroso amoniacal, con agitación y en forma lenta hasta cambio de color de violeta a verde. En el cambio, detener la titulación.
9. Titular el blanco.

4.5.3.5. Cálculos.

1. La estequiometría de la reacción muestra que 10 mL de $K_2Cr_2O_7 = 10 \text{ meq de } K_2Cr_2O_7 = 10 \text{ meq de C} = 30 \text{ mg de C}$.
2. Si adicionamos sulfato ferroso amoniacal (**a** mL) al blanco (**b** mL) para la muestra, la diferencia de titulación **a - b** corresponde con:

$$\frac{30 \times (a - b)}{a} \text{ mg C}$$

3. Si el peso de la muestra fue 1 g, el contenido de carbono oxidable es:

$$\frac{30 \times (a - b) \times 100}{a \times 1000} \text{ g C por 100 g de suelo}$$

$$C (\%) = \frac{3 (a - b)}{a}$$

4. Se debe tener en cuenta que el método de Walkley and Black es un método convencional. El proceso de oxidación es sólo del 75 % del carbono orgánico total presente. Esto hace que se fije al carbono equivalente un valor de 4 en vez del valor estequiométrico de 3. La resultante es:

$$C (\%) = \frac{4 (a - b)}{a}$$

5. Si se asume que la materia orgánica consiste de 58 % de C, el % de materia orgánica es: $MO (\%) = C (\%) \times 1.724$

Notas:

1. Para suelos altos en MO, es necesario usar más de 10 mL de dicromato de potasio.
2. Suelos conteniendo altas cantidades de iones cloruros (Cl^-), manganeso (Mn^{+2}), y hierro ferroso (Fe^{+2}) pueden dar valores altos. La interferencia de cloruros se elimina adicionando sulfato de plata (Ag_2SO_4) al agente oxidante, también se puede lavar el suelo.
3. La presencia de $CaCO_3$ hasta 50% no causa interferencias.

4.5.4. Determinación por colorimetría.

4.5.4.1. Principio.

Durante el proceso de oxidación de la materia orgánica, el dicromato sufre variación en su capacidad de absorber la luz.

4.5.4.2. Materiales.

1. Erlenmeyers de 150 mL.
2. Tubos de prueba.
3. Pipetas, buretas.

4.5.4.3. Reactivos.

1. Dicromato de potasio 2 N. Disolver 98.08 g de $K_2Cr_2O_7$ en 1 litro de agua destilada.
2. Ácido sulfúrico Q P.
3. Almidón.
4. Agua destilada.
5. Solución de superfloc:
 - a) Disolución del superfloc.
Pesar 5 g de superfloc dentro de un frasco de 1 L. Adicionar 5 mL de metanol, mientras se agita adicionar agua para hacer volumen de 1000 mL. Dejar en reposo 12 horas. Almacenar en frasco con tapa.
 - b) De la solución anterior tomar el equivalente a 0.5 g del superfloc disuelto y llevar a volumen final de 10 litros. Homogenizar bien. Esta solución se debe agitar antes de usar.

*Superfloc = polímero de alto peso molecular, que sirve para sedimentar partículas en suspensión.

4.5.4.4. Procedimiento.

1. En un Erlenmeyer de 150 mL poner 1 g o 1 mL de suelo. Use 0.5 g o 0.5 mL en suelos altos en MO.
2. Adicionar 10 mL de dicromato de potasio 2 N.
3. Adicionar 10 mL de ácido sulfúrico.
4. Calentar a temperatura de +/- 150 °C por una hora.
5. Dejar enfriar. Adicionar 25 ml de solución de superfloc. Dejar en reposo por 20 minutos.
6. Tomar alícuota de 2 mL del sobrenadante, verter en un tubo y añadir 10 mL de agua destilada.
7. Leer absorbancia a longitud de onda de 650 nm (nanómetros. 1 nm = 10^{-9} m).
8. En forma paralela correr una curva de calibración de acuerdo al siguiente cuadro:

Cuadro 4: Relación entre el contenido de almidón y la transmitancia y % MO.

Peso de almidón (g)	Transmitancia (%)	MO (%)
0.000	100	0.0
0.025		1.3
0.050		2.6
0.075		3.9
0.100		5.2

4.5.4.5. Cálculos.

Con los datos del % de T (transmitancia) y el % de MO de la curva de calibración construir la línea de regresión. Para esta línea hallar el valor b (coeficiente). El valor de b debe ser lo más cercano a 1. Si se intercepta el valor de % de T de la muestra en la curva, se puede encontrar el valor del % de MO de la muestra.

4.6. Determinación de la capacidad de intercambio catiónico (CIC) y bases cambiables.

Una de las propiedades más importantes de los suelos es su capacidad de intercambio catiónico (CIC). La CIC se puede definir como la capacidad del suelo para retener iones cargados positivamente (cationes). Esta retención se debe a que el suelo (complejo coloidal) presenta cargas negativas originadas por procesos de sustitución isomórfica en las láminas tetraédricas

u octaédricas de las arcillas, por procesos de rotura en los bordes de las arcillas o por hidrólisis de los grupos **-COOH** y **OH** en los coloides orgánicos.

Diferentes procedimientos son usados para determinar la CIC. Todos ellos están basados en el principio del lavaje del suelo con una solución que contiene un catión que no está presente en el suelo.

4.6.1. Determinación de la CIC. Saturación con amonio (NH_4OAc) N pH 7.0.

4.6.1.1. Principio.

El método más ampliamente usado para suelos es el del acetato de amonio (NH_4OAc). El complejo es saturado con el catión amonio (NH_4^+), luego el exceso de este catión es lavado con alcohol etílico. El NH_4^+ adsorbido es determinado cuantitativamente por destilación, o por desplazamiento con potasio tratando la muestra con KCl al 10 % para luego medir el ion amonio por destilación directa o por colorimetría.

La capacidad de intercambio catiónico fue expresada en miliequivalentes por 100 g de suelo. En la actualidad es expresada en términos de $\text{cmol}_{(+)}/\text{kg}$ de suelo. En su equivalencia es: $1 \text{ meq}/100 \text{ g} = 1 \text{ cmol}_{(+)}/\text{kg}$. La representación gráfica del proceso de saturación con amonio y remplazamiento con KCl se puede apreciar en la siguiente figura.

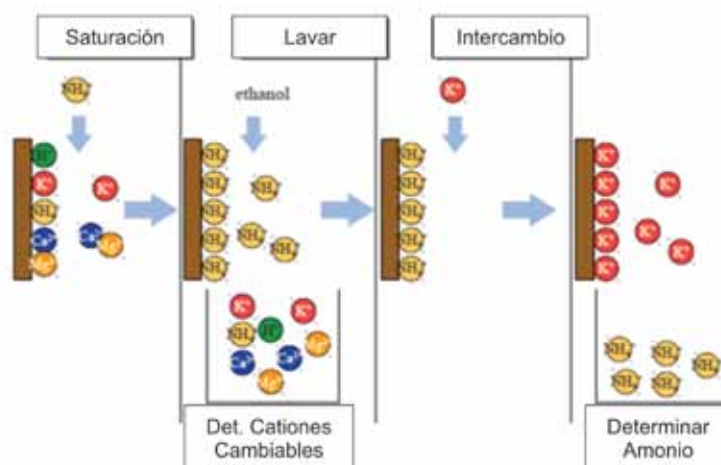


Figura 17: Representación del proceso de determinación de CIC y % Sat. de bases con NH_4 y KCl

4.6.1.2. Reactivos.

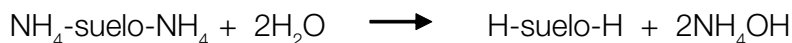
1. Acetato de amonio (NH_4OAc) N pH 7.0. 57 mL de ácido acético (CH_3COOH) es adicionado a 850 mL de agua destilada. Adicionar 68 mL de hidróxido de amonio (NH_4OH). Homogeneizar. Enfriar. Ajustar a pH 7.0. Llevar a volumen de 1000 mL.
2. Una alternativa para preparar una solución de acetato de amonio es disolver 77.g de $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ en +/- 950 mL de agua destilada. Llevar a pH 7.0 por adición de amonio o ácido acético. Completar a 1000 mL con agua destilada.
3. Alcohol etílico 96 %.
4. Cloruro de potasio 1 N. Disolver 74.5 g de KCl en aproximadamente 900 mL de H_2O , adicionar 3.2 mL de HCl 1 N. Llevar a volumen de 1000 mL.
5. NaOH 10 N.
6. Ácido sulfúrico 0.02 N.
7. Reactivo de Nessler.

8. Indicador mixto. Es una mezcla de volúmenes iguales de rojo de metilo al 0.66 % y verde de bromocresol al 0.99 % en etanol 96 %.
9. Ácido bórico al 2 % en agua destilada y que contiene 10 mL del indicador mixto por litro.

4.6.1.3. Procedimiento usando destilación en el sistema micro-Kjeldahl.

1. Pesar 5.0 g de suelo y colocarlo en un embudo que contenga papel filtro Whatman No. 2 o su equivalente.
2. Lavar el suelo con 100 mL de NH_4OAc 1 N pH 7.0 Recibir el lavado para determinar los cationes cambiables: Ca, Mg, K, Na.
3. Lavar el suelo con alcohol etílico para remover el exceso de amonio. El lavado termina cuando se obtiene reacción negativa con el reactivo de Nessler.

Nota: No se puede lavar con agua destilada debido a la reacción:



4. Lavar el suelo con 100 mL de KCl 1 N con la finalidad de desplazar el NH_4 adsorbido. Colectar el filtrado y llevar a volumen de 100 mL con KCl 1 N. En esta solución determinar la cantidad de amonio (NH_4^+) por el siguiente procedimiento:
 - a) Usando el sistema de destilación micro-Kjeldahl. Colocar alícuota de 20 mL del filtrado en un balón micro-Kjeldahl. Adicionar 2 – 3 mL de NaOH 10 N. Destilar por 5 minutos y recibir el destilado en ácido bórico al 2 % más indicador mixto. Titular la solución de borato con H_2SO_4 0.02 N hasta cambio de color.

4.6.1.4. Cálculos.

$$\text{CIC meq /100 g} = N \times G \times \frac{V}{A} \times \frac{100}{Wt}$$

Dónde:

N = normalidad del ácido Wt = peso muestra
 V = vol de extracción G = gasto de ácido
 A = alícuota

4.6.2. Determinación de la CIC mediante saturación con acetato de sodio (NaOAc), N, pH 8.2

4.6.2.1. Principio.

El complejo coloidal del suelo es saturado con acetato de sodio 1 N de pH 8.2. El exceso de la sal es removido con alcohol etílico. El sodio es remplazado por amonio usando acetato de amonio 1 N pH 7.0. El sodio es determinado en la solución final después de hacer dilución y por medio de fotometría de llama con filtro de sodio o por absorción atómica.

4.6.2.2. Reactivos.

1. Acetato de sodio 1N, pH 8.2 Disolver 136 g de acetato de sodio ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) (NaOAc) para 1 litro. Ajustar a pH 8.2 con NaOH 1 N (aprox. 4-5 mL).
2. Alcohol etílico 96 %.
3. Acetato de amonio 1 N, pH 7.0.

4.6.2.3. Procedimiento.

1. Pesar 5 g de suelo en tubo plástico para centrifugación y 50 mL de capacidad.
2. Adicionar 33 mL de NaOAc, tapar tubos y agitar por 5 minutos.
3. Remover tapones y centrifugar la suspensión a ± 3000 rpm hasta que el líquido sea claro. Descartar el sobrenadante.
4. En procesos alternados de agitación y centrifugación, lavar el suelo con 2 porciones de NaOAc 1 N de 33 mL c/u. En cada caso descartar el sobrenadante.
5. Con agitación y centrifugación, lavar el suelo con 3 porciones de 33 mL de alcohol etílico. Evitar que el suelo se seque completamente.
6. Con agitación y centrifugación alternadas, lavar el suelo con 3 porciones de 33 mL de NH_4OAc N pH 7. Guardar el sobrenadante. Llevar a volumen final de 100 mL con NH_4OAc .
7. Determinar por fotometría de llama el contenido de sodio, previa calibración del equipo con patrones de Na en NH_4OAc .
8. Calcular la concentración de Na^+ de acuerdo a la curva de calibración o lectura en el equipo expresada en meq/L o en mg/L (mg/L de Na).

4.6.2.4. Cálculos.

$$\text{CIC (meq/100g)} = \text{meq/L Na leídos en el equipo} \times \frac{A}{Wt} \times \frac{100}{1000}$$

donde: A = volumen total del extracto (mL)

Wt = peso del suelo g

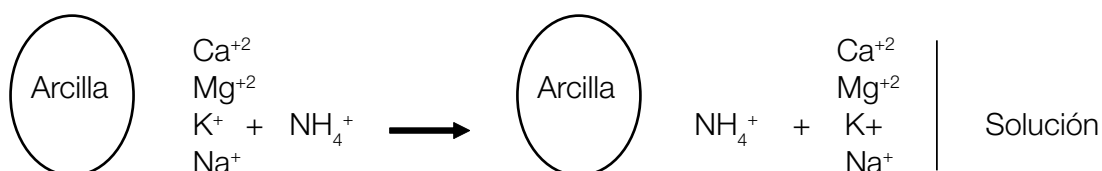
Notas:

1. Este método ha sido desarrollado particularmente para suelos salinos y salino alcalino como también para aquellos que contienen carbonatos de Ca^{+2} y/o Mg^{+2}
2. El lavado con alcohol será suficiente cuando la conductividad eléctrica (CE) sea menor a 40 micromhos/cm.

4.6.3. Determinación de cationes cambiables.

4.6.3.1. Principio.

El extracto preparado durante el proceso de saturación con acetato de amonio para el análisis de la CIC contiene los cationes cambiables del suelo, consistiendo principalmente de: Ca^{+2} , Mg^{+2} , K^+ , Na^+ .



Este extracto amónico se usa normalmente para cuantificar los cationes. Sin embargo, es necesario tener en cuenta ciertas consideraciones.

Cuando se hace la determinación de cationes cambiables en suelos que contienen pequeñas cantidades de sales solubles en agua (bajo valor de CE), los valores obtenidos son bastante correctos, pero cuando se tienen suelos salinos que contienen cationes: Ca^{+2} , Mg^{+2} , K^+ , Na^+ procedentes de las sales depositadas en los suelos, estas cantidades disueltas aumentarán la concentración de cationes cambiables y por lo tanto deben tenerse presentes en el proceso de extracción y en los cálculos.

Por otro lado, es virtualmente imposible lavar estas sales sin producir una perturbación de las proporciones relativas de los cationes cambiables.

Los cationes cambiables o los cationes que están en los sitios de cambio sobre la superficie de los minerales arcillosos son los dominantes del total de los cationes extractables. Por lo tanto, los cambiables pueden ser deducidos por diferencia:

$$\text{Cationes cambiables} = \text{Cationes extractables} - \text{cationes solubles.}$$

Los cationes extractables son medidos en el extracto de acetato de amonio y los solubles en el extracto acuoso. El acetato de amonio a pH 7.0 disuelve considerables cantidades de carbonato de Ca^{+2} y Mg^{+2} cuando los procesos de extracción son prolongados. Por lo tanto este tratamiento no debe ser tomado en cuenta en suelos calcáreos.

Los cationes Ca^{+2} y Mg^{+2} son medidos por:

- a. Espectrofotometría de absorción atómica (AAS). En la determinación de Ca y Mg es necesario la introducción de lantano (1000 mg/L o 0.1 %) para prevenir la formación de compuestos refractarios de Ca y Mg en la llama.
- b. Por titulación del Ca^{+2} y el Mg^{+2} con EDTA (Richards, 1954).

Los cationes Na^{+} y K^{+} por espectrofotometría de emisión (fotómetro de llama) o por absorción (AAS).

4.6.3.2. Reactivos.

1. Soluciones estándares de 1000 mg/L Ca – Mg – K – Na. Diluir las ampollas comerciales de estos elementos de acuerdo a sus instrucciones.
2. Solución de 1000 mg La / L o al 0.1 % usando la sal de La_2O_3 o $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
 - a) Al 0.1 % Disolver 1.1727 g de La_2O_3 en un pequeño volumen de H_2O . Lenta y en forma cuidadosa adicionar 8 mL de HCl concentrado. Agitar. Llevar a volumen de 1 L con H_2O destilada.
 - b) Al 0.1 %. Disolver 2.6738 g de cloruro de lantano ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, pm = 371.38), en un pequeño volumen de H_2O . Lentamente adicionar 8 mL de HCl concentrado. Homogeneizar y llevar a volumen de 1L.

4.6.3.3. Procedimiento.

Calcio y Magnesio por absorción atómica (AAS).

Tomar una alícuota de 1 mL del extracto amónico. Adicionar 9 mL de la solución al 0.1 % de lantano. Leer Ca^{+2} y Mg^{+2} en el equipo de absorción atómica previa calibración con los estándares respectivos.

Cálculos:

$$\text{Ca}^{+2} \text{ o } \text{Mg}^{+2} = \text{mg Ca y/o Mg (en curva calibración o lectura en el equipo)} \times \frac{A}{Wt}$$

Donde: A = volumen total del extracto _
 Wt = peso de suelo

Sodio y Potasio por absorción atómica o por fotometría de llama.

Leer las concentraciones de K^{+} o Na^{+} directamente o en las diluciones. Calibrar el equipo con los estándares respectivos.

Cálculos:

$$K^+ \text{ o } Na^+ = \text{mg de K y/o Na (en curva calibración o lectura en el equipo)} \times \frac{A}{Wt}$$

Donde: A = volumen total del extracto

Wt = peso del suelo

4.6.4. Determinación de la acidez cambiabile.

En suelos con un pH menor a 5.5, y con carga variable en función del pH, las determinaciones se hacen en un extracto del suelo usando la sal neutra KCl.

4.6.4.1. Principio.

La muestra es lavada con la solución no buferada de KCl 1 N, que permite la extracción de la acidez cambiabile (H^+ y Al^{3+}). Esta acidez es cuantificada por titulación siguiendo el método presentado por Yuang. El aluminio puede también ser medido por espectrofotometría de absorción atómica usando una mezcla de aire y gas nitroso.

4.6.4.2. Reactivos.

1. Solución 1 N de cloruro de potasio. Pesar 74.56 g de la sal KCl. Disolver en aproximadamente 500 mL de agua destilada. Dejar que la temperatura se estabilice. Completar a 1L.
2. Solución 0.05 N de hidróxido de sodio. Preparar a partir de una solución 0.1 N de NaOH. Tomar 500 mL de la 0.1 N de NaOH, adicionar agua. Estabilizada la temperatura llevar a volumen de 1 L. Almacenar en frasco plástico protegido del CO_2 . Siempre controlar la normalidad.
3. Ácido clorhídrico 0.05 N. Preparar ácido clorhídrico 0.1 N, por dilución preparar 0.05 N.
4. Indicador fenolftaleína 1%. Disolver 1.0 g de fenolftaleína en 100 mL de etanol.
5. Solución de fluoruro de sodio. Disolver en agua destilada 40 g de fluoruro de sodio por litro.

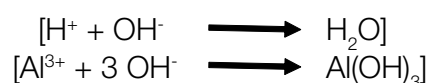
4.6.4.3. Procedimiento.

Extracción

- 1) En un frasco colocar 10 g de suelo y añadir 50 mL de KCl 1 N.
- 2) Agitar durante 30 minutos. Filtrar a un balón volumétrico de 100 mL.
- 3) El residuo sólido es lavado con fracciones aproximadamente de 10 mL de KCl. Después de cada lavado, el residuo debe ser drenado completamente.
- 4) Completar a volumen de 100 mL. Homogeneizar.

Medida de la Acidez Cambiabile ($Al^{3+} + H^+$) por titulación.

Durante este proceso, la reacción que se realiza es:



1. Colocar una alícuota de 25 mL del extracto. Usar frascos de 150 mL.

- Adicionar tres gotas del indicador de fenolftaleína.
- Titular con la base 0.05 N NaOH hasta que la solución se torne color rosado pálido.
- Adicionar 1 gota de fenolftaleína y esperar por 1 minuto. El color debe mantenerse. No titular hasta un color rosado oscuro.
- Llevar un blanco y tratarlo como si fuese una muestra.
- Mantener el extracto titulado para la medida del aluminio.

Cálculos:

$$\text{Acidez cambiante (Al+H)} \frac{\text{meq}}{100\text{g}} = \frac{100 (x - y) N \times \text{Vol extrac}}{\text{alícuota} \times \text{peso suelo}}$$

Donde: $X = \text{mL de NaOH usado}$ $Y = \text{mL de NaOH usado para el blanco}$
 $N = \text{Normalidad del NaOH}$

Medida del Aluminio cambiante.

- A la solución usada para medir la acidez cambiante adicionar una microgota de 0.05 N de HCl. La solución retornará al punto anterior a la titulación final, es decir nuevamente el color será claro.
- Adicionar 10 mL de fluoruro de sodio 1 M para acomplejar al aluminio. Si el aluminio está presente en la solución, ésta retornará al color rosado por efecto de la alcalinización. La ecuación de esta reacción es:



Si la solución no retorna al color rosado no es necesario continuar porque el aluminio cambiante no está presente.

- Titular la solución con HCL 0.05 N hasta que la decoloración sea permanente. La cantidad de ácido adicionado corresponde a la cantidad de aluminio cambiante.
- Tratar el blanco en la misma forma que la realizada para las muestras. Éstos no deberían consumir HCl. La diferencia entre acidez cambiante y aluminio cambiante da los protones (H^+) cambiables.

Cálculos:

$$\text{Aluminio cambiante (Al)} \frac{\text{meq}}{100\text{g}} = \frac{100 (x - y) N \times \text{Vol extrac}}{\text{alícuota} \times \text{peso suelo}}$$

4.6.5. Alternativa a la determinación de la acidez intercambiante.

4.6.5.1. Reactivos.

- Anaranjado de metilo al 0.1 % (indicador). Pesar 0.1 g del indicador y disolver en pequeña cantidad de agua. Una vez disuelto llevar a 100 mL.
- Fenolftaleína al 1 % (indicador). Pesar 1 g de fenolftaleína y disolver en 70 mL de etanol. Una vez disuelto llevar a volumen de 100 mL.
- Solución de NaOH 0.05 N. A partir de una solución 0.1 N, tomar 500 mL de NaOH 0.1 N y completar a 1000 mL.

4.6.5.2. Procedimiento.

Acidez intercambiante. ($\text{Al}^{+3} + \text{H}^+$)

- En un frasco Erlenmeyer de 125 o 150 mL de capacidad, colocar 50 mL del extracto obtenido con KCl 1 N. Adicionar 3 gotas de fenolftaleína al 1 %.

2. Titular con NaOH 0.05 N hasta la aparición de color rosado pálido permanente. Anotar el gasto de NaOH (mL) empleado en la titulación.

Hidrógeno cambiante (H^+).

1. Transferir a un frasco de 150 mL una alícuota de 50 mL del extracto con KCl. Agregar tres gotas del indicador anaranjado de metilo.
2. Titular con 0.05 N de NaOH hasta cuando aparezca un color amarillo permanente en la solución. Registrar el gasto de NaOH 0.05 N.
3. Al intercambiante = acidez intercambiante – H intercambiante.

Cálculos.

Tanto la acidez cambiante ($Al^{+3} + H^+$), como el hidrógeno cambiante se calculan con la siguiente fórmula:

$$\text{Acidez (meq/100g)} = \text{mL de NaOH} \times 0.05 \text{ N} \times \frac{100 \text{ g suelo}}{\text{peso suelo}} \times \frac{100 \text{ mL extract.}}{\text{vol extracto}}$$

4.6.6. Capacidad de Intercambio Catiónico Efectivo (CICE)

Para suelos con pH inferiores a 5.5 y con carga variable dependiente del pH, la medida que determina más exactamente la carga total es el remplazo de los cationes con una sal no amortiguada como el KCl. La suma de los cationes desplazados se ha denominado Capacidad de Intercambio Catiónico efectivo (CICE).

$$CICE = Al^{+3} + Ca^{+2} + Mg^{+2} + K^+$$

Para estos suelos no es conveniente usar los métodos que emplean soluciones amortiguadas con acetato de amonio (NH_4OAc) a un pH 7.0 o con soluciones de bario-trietanolamina a un pH 8.2. Estas soluciones sirven para suelos que tienen poco o nada de carga variable.

4.7. Determinación del nitrógeno total y nitrógeno mineral

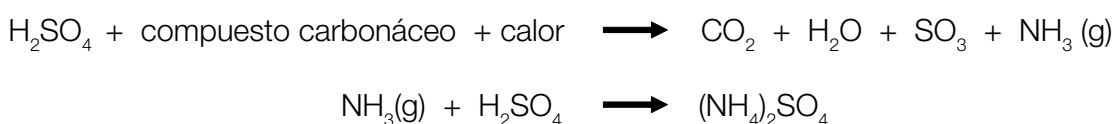
4.7.1. Determinación del nitrógeno total por el método micro-Kjeldahl.

4.7.1.1. Principio.

Un número bastante grande de compuestos nitrogenados son encontrados en los suelos, y para su análisis en los suelos el método clásico es el procedimiento Kjeldahl. En el transcurrir de los años se han probado diferentes modificaciones para mejorar o remplazar el procedimiento Kjeldahl. Sin embargo, el procedimiento clásico se mantiene como estándar.

En éste método la muestra sufre un proceso de digestión con una mezcla catalizadora que contiene H_2SO_4 y K_2SO_4 . La digestión se realiza en presencia de calor y se usa un balón de cuello alargado.

La presencia del H_2SO_4 cumple con la finalidad de destruir el material carbonáceo, liberando el N en la forma de NH_3 y a la vez captura el NH_3 y forma un compuesto del tipo $(NH_4)_2SO_4$. Siguiendo la siguiente reacción:



El K_2SO_4 usado sirve para elevar el punto de ebullición del H_2SO_4 , acelerar la reacción y prevenir las pérdidas de N por volatilización. La mezcla catalizadora acelera la reacción del H_2SO_4 con los compuestos orgánicos.

El cuello alargado del balón Kjeldahl sirve como un condensador para prevenir las pérdidas del H_2SO_4 . Una pérdida excesiva del líquido en el balón, de tal forma que el contenido interno presenta la apariencia de estar seco, puede producir pérdidas del N, de acuerdo a la siguiente ecuación:



Cuando el proceso de digestión se inicia, la mezcla de muestra y solución de ataque se vuelve oscura (negra). Esto es causado por la formación de compuestos de carbón. Pero, como el proceso continúa, el material oscuro desaparece a medida que el carbono es oxidado a CO_2 con la consiguiente reducción del H_2SO_4 a H_2O y formación de gases sulfurosos. Por lo tanto, un sistema de escape es necesario para la remoción de éstos. Una coloración clara de toda la mezcla es un indicador de que todos los compuestos nitrogenados han sido destruidos.

Un sistema de destilación es usado para realizar la determinación cuantitativa del $(NH_4)_2SO_4$ (o nitrógeno) en la solución que ha sufrido la digestión. Una cantidad de NaOH es adicionada en el proceso de destilación y tiene la finalidad de neutralizar el H_2SO_4 no usado durante la digestión y a la vez dar un carácter alcalino a la solución y el N puede ser así liberado en la forma de NH_3 de este sistema alcalino. La ecuación de neutralización es:



El condensador usado en el sistema de destilación sirve para enfriar el flujo gaseoso, el cual reacciona con el NH_3 para formar NH_4OH de acuerdo a la siguiente reacción:



El $NH_4(OH)$ destilado es recolectado en una solución ácida (ácido bórico), de tal forma que se produce la siguiente reacción:



El pH del ácido bórico (ac. débil), es menor que 5.0, pero como el $NH_4(OH)$ es destilado dentro de la solución de ácido bórico, el pH de la solución tiende a incrementarse. La presencia de un indicador disuelto en el ácido bórico cambiará de color a medida que la solución se hace más alcalina.

El ácido bórico más la mezcla de la solución destilada es titulada con un ácido, HCl o H_2SO_4 , de normalidad conocida, hasta que el indicador muestre un cambio a su coloración inicial. La reacción es:



Los miliequivalentes (meq) de ácido usados en esta titulación son iguales a los meq de N en la muestra de suelo.

4.7.1.2. Materiales

1. Balones de destilación tipo micro kjeldahl de 100 mL capacidad.
2. Unidad de digestión micro kjeldahl.
3. Unidad de destilación micro kjeldahl (ver figura).
4. Frascos Erlenmeyer y buretas para titulación.

4.7.1.3. Reactivos

1. Sulfato de potasio - mezcla catalizadora: Preparar una mezcla de 150 g de K_2SO_4 , 10 g de $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ y 1.0 g de selenio. Pulverizar los reactivos en forma separada antes de mezclar y moler la mezcla en un mortero.
2. Ácido sulfúrico (H_2SO_4) Q.P.
3. Hidróxido de sodio (NaOH) 10 N. Disolver 400 g de NaOH en 700 ml. de agua destilada. Enfriar llevar a volumen de 1000 mL. Disolver 1.0 g de fenolftaleína.
4. Ácido bórico (H_3BO_3) al 2 %. Disolver 20 g de H_3BO_3 en 900 mL de agua destilada. Adicionar 20 mL del indicador que es una solución que contiene: 0.99 g de verde de bromocresol y 0.66 g de rojo de metilo, disueltos en 100 mL. de etanol al 95 %. Llevar la solución de ácido bórico a volumen de 1000 mL. Ajustar a un color violeta mediante la adición de 0.1 N de NaOH o HCl de acuerdo a la necesidad.
5. Ácido clorhídrico (HCl) o ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0.02 N.

4.7.1.4. Procedimiento

1. En un balón micro Kjeldahl de 100 mL colocar 1.0 g de muestra de suelo (TFSA).
2. Adicionar 1.0 g de muestra catalizadora.
3. Adicionar 3 mL de H_2SO_4 concentrado.
4. Calentar en la unidad de digestión hasta que el color de la solución sea claro.
5. Dejar enfriar, adicionar agua destilada para dar volumen (+/- 15 mL).
6. Llevar a la unidad de destilación. Adicionar por el tubo de seguridad NaOH que contiene fenolftaleína hasta que la solución cambie a color rojo claro (indicación de la neutralización de la acidez). Iniciar el proceso de destilación, recibiendo en 10 mL de H_3BO_3 . El tiempo de destilación es de 3 - 5 minutos.
7. Titular el destilado con HCl o H_2SO_4 estandarizado.

4.7.1.5. Cálculos:

meq de N en muestra = $\frac{\text{mL de ácido gastados}}{\text{en la titulación}} \times \frac{\text{normalidad del ácido}}{\text{usado en la titulación}}$

% N = meq de N en muestra $\times 0.014 \times 10$

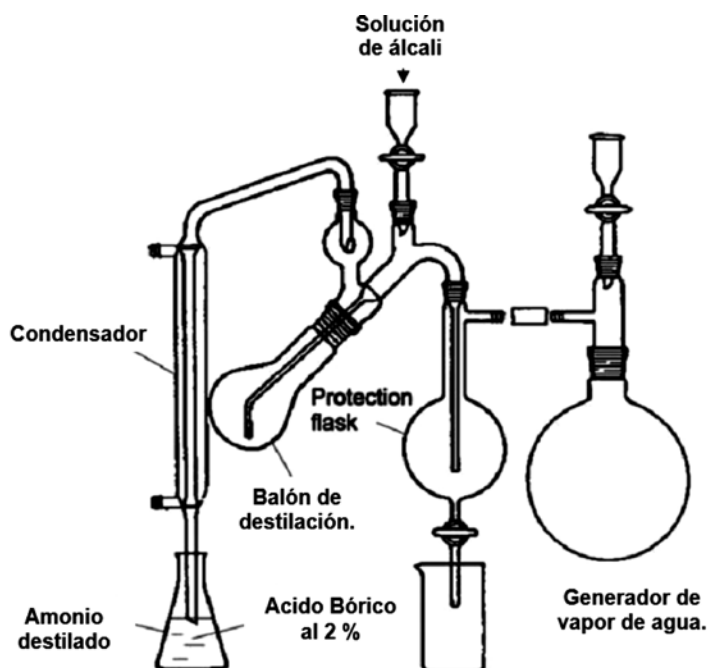


Figura 18: Unidad de destilación micro-Kjeldahl

4.7.2. Determinación del nitrógeno mineral: N-NH₄ y N-NO₃

El N-mineral, generalmente es determinado mediante la extracción con una solución neutra como el KCl en una determinada relación suelo: solución. Posteriormente, el amonio (NH₄⁺), nitrato (NO₃⁻) más el nitrito (NO₂⁻) son determinados por destilación del NH₃ usando MgO calcinada cuando se determina NH₄⁺ y aleación de Devarda para NO₃⁻ (Beremmer and Keeney, 1965).

Además de los procedimientos de destilación, otros investigadores han dado a conocer métodos colorimétricos para la determinación del N-NH₄ y N-NO₃ en los suelo.

Es recomendable hacer la determinación de estas formas de nitrógeno sobre muestra fresca, es decir tan pronto como éstas lleguen al laboratorio.

4.7.2.1. Métodos de destilación.

La solución de KCl 1 M es usada como agente extractante tanto para el NH₄⁺ como para el NO₃⁻.

Reactivos.

1. KCl 1 M: 74.5 g/L.
2. Polvo de MgO.
3. Aleación de Devarda.
4. Indicador: mezclar volúmenes iguales de rojo de metilo al 0.66 % y verde de bromocresol al 0.99 % en etanol al 96 %.
5. Ácido bórico al 2 % en agua destilada conteniendo 10 mL del indicador por litro.
6. HCl 0.01 N.

Extracción.

En un frasco Erlenmeyer de 100 mL agitar 20 g de suelo con 40 mL de 1 N KCl por 1 hora. Luego filtrar.

Determinación del N-NH₄

1. En un balón de destilación de 250 mL colocar 15 mL del extracto. Adicionar 25 mL de agua destilada y 2 – 3 gotas del indicador fenolftaleína.
2. Justo antes de iniciar la destilación adicionar polvo de MgO calcinada (puede ser reemplazada por NaOH 10 N) hasta mostrar el color rosa de la fenolftaleína.
3. En un vaso de 100 mL colocar 10 mL de ácido bórico al 2 % y colocarlo en el tubo de destilación.
4. Después de 5 minutos de destilación, titular el destilado con HCl 0.01 N.
5. Expresar los resultados sobre la base de muestra seca al aire.

Determinación del N-NO₃

1. Al residuo de la destilación anterior adicionar unos 5 g de aleación de Devarda.
2. Iniciar la destilación. Los nitratos son reducidos a N-NH₄.
3. Recibir el destilado en ácido bórico al 2 % y que contiene el indicador.
4. Terminada la destilación titular con HCl 0.01 N.
5. Expresar los resultados en base a suelo seco.

4.7.2.2. Métodos de colorimetría.

Determinación del N-NH₄

Reactivos.

1. Solución extractante: KCl 1 N. Pesar 74.5 g de la sal KCl y disolver en 1000 mL de agua destilada.
2. Solución de NaOH: Disolver 27 g de NaOH, 3 g de EDTA-Sódico y 5 g de acetato de sodio en 1000 mL de agua destilada. Almacenar en frasco de polietileno.
3. Solución de fenol básico. El día que se va utilizar, adicionar 12 mL de fenol líquido de 90 % a 250 mL de la solución de NaOH preparada anteriormente.
4. Solución de NaClO (solución clorox): mezclar 1 parte de NaClO al 5.25 % (lejía) con 4 partes de agua destilada.
5. Solución de superfloc 127 (la misma solución que se usa en materia orgánica por colorimetría).
6. Solución stock de amonio: Preparar solución de 1000 mg/L de N-NH₄⁺, pesando 3.819 g de NH₄Cl en 1 L de agua destilada. A partir de esta solución preparar Standard de trabajo: 0 – 5 – 10 – 15 – 20 – 25 – 30 mg/L de N-NH₄⁺ en la solución extractante.

Procedimiento.

Extracción del amonio del suelo:

1. Pesar 2.5 g de suelo a humedad de campo.
2. Agregar 20 mL de solución KCl 1 N.
3. Agitar por 10 minutos.
4. Adicionar 5 mL de superfloc 127. Agitar suavemente para mezclar el superfloc con el suelo.
5. Dejar en reposo un minuto o más, filtrar a través de filtro Whatman N° 1 o su equivalente.
6. Usar una alícuota de 3 mL del extracto para el análisis. Seguir el procedimiento igual que para la curva.

Desarrollo de la curva:

1. Tomar 3 mL de los estándares.
2. Agregar 4 mL de la solución fenol básica. Realizar una agitación constante en el Vortex.
3. Adicionar 10 mL de la solución de clorox, agitar constantemente.
4. Dejar en reposo por 20 minutos como mínimo pero no más de dos horas. Leer la absorbancia a $\lambda = 630$ nm.

Cuadro 5: Relación entre concentración de N-NH₄⁺ y absorbancia

Estándar mg/L	Alícuota mL	N-NH ₄ ⁺ mg/L	Absorbancia
0.0	3.00	0.00	0.00
5.0	3.00	0.88	
10.0	3.00	1.76	
15.0	3.00	2.65	
20.0	3.00	3.53	
25.0	3.00	4.41	
30.0	3.00	5.30	

Determinación de Nitratos (N-NO₃⁻).

Reactivos.

1. Solución extractora: K₂SO₄ 0.34 M (60 g / L).
2. NaOH 4 N: 160 g/L. De preferencia preparar el mismo día.
3. Ácido salicílico / H₂SO₄ al 5 %: 5 g de ácido salicílico disolver en 95 mL de H₂SO₄ Q.P. Agitar por 30 minutos para disolver completamente. Preparar un día antes del análisis. Este reactivo es estable por una semana.
4. Solución stock de Nitratos: disolver 7,2227 g de KNO₃ / L de agua destilada. La concentración es de 1000 mg/L de N-NO₃⁻ / L. De la solución stock preparar solución de trabajo de 50 mg/L de N-NO₃⁻, a partir de la cual preparar soluciones de: 0 – 2 – 4 – 6 – 8 – 10 – 12 – 16 – 32 mg/L de N-NO₃⁻. Es estable por un mes.

Procedimiento.

Extracción de NO₃ del suelo:

1. Pesar 10 g de suelo a humedad de campo.
2. Adicionar 20 mL solución extractante.
3. Agitar por 30 minutos. Filtrar en papel fino.
4. Tomar alícuota de 0.5 mL para realizar análisis y seguir el procedimiento indicado para la curva.

Desarrollo de curva:

1. Tomar una alícuota de 0.5 mL de cada estándar y ponerlas en tubos de 20 – 30 mL.
2. Durante la agitación, agregar 1 mL de solución de ácido salicílico.
3. Dejar en reposo por 30 minutos.
4. Mediante agitación constante adicionar 10 mL de NaOH 4 N. Reacción exotérmica.
5. Dejar en reposo hasta enfriamiento. Leer absorbancia a 410 – 420 nm.
6. Realizar cálculos. Referirse a muestra seca.

Cuadro 6: Relación entre concentración de N-NO₃⁻ y absorbancia

Estándar mg/L	Alícuota mL	N-NO ₃ ⁻ mg/L	Absorbancia
0	0.50	0.00	0.00
2.0	0.50	0.08	
4.0	0.50	0.17	
6.0	0.50	0.26	
8.0	0.50	0.35	
10.0	0.50	0.43	
12.0	0.50	0.52	
16.0	0.50	0.69	

Cálculos.

N-NO₃ en el suelo:

N-NO₃ (mg/L) = lectura en curva X FD

$$FD = \frac{\text{vol. extractante}}{\text{peso suelo}} \times \frac{\text{vol. final de color}}{\text{alícuota}}$$

4.8. Determinación de fósforo en el suelo.

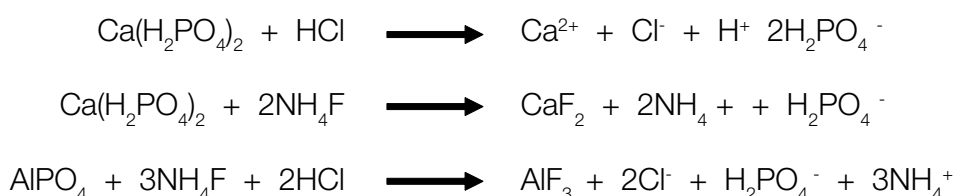
4.8.1. Fósforo disponible.

4.8.1.1. Principio.

A través de los años una gran cantidad de investigaciones se han realizado para poder estimar el fósforo disponible en los suelos como base para hacer las recomendaciones de fertilización.

En suelos ácidos los compuestos dominantes de fósforo son los de aluminio, hierro y manganeso; mientras que en suelos alcalinos lo son los fosfatos de calcio y magnesio. Esta química del fósforo ha hecho que se desarrollen diferentes extractantes en el análisis del fósforo disponible. Una vez que el fósforo ha sido extractado, la determinación en la solución se da con un procedimiento de tipo analítico.

El Dr. Bray desarrolló diferentes investigaciones sobre extractantes en suelos ácidos. Los más ampliamente conocidos son extractantes ácidos a base de NH_4F y HCl en diferentes concentraciones. De acuerdo a esto, las reacciones con estos extractantes pueden ser resumidas de la siguiente manera:



Además de estos extractantes, se ha trabajado con extractantes doblemente ácidos del tipo H_2SO_4 y HCl y que son utilizados para suelos de baja capacidad de intercambio catiónico, con presencia de caolinitas y fosfatos de aluminio y hierro.

Para suelos alcalinos, el Dr. Olsen trabajó con el extractante bicarbonato de sodio (NaHCO_3) en el cual el ion bicarbonato tiende a capturar al calcio, manteniendo al fosfato en solución. La ecuación que corresponde a esta reacción es:



Para remover la coloración orgánica en los extractos se recomienda el uso de carbón activado. Para cuantificar la cantidad de fósforo en el extracto hay diferentes métodos disponibles, se indican sólo los más comunes.

4.8.1.2. Reactivos.

Soluciones para extractantes ácidos.

1. Bray I (0.03N NH_4F en 0.025N HCl). Disolver 1.11 g de fluoruro de amonio en 900 mL de agua destilada pura. Adicionar 2.16 mL de HCl (sp. g 1,19 ; 37,5 %). Diluir a 1000 mL. Almacenar en frascos de polietileno.
2. Bray II (0.03N NH_4F en 0.1N HCl). Disolver 1.11 g de fluoruro de amonio en 900 mL de agua destilada pura. Adicionar 8.3 mL de HCl (sp.g. 1.19; 37.5 %). Diluir a 1000 mL. Almacenar en frascos de polietileno.
3. Extractantes doblemente ácidos (0.025N H_2SO_4 en 0.05N HCl). 4 mL de HCl concentrado y 0.7 ml de H_2SO_4 concentrado. Diluir a 1000 mL con agua destilada.

Solución extractante alcalino.

Olsen (0.5M NaHCO₃, pH 8.5). Disolver 42.0 g de bicarbonato de sodio en más o menos 950 mL de H₂O de muy buena calidad. Ajustar el pH a 8.5 con 10 N NaOH. Llevar a volumen final de 1 L.

Soluciones para el desarrollo de color: extracciones ácidas.

1. Stock de molibdato de amonio (SMA). Disolver 60 g de molibdato de amonio [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O], en 200 mL de agua destilada caliente (60 °C), luego dejar enfriar. Disolver 1.455 g de tartrato doble de antimonio y potasio en la solución de molibdato. Lentamente adicionar 700 mL de H₂SO₄ Q.P. Enfriar y diluir con agua a 1 L. Almacenar en frasco oscuro y en refrigeración.
2. Stock de ácido ascórbico (SAA). Disolver 132 g de ácido ascórbico en agua destilada y diluir a 1 L. Almacenar en frasco oscuro y bajo refrigeración.
3. Solución de trabajo para desarrollo de color. Se prepara la cantidad necesaria y justa antes de trabajar. Para 1 L: adicionar 25 mL de la solución SMA a +/- 800 mL de agua pura, mezclar y luego adicionar 10 mL de la solución SAA. Enrasar a 1 L.

Soluciones para el desarrollo de color: extracción alcalina.

1. Stock sulfo molibídica (SSM). Disolver 1.0 g de molibdato de amonio [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O] en +/- 800 mL de agua pura. Disolver 0.024 g de tartrato doble de antimonio y potasio (KSbO₃·C₄H₄O₆). Mezclar ambos. Adicionar 16 mL de H₂SO₄ concentrado. Enfriar y llevar a volumen de 1 L. Almacenar en frasco oscuro y bajo refrigeración.
2. Solución de trabajo para desarrollo de color. Se prepara la cantidad necesaria y justo antes de trabajar. Para 1 L: a 1000 mL de la SSM adicionar 1.0 g de ácido ascórbico (C₆H₈O₆). Homogeneizar. La solución debe ser completamente clara.

Solución estándar.

1. Solución stock de 1000 mg de P/ L (1000 mg/L P). Disolver 4.3936 g del reactivo KH₂PO₄, secado, en una cantidad mínima de agua. Llevar a volumen de 1000 mL con el extractante respectivo.
2. Para Bray. A partir de la solución de 1000 mg/L de P preparar solución de 50 mg/L de P: tomar alícuota de 12.5 mL de la solución de 1000 mg/L de P y llevar a volumen de 250 mL
De la solución de 50 mg/L de P tomar alícuotas de: 2.5, 5.0, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0, 50.0 mL y diluir cada una de ellas a 250 mL. Las concentraciones resultantes son: 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 y 10.0 mg/L de P. Con éstas se determina la curva patrón de P.
3. Para Olsen. Solución estándar patrón de trabajo. A partir de la solución stock de 1000 mg de P/L, preparar por dilución la solución estándar de trabajo de 10 mg de P/L (10 mg/L.P) con la solución extractante respectiva. A partir de la solución de 10 mg/L de P preparar soluciones de: 1.0, 2.0, y 3.0 mg/L de P.

4.8.1.3. Procedimiento.

Extracción ácida: Bray I, Bray II.

1. Pesar 2 g de suelo y colocarlo en un frasco de 50 mL.
2. Adicionar 20 mL del extractante correspondiente.
3. Agitar por 1 minuto. Filtrar a través de papel Whatman No. 2.

4. Si el filtrado no es claro, refiltrar.
5. Usando el dilutor dispensador colocar simultáneamente 2 mL de alícuota del filtrado y 18 mL de la solución de trabajo.
6. Después de 10 minutos de desarrollo de color leer % de transmitancia a 660 nm de longitud de onda. El color es estable por dos horas.
7. En forma paralela se prepara una serie de patrones de acuerdo al siguiente cuadro:

Cuadro 7: Relación entre la concentración de mg de P/L y la transmitancia

Sol std de P mg/L	mL a tomar de la sol std P	mL de sol de trabajo	Concentración mg de P/L	Transmitancia (%) $\lambda = 660 \text{ nm}$
0.0	2.0	18.0	0.0	100
0.5	2.0	18.0	0.05	
1.0	2.0	18.0	0.1	
2.0	2.0	18.0	0.2	
4.0	2.0	18.0	0.4	
6.0	2.0	18.0	0.6	
8.0	2.0	18.0	0.8	

Cálculos:

mg/L de P = mg/L de P en la curva x FD

$$FD = \frac{\text{vol. ext.}}{\text{peso suelo}} \times \frac{\text{vol. final color}}{\text{alícuota}}$$

Extracción doble ácido.

1. Colocar 2 g de suelo en un frasco de extracción (Adicionar 100 mg de carbón activado libre de fósforo).
2. Adicionar 20 mL de la solución extractora.
3. Agitar por 5 minutos. Filtrar.
4. En un tubo colocar una alícuota de 2 mL del extracto. Adicionar 8 mL de la solución de trabajo para desarrollo de color. Homogeneizar.
5. Después de 10 minutos leer transmitancia en el espectrofotómetro a 660 nm de longitud de onda.
6. En forma paralela preparar serie de patrones tal como se indicó para Bray.

Extracción con NaHCO_3 (Olsen).

1. En un frasco de agitación colocar 2 g de suelo. Adicionar 100 mg de carbón activado.
2. Adicionar 20 mL del extractante NaHCO_3 0.5 M, pH. 8.5.
3. Agitar por 30 minutos. Filtrar.
4. En un tubo colocar una alícuota de 3 mL del extracto. Adicionar 10 mL de la solución de trabajo de desarrollo de color. Homogeneizar.
5. Después de 10 minutos leer transmitancia en el espectrofotómetro a 660 nm de longitud de onda.
6. En forma paralela y a partir del estándar de 10 mg/L de P, preparar serie de estándares de: 0 - 1 - 2 - 3 mg/L de P en el extractante. De cada uno de ellos tomar la alícuota y desarrollar color de acuerdo al siguiente cuadro:

Cuadro 8: Relación entre la concentración de mg de P/L y la transmitancia

Sol std de P mg/L	mL a tomar de la sol std P	mL de sol de trabajo	Vol. final mL	Concentración mg de P/L	Transmitancia (%) $\lambda = 660 \text{ nm}$
0.0	3.0	10.0	13.0	0.0	100
1.0	3.0	10.0	13.0	0.23	
2.0	3.0	10.0	13.0	0.46	
3.0	3.0	10.0	13.0	0.69	

Cálculos:

La concentración de fósforo en la solución coloreada se calcula en relación a su transmitancia y al valor de concentración en la serie de patrones; luego referirse al peso de suelo, volumen de extractante y alícuota usada:

mg/L de P en suelo = mg/L en la curva) x FD

$$FD = \frac{\text{vol. ext.}}{\text{peso suelo}} \times \frac{\text{vol. final color}}{\text{alícuota}}$$

Nota:

El método original del bicarbonato de sodio, fue desarrollado y descrito por Olsen et al. (1954), e involucraba el uso de carbón en el reactivo de extracción para eliminar el color originado por la solubilización de la materia orgánica. Posteriormente el procedimiento fue modificado eliminando el uso del carbón (Murphy and Riley, 1962; Watanabe and Olsen, 1965; Olsen and Sommers, 1982). En la modificación del método, una solución conteniendo molibdato de amonio, ácido ascórbico y una pequeña cantidad de tartrato de antimonio es usado para el desarrollo de color.

La cantidad de P extraído de un suelo depende del pre tratamiento de la muestra, la frecuencia de agitación, tiempo y temperatura durante el proceso de extracción. Todo esto indica que las condiciones de pretratamiento y agitación deben ser estandarizados.

Si durante el desarrollo de color la solución es de intensidad más oscura que el estándar más alto, se recomienda tomar una alícuota más pequeña que debe ser tomada en cuenta durante los cálculos finales. Una vez que el color azul ha sido desarrollado la solución no debe ser diluida.

El material de vidrio usado en la determinación de P, no debe ser lavado con detergentes dado que la gran mayoría de ellos contienen P.

Durante la lectura del color en el espectrofotómetro, se debe tener en cuenta que la densidad de los tubos de vidrio puede variar, por esta razón es mejor usar los mismos tubos (cubetas) para cada lectura de absorbancia en el espectrofotómetro.

4.8.2. Determinación de fósforo y otros elementos.

4.8.2.1. Principio.

Agro Service International (ASI) describe el siguiente extractante: 0.25 N NaHCO_3 – 0.01 M EDTA – 0.01 N NH_4F utilizado para la determinación de fósforo y otros elementos como potasio, cobre, hierro, manganeso y zinc.

4.8.2.2. Reactivos.

Solución para extractante.

1. Extractante. Disolver 21 g de NaHCO_3 , 3.72 g de EDTA-Na y 0.37 g de NH_4F en agua destilada. Llevar a volumen final de 1 litro.
2. Solución de superfloc, 0.5 g/L.

Solución para el desarrollo de color A.

1. En un vaso de 1 litro colocar 0.45 g de trióxido de antimonio. Adicionar 5 mL de HCl concentrado para disolver el antimonio. Adicionar 300 mL de agua destilada (la solución se torna lechosa).
2. Colocar el vaso en un baño de agua fría y mientras se agita adicionar 95 mL de H_2SO_4 . Dejar enfriar.
3. En un segundo vaso disolver 7.5 g de molibdato de amonio en 300 mL de agua destilada.
4. Cuando ambas soluciones están frías, mezclar ambas y llevar a volumen de 1 litro. La solución puede guardarse en refrigeración por varios días.

Solución para el desarrollo de color B.

1. Disolver 4 g de gelatina libre de fósforo en 500 mL de agua caliente.
2. Adicionar esta gelatina a 3 litros de agua. Adicionar 37 mL de H_2SO_4 . Llevar a volumen de 5 litros. Esta solución debe ser preparada cada 3 días.

Solución para el desarrollo de color C.

El día que se va a usar: adicionar 150 mL de solución A a un litro de la solución B. Adicionar 1 g de ácido ascórbico, mezclar para disolver.

4.8.2.3. Procedimiento.

Extracción del fósforo.

1. En un frasco colocar 2.5 mL de suelo. Adicionar 20 mL del extractante.
2. Agitar por 10 minutos.
3. Adicionar 5 mL de superfloc 127. Agitar para mezclar. Dejar en reposo 1 o 2 minutos.
4. Filtrar.

Desarrollo de color.

1. Tomar alícuota de 1 mL del filtrado.
2. Adicionar 9 mL de agua destilada y 10 mL de solución de color C.
3. Mezclar. Dejar en reacción por 30 minutos.
4. Leer la absorbancia a 680 nm de longitud de onda.
5. El color es estable por varias horas.

Estándares de lectura.

1. Estándar de 1000 mg/L de P. Disolver 4.07 g de la sal $\text{CaH}_4(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ en 500 mL de agua destilada. Adicionar 5 mL de HCl. Llevar a volumen de 1 litro.
2. Preparar serie de estándares de fósforo:
 - a) Estándar 1 0.0 mg de P/L
 - b) Estándar 2 10.0 mg de P/L
 - c) Estándar 3 20.0 mg de P/L

Todos los estándares son preparados en la solución extractora y desarrollados en la misma forma que la alícuota de la muestra.

4.8.3. Determinación del fósforo Total.

4.8.3.1. Principio.

La fracción de P disponible para la planta es solo una pequeña parte del P total. La determinación del P total involucra digestión de la muestra de suelo empleando un ácido fuerte para producir disolución de todas las formas insolubles inorgánicas y orgánicas de P. Esta medida de P total es sólo usada para estudios de génesis o de mineralogía de los suelos. (Olsen and Sommers, 1982).

4.8.3.2. Equipos.

1. Espectrofotómetro o colorímetro.
2. Plancha de digestión.
3. Agitador de tubos, y otros materiales de laboratorio.

4.8.3.3. Reactivos

1. Acido perclórico (HClO_4), 60%.
2. Molibdo - vanadato de amonio en HNO_3 Q.P.
 - a) Disolver 22.5 g de heptamolibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ en 400 mL de H_2O .
 - b) Disolver 1.25 g metavanadato de amonio (NH_4VO_3) en 300 mL de H_2O ligeramente caliente (b).
 - c) Adicionar (b) sobre (a) en un frasco volumétrico de 1 L. Dejar que la mezcla enfrie a temperatura del ambiente.
 - d) Lentamente adicionar 250 mL de HNO_3 concentrado a la mezcla, enfriar la solución a temperatura del ambiente, diluir a 1 L con H_2O .
3. Solución stock Standard.
 - a) Secar 2.5 g la sal KH_2PO_4 en una estufa a 105°C por 1 hora, enfriar en un desecador.
 - b) Disolver 0.4393 g la sal secada KH_2PO_4 en H_2O destilada. Llevar a volumen de 1 L. Esta solución contiene 100 mg/L P (Solución stock).
 - c) Preparar una serie de soluciones standard a partir de la Solución stock en la siguiente secuencia: diluir 0, 1, 2, 3, 4, y 5 mL de la Solución stock para un volumen final de 50 mL en agua. Esta solución contiene: 0, 2, 4, 6, 8, y 10 mg/L P, respectivamente.

4.8.3.4. Procedimiento.

Digestión:

1. Pesar 2 g de TFSA en un frasco de 250 mL.
2. Adicionar 30 mL de HClO_4 al 60 % más algunas granallas de vidrio. Homogeneizar.
3. Calentar lentamente a 100°C .
4. Lentamente incrementar la temperatura a 180°C y proseguir la digestión hasta la aparición de humos blancos de ácido. Adicionar una pequeña cantidad de HClO_4 , como extra, para lavar las paredes del frasco.
5. Continuar el calentamiento hasta ebullición por 15 a 20 minutos más. A este estado, el material insoluble se vuelve claro como la arena. La digestión total con HClO_4 generalmente requiere de 40 a 60 minutos.
6. Enfriar la mezcla. Adicionar H_2O destilada para tener un volumen de 250 mL. Homogeneizar. Filtrar.

Nota:

Si las muestras son altas en materia orgánica adicionar 20 mL de HNO₃ antes del paso 2 y lentamente calentar para oxidar la materia orgánica.

Lectura del fósforo.

1. Tomar alícuota de 20 mL de la digestión en un frasco volumétrico de 50 mL.
2. Adicionar 10 mL de la solución molibdo - vanadato de amonio y diluir a volumen de 50 mL empleando H₂O destilada.
3. Preparar la serie de estándares de acuerdo a la siguiente secuencia:
 - a) De cada uno de las soluciones estándares tomar alícuota de 5 mL y continuar como si fuesen muestras.
 - b) Llevar un blanco.
 - c) Después de 10 minutos leer: blanco, estándares y muestras a $\lambda = 410 \text{ nm}$.
4. Preparar la curva de calibración de los estándares: absorbancia vs. las respectivas concentraciones de P.

Cálculos:

$$\text{Total P (mg/kg)} = \text{mg P en curva} \times A / Wt \times 50 / V$$

Donde: A = Volumen (mL) total de digestión.
Wt = Peso de TFSA (g)
V = Alícuota (mL) usados para el desarrollo de color.

4.9. Determinación de potasio en el suelo

Conjuntamente con el N y el P, el K es de vital importancia en la producción de los cultivos. Muchos suelos contienen relativamente grandes cantidades de K total (1 a 2 %) como componentes de minerales relativamente insolubles; sin embargo solo una pequeña fracción (aproximadamente 1 %) está presente en una forma disponible para las plantas, esto es el soluble en agua y el K cambiante y rutinariamente es medido en los laboratorios.

4.9.1. Potasio extractable.

4.9.1.1. Principio.

Esta fracción del K que es la suma del K soluble en agua más el K cambiante, es extraído mediante la solución de una sal neutra que reemplaza a los cationes presentes en el complejo de cambio, por lo tanto la concentración del catión determinado por este método es referido como cambiante para suelos no calcáreos. Para suelos calcáreos el catión es referido como cambiante más soluble.

4.9.1.2. Equipos.

1. Equipo de espectrofotometría (fotómetro de llama o absorción atómica).
2. Equipo de centrifuga.
3. Agitador mecánico.

4.9.1.3. Reactivos.

1. Solución de acetato de amonio (NH₄OAc) 1 N.

- a) Adicionar 57 mL de ácido acético (CH_3COOH) a 800 mL de agua destilada, luego adicionar 68 mL de hidróxido de amonio concentrado.
 - b) Ajustar a pH 7.0 adicionando ácido acético o hidróxido de amonio. Llevar a volumen de 1 litro con agua destilada.
2. Soluciones estándar de K. Preparar de acuerdo al manual del equipo. La solución estándar para medir K soluble en agua deben ser preparado con agua destilada y la de K extractable debe ser preparada con acetato de amonio.

4.9.1.4. Procedimiento.

1. Pesar 5 g de suelo y colocarlo dentro de un tubo de centrífuga de 50 mL. Adicionar 33 mL de solución acetato de amonio. Agitar por 5 minutos en el agitador mecánico. Los tubos deben estar tapados con tapones de jebes o polietileno. No usar otro tipo porque induce a errores.
2. Centrifugar hasta que el líquido sobrenadante sea claro. Colectar el líquido en un frasco volumétrico de 100 mL. Es recomendable filtrar para excluir cualquier partícula.
3. Repetir el proceso por dos veces más y colectar el líquido. Llevar a volumen final de 100 mL.
4. Medir el K extractable en el espectrofotómetro. Expresar el contenido de K en el suelo en términos de mg de K extractable/kg.

4.9.2. Potasio soluble en agua destilada.

4.9.2.1. Procedimiento.

1. Pesar 5 g de suelo y colocarlo dentro de un frasco de 250 mL. Adicionar 100 mL de agua destilada.
2. Agitar en agitador mecánico durante 1 hora.
3. Filtrar y medir el K en el espectrofotómetro.

Cálculos:

$$\text{K-soluble} = \frac{\text{lectura en equipo mg de K} \times \text{vol. extracto.}}{\text{peso de suelo}}$$

4.10. Determinación del azufre en el suelo

Existen varios enfoques para medir la cantidad de azufre en los suelos. El procedimiento de precipitación como sulfato de bario es el más rápido pero es el más expuesto a errores (Bornemisza, 1990). En esta metodología se hace precipitación del SO_4 con bario resultando una turbidez medible de la solución.

Con el cuidado necesario este método puede ser preciso y rápido, siendo posible adaptarlo a equipos de análisis automáticos. Como solución extractora generalmente se recomienda el uso de la sal fosfato de calcio ($\text{Ca}[\text{H}_2\text{PO}_4]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) disuelto en agua destilada sola o con la adición de ácido acético glacial o la adición de ácido clorhídrico.

4.10.1. Primera alternativa

4.10.1.1. Reactivos.

1. Solución extractante: disolver 2.03 g de ($\text{Ca}[\text{H}_2\text{PO}_4]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) fosfato de calcio en aproximadamente 800 mL de agua. A esta solución adicionar 1 mL de HCl concentrado. Mezclar y llevar a 1 litro.

Nota:

Esta solución de fosfato de calcio también sirve para extraer el Boro disponible en el suelo.

2. Solución de superfloc127. Disolver en el agua destilada 0.5 g de superfloc y llevar a volumen de 1 L. De esta tomar 100 mL y llevar a volumen de 1 L. La solución contendrá: 0.05 g/L.
3. Solución de semilla ácida. Preparada de la siguiente forma:
Mezclar 65 mL de HNO_3 en 500 mL de agua, más 250 mL de ácido acético glacial, más 5 g de polyvinylpirolidone (PVPK 30) que ha sido disuelto en 120 mL de agua, más 2 mL de una solución de 1000 mg de $\text{S-SO}_4/\text{L}$. Llevar a 1 L con agua destilada.
4. Solución de cloruro de bario ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Disolver 150 g de la sal en 1 litro de agua destilada.
5. Disolver 5.43 g de sulfato de potasio (K_2SO_4) en agua destilada y diluir a 1 L. Esta solución contiene 1000 mg/L de S.
A partir de la solución de 1000 mg de S (1000 mg/L), preparar por dilución en agua una solución de 100 mg de S. A partir de esta solución, preparar una serie de estándares de S en la solución extractante fosfato de calcio y de las siguientes concentraciones: 0.0 - 10.0 - 20.0 - 30.0 - 40.0 mg de $\text{S-SO}_4/\text{L}$

4.10.1.2. Procedimiento.

1. En un frasco colocar 5 g de suelo o 5 mL si se va a trabajar en volumen.
2. Adicionar 20 mL de la solución extractante ($\text{Ca}[\text{H}_2\text{PO}_4]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) fosfato de calcio.
3. Agitar por 10 minutos.
4. Adicionar 5 mL de superfloc 127 de concentración 0.05 g/L, homogeneizar para mezclar la solución de superfloc con el resto.
5. Dejar en reposo por un minuto o más, filtrar con papel filtro medio a lento.

4.10.1.3. Determinación.

1. Tomar 7 mL de alícuota del extracto suelo – fosfato de calcio.
2. Adicionar 9 mL de la solución de semilla. Homogeneizar.
3. Adicionar 4 mL de solución $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Homogeneizar.
4. Dejar en reposo 10 minutos pero no más de 45.
5. Leer transmitancia a $\lambda = 535 \text{ nm}$.
6. En forma paralela correr una curva de calibración, empleando los patrones de: 0.0, 10.0, 20.0, 30.0 y 40.0 mg/L de S-SO_4 .

Cálculos:

S en el suelo (mg/L) = S en la curva (mg/L) x FD

$$\text{FD} = \frac{\text{mL de sol extractante}}{1000 \text{ mL sol extractante}} \times \frac{1000 \text{ g suelo}}{\text{peso de suelo}}$$

4.10.2. Segunda alternativa.

4.10.2.1. Reactivos.

1. Solución extractora. Disolver 2.03 g de $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ en +/- 800 mL de agua destilada. Completar a 1 L. La solución tiene una concentración 0.008 M.

- Solución semilla. Pesar 0.1135 g de K_2SO_4 (secado a la estufa a 60 °C) disolver en 100 mL de agua destilada. Adicionar 49.67 mL de HCl concentrado (12.08 N). Llevar a volumen de 250 mL con agua. La concentración final de HCl es 2.4 N.
- Gelatina – cloruro de bario. En 400 mL de agua caliente (60 - 70 °C) disolver 0.3 g de gelatina (Difco Bacto Gelatin – DIFCO Laboratorios Inc Detroit Mich.). La gelatina puede ser remplazada por 4 g de goma arábica grado reactivo. Enfríar la solución con agitación constante. Adicionar 50 g de cloruro de bario ($BaCl_2 \cdot H_2O$) grado reactivo. Agitar la mezcla hasta la disolución del cloruro de bario.
- Solución stock de 1000 mg/L de S. Disolver 5.43 g de sulfato de potasio (K_2SO_4) en agua destilada, llevar a volumen de 1L.
A partir de la solución de 1000 mg de S/L, preparar la solución estándar de 80 mg de S/L, tomando alícuota de 8 mL y llevando a volumen de 100 mL con agua destilada. Con la solución de 80 mg de S/L preparar las soluciones para la curva patrón y de las siguientes concentraciones: 0.0 – 1.6 – 3.2 – 6.4 – 9.6 – 12.8 – 16.0 mg de S/L.

4.10.2.2. Procedimiento.

- 10 g de suelo en frascos de 100 mL
- Adicionar 50 mL de la solución extractora fosfato de calcio.
- Agitar la muestra por 15 min. Filtrar.
- Tomar alícuota de 10 mL hacia tubos.
- Adicionar 2 mL de la solución semilla. Por cada 2 mL de esta solución hay 0.5 mg de S.
- Agregar 4 mL de la mezcla de gelatina o goma arábica con cloruro de bario. Agitar para que la muestra sea homogénea.
- Dejar en reposo por 10 min, agitar y 10 min después leer en el espectrofotómetro a 420 nm de longitud de onda.
- En forma paralela y de acuerdo a la información anterior tomar de cada uno de las soluciones para curva 10 mL de alícuota y seguir el procedimiento indicado para las muestras.

Cálculos:

S en el suelo (mg/L) = S de las muestras en la curva (mg/L) x FD

$$FD = \frac{50 \text{ mL sol. extract}}{1000 \text{ mL sol. extract}} \times \frac{1000 \text{ g de suelo}}{10 \text{ g de suelo}}$$

4.10.3. Tercera alternativa.

4.10.3.1. Principio.

- La muestra de suelo se extrae con una solución [$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$] dihidrógeno fosfato de calcio 0.01 mol/L y el S-SO₄ extraído se mide por turbidimetría previa conversión a Ba-SO₄.
- Este método se usa para estimar la deficiencia de azufre para las plantas y es recomendado para suelos de baja salinidad (CE < 0.5 dS/m).

4.10.3.2. Equipos y materiales.

- Envases de plástico de 150 mL.
- Agitador recíproco.

3. Espectrofotómetro visible con cubetas de 10 mm de paso de luz.

4.10.3.3. Reactivos

1. Solución de dihidrógeno fosfato de calcio 0.01 mol/L. Disolver 2,52 g de dihidrógeno fosfato de calcio, $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, en alrededor de 800 mL de agua. Llevar a volumen de 1 L.
2. Carbón activo.
Nota:
Si el carbón contiene S-SO₄, agregar solución de dihidrógeno fosfato de calcio, 0.01 mol/L. Luego lavar con agua y secar a 105°C.
3. Ácido acético
 - a. Ácido acético, C₂H₄O₂, 100%, d = 1.05 kg/L
 - b. Ácido acético, C₂H₄O₂, 96%, d = 1.06 kg/L
 - c. Solución de ácido acético 10 mol/L. Diluir 572 mL de ácido acético 100% o 590 mL de ácido acético 96% a 1 L con agua.
4. Solución de goma arábiga al 5%. Disolver 2.5 g de goma arábiga en agua caliente, filtrar en caliente, enfriar y diluir a 50 mL.
5. Solución precipitante. En un recipiente adecuado agregar
 - a. 75 mL de solución de ácido acético 10 mol/L,
 - b. 25 mL de solución de goma arábiga al 5%,
 - c. 20 g de acetato de bario, $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, disolver calentando y filtrar.
Esta solución debe tener un pH 3,7-4,1.
6. Solución estándar de azufre, 1000 mg/L de S-SO₄. Disolver 5.435 g de sulfato de potasio, K₂SO₄, en agua y diluir a 1 L.
7. Solución estándar de azufre, 100 mg/L de S-SO₄. Diluir 25 mL de la solución estándar de S-SO₄ de 1000 mg/L a 250 mL con solución de dihidrógeno fosfato de calcio 0,01 mol/L.
8. Serie de estándares de S-SO₄. Transferir 0 – 1 – 2 – 5 – 10 - 20 mL de la solución estándar de 100 mg/L de S-SO₄ a seis frascos aforados de 100 mL. Enrasar con solución de dihidrógeno fosfato de calcio 0.01 mol/L. Esta serie de estándares contiene 0 – 1 – 2 – 5 – 10 - 20 mg/L de S-SO₄.

4.10.3.4. Procedimiento.

1. Pesar 20.0 g ± 0,1 g de suelo seco al aire en un envase de plástico de 150 mL. Incluir 1 muestra de referencia.
2. Agregar aproximadamente 0.5 g de carbón activo.
3. Agregar 50 mL de solución de dihidrógeno fosfato de calcio 0.01 mol/L.
4. Agitar durante 30 minutos a 25 °C y filtrar.
5. Tomar 10 mL de los extractos, de muestra de referencia y de la serie de estándares en frascos Erlenmeyer de 50 mL o tubos de vidrio.
6. Agregar 1 mL de solución precipitante y mezclar.
7. Dejar en reposo por 30 minutos, agitar y leer la absorbancia a 440 nm.

Notas:

1. Debe leerse antes de 3 horas.
2. En el caso de sobrepasar el rango, repetir la determinación diluyendo los extractos con solución de dihidrógeno fosfato de calcio 0.01 mol/L.

Cálculos:

1. Dibujar una curva de calibración con las concentraciones de S-SO₄ de la serie de estándares. Obtener la ecuación de regresión. El coeficiente de regresión, R², debe ser > 0.99. De lo contrario, repetir las determinaciones.
2. Calcular las concentraciones de S-SO₄ en el extracto de la muestra y en muestra de referencia por resolución de la ecuación de regresión.
3. Calcular la concentración de S-SO₄ en la muestra según:

$$\text{S-SO}_4(\text{mg/kg}) = \text{mg S-SO}_4(\text{en la curva de calibración}) \times \frac{A}{Wt}$$

Donde:

A = volumen total del extracto (mL)

Wt = Peso de suelo secado al aire

4.11. Determinación de boro en el suelo.

El método para medir la concentración de boro en los suelos es la extracción mediante agua destilada caliente y fue introducido por Berger y Truog (1939), posteriormente modificada por otros investigadores.

Esta extracción con agua caliente presenta algunas interferencias tales como: materia orgánica soluble, humedad y la presencia de sedimentos. La adición de carbón activado puede ser usada para remover el color de los extractos en suelos orgánicos, y la turbidez puede ser eliminada mediante la adición de CaCl₂ que flocula los coloides.

Un aspecto importante es el filtrado de las muestras que debe realizarse mientras la solución se mantiene caliente y evitar de esa forma la reabsorción del boro.

Posteriormente los investigadores han desarrollado soluciones extractoras de boro, tal como la solución de fosfato de calcio [CaH₄(PO₄)₂·H₂O]. Esta solución extractante también se emplea para la extracción del azufre. Otra solución extractante es el HCl 0.05 N (Ponnamperuma, 1981), que fue inicialmente diseñado para suelos ácidos y posteriormente ampliado para suelos alcalinos y calcáreos

4.11.1. Determinación con azometina-H.

4.11.1.1. Principio.

El boro extraído es medido colorimétricamente usando carmín sulfúrico, curcumina o azometina-H, siendo esta última desarrollada por Bingham, (1982). La coloración desarrollada es determinada mediante espectrofotometría UV-VIS.

La metodología a describir será la extracción con la sal fosfato de calcio [CaH₄(PO₄)₂·H₂O] y desarrollo de color con azometina-H.

4.11.1.2. Materiales.

1. Frascos Erlenmeyer de 50 o 100 mL libres de boro o pretratados con HCl concentrado por una semana.
2. Tubos, vasos y pipetas de prolipropileno.
3. Espectrofotómetro UV-Vis.

4.11.1.3. Reactivos.

1. Solución buffer.
Disolver 250 g de acetato de amonio (NH_4OAc) y 15 g de ácido etilendiaminotetraacético, sal disódica (EDTA disodium) en 400 mL de agua destilada. Lentamente adicionar 125 mL de ácido acético (CH_3COOH), mezclar.
2. Solución de azometina-H.
Disolver 0.45 g de azometina-H en 100 mL al 1 % de solución L-ascórbico. Esta solución debe prepararse semanalmente y guardarse en refrigeración.
3. Solución stock estándar.
Disolver 0.114 g de ácido bórico (H_3BO_3) en agua destilada. Llevar a volumen de 1 L. Esta solución contiene 20 mg/L de B (solución stock).
4. Preparar una serie de estándares a partir de la solución stock, tomando las siguientes alícuotas: 2.5 – 5.0 – 7.5 – 10.0 – 12.5 y 15.0 mL llevándolos a 100 mL con agua destilada. Estas soluciones contienen: 0.5 – 1.0 – 1.5 – 2.0 – 2.5 – 3.0 respectivamente.

4.11.1.4. Procedimiento.

Extracción.

1. Pesar 5 g o 5 mL de suelo TFSA y colocarlo dentro de un frasco o tubo de polipropileno.
2. Adicionar 20 mL de la solución extractante fosfato de calcio $\text{CaH}_4(\text{PO}_4)\cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
3. Agitar por 10 minutos.
4. Adicionar 5 mL de la solución de superfloc. Mezclar. Dejar en reposo por unos minutos.
5. Filtrar. Recibir filtrado en frasco de polipropileno.

Lectura de boro.

1. Tomar alícuota de 1 mL del extracto y colocarlo en tubos de polipropileno de 50 mL.
2. Adicionar 2 mL de solución reguladora. Homogeneizar.
3. Adicionar 1 mL de solución de azometina-H. Homogeneizar.
4. Dejar en reposo por 1 hora.
5. Leer absorbancia a $\lambda = 420 \text{ nm}$.
6. En paralelo, correr la curva de calibración usando los estándares: 0.0 - 0.5 – 1.0 – 1.5 – 2.0 – 2.5 – 3.0 mg de B/L

Cálculos:

$$B \text{ m/L} = \text{mg de B (en la curva)} \times \frac{A}{Wt}$$

Donde:

A = volumen total del extractante

Wt = peso de suelo

4.11.2. Determinación con agua caliente.

4.11.2.1. Principio.

La extracción con agua caliente fue introducida por Berger and Truog (1939). Es la metodología más popular para determinar boro disponible especialmente en suelos alcalinos. Al igual que la metodología descrita anteriormente, el B es medido colorimétricamente usando azometina-H.

4.11.2.2. Materiales y reactivos.

1. Frascos Erlenmeyer de 50 mL (Pyrex) pretratados con HCl o libres de boro.
2. Espectrofotómetro UV-Vis
3. Tubos de polipropileno.

4.11.2.3. Reactivos.

Usar los reactivos empleados para el método de extracción con fosfato de calcio.

4.11.2.4. Procedimiento.

Extracción.

1. Pesar 10 g de suelo TFSA dentro de frascos erlenmeyer (Pyrex) de 100 mL libres de boro.
2. Adicionar 20 mL de agua destilada.
3. Hervir en la plancha de calentamiento por 5 minutos. El frasco debe estar cubierto por un embudo o una luna de reloj (evitar pérdida de agua).
4. Inmediatamente filtrar la suspensión.
5. En paralelo preparar estándares de B de: 0.0 - 0.5 - 1.0 - 1.5 - 2.0 - 2.5 - 3.0 mg/L para desarrollar la curva.

Desarrollo de color.

Seguir lo descrito en el método anterior, utilizando azometina-H.

Cálculos:

$$B \text{ m/L} = \text{m/L de B (en la curva)} \times \frac{A}{Wt}$$

Donde:

A = volumen total de extractante usado

Wt = peso de suelo TFSA en g.

4.12. Determinación de micronutrientes: Fe - Cu - Zn - Mn.

4.12.1. Principio.

El análisis para diagnosticar la presencia y disponibilidad en el suelo de estos elementos, generalmente no es llevada a cabo dentro de un análisis de rutina; sin embargo, en algunos casos puede revelar la existencia de un factor limitante para el crecimiento de las plantas. Dentro del análisis de estos elementos existe todavía cierta dificultad en la elección del método de extracción.

Lindsay y Norvell han desarrollado agentes quelatantes en base a ácido dietilentriamino pentaacético, (DTPA), CaCl_2 y trietanolamina, (TEA) como extractantes. Existen otros tales como: NH_4OAc más EDTA y el HNO_3 . Una vez extraídos los elementos, estos pueden ser cuantificados mediante fotometría de absorción atómica.

Por ser de interés, se presentan dos metodologías para la determinación de estos nutrientes. La primera, conocida como metodología ASI (Agro Services International, INC, 1986), y la segunda, la propuesta por Lindsay y Norvell (1978).

4.12.2. Metodología ASI para Cu - Fe - Mn - Zn.

4.12.2.1. Reactivos.

1. Solución extractante ASI. (0.25 N NaHCO_3 - 0.01 M EDTA - 0.01 N NH_4F). Disolver 21.0 g de NaHCO_3 ; 3.72 g EDTA-Na, y 0.37 g NH_4F en agua destilada y llevar a volumen de 1000 mL.
2. Solución de superfloc 127. Disolver 0.05 g de superfloc 127 en 1000 mL de agua destilada.
3. Estándares de Fe - Cu - Zn - Mn. Preparar los siguientes estándares para obtener la curva en el equipo:
 - a) Solución estándar 1. sólo extractante ASI
 - b) Solución estándar 2. 1 mg Cu/L; 5 mg Fe/L; 2 mg Mn/L ; 1 mg Zn/L en extractante ASI
 - c) Solución estándar 3. 2 mg Cu/L; 10 mg Fe/L; 4 mg Mn/L; 2 mg Zn/L en extractante ASI

4.12.2.2. Procedimiento.

1. Pesar 2.5 g de muestra de suelo.
2. Adicionar 20 mL de extractante ASI.
3. Agitar la solución por 10 minutos.
4. Adicionar 5 mL de superfloc 127, agitar para mezclar. Dejar en reposo 1 minuto o más.
5. Filtrar a través de papel filtro Whatman No. 1 o equivalente.

4.12.2.3. Lectura de la concentración.

La lectura de la concentración de cada uno de los elementos se hace por absorción atómica directamente o en una dilución de acuerdo a las características del equipo.

4.12.3. Metodología de Lindsay y Norvell. DTPA.

4.12.3.1. Reactivos.

Solución extractora de DTPA. En un frasco de 1000 mL poner 600 mL de agua destilada. Agregar 14.9 g de TEA (trietanolamina) y disolver. Agregar 1.967 g de DTPA (ácido dietilentriamino pentaacético) y disolver. Agregar 1.470 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y disolver. Llevar a volumen de 900 mL. Ajustar el pH a 7.3 con HCl 6N (se requiere +/- 13 mL.). Llevar a volumen de 1000 mL.

4.12.3.2. Procedimiento.

1. En un frasco de extracción agregar 10 g de suelo y 20 mL de la solución extractora DTPA.
2. Agitar por 2 horas. Filtrar la solución usando papel filtro Whatman 42.

4.12.3.3. Lectura de la concentración.

1. Usando equipo de absorción atómica determinar la concentración de los elementos, previa calibración de acuerdo al manual del equipo.
2. Se deben preparar soluciones stock para la calibración. Una solución stock de 1000 mg/L es preparada de la siguiente forma:

Cuadro 9: Sales para la preparación de soluciones stock

Elemento	Sal a usar	Cantidad de sal (g)	Vol. de HNO_3
Cobre	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	0.3930	100
Fierro	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0.4970	100
Manganeso	KMnO_4	0.2876	100
Zinc	$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0.4399	100

V.

ANÁLISIS DE LA SALINIDAD DEL SUELO

5.1. Sales Solubles.

El término sales solubles cubre al rango de aniones y cationes presentes en el suelo en la forma sólida cristalizada (ejm. eflorescencias, costras, etc.) o en la forma disuelta en la solución suelo. Estas sales solubles están en equilibrio con los cationes adsorbidos en el complejo de cambio.

Las sales solubles del suelo son combinaciones de cationes (Na^+ , K^+ , Ca^{2+} and Mg^{2+}) y aniones (Cl^- , HCO_3^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-}) que, cuando están presentes en cantidades suficientes, caracterizan a los suelos salinos llamados halomórficos, solontchacks o sálcos dependiendo del sistema de clasificación usado. Comúnmente están presentes en regiones secas y cercanas a áreas marinas

Las sales más comunes son halita (NaCl), silvinita (KCl), tenardita y mirabilita (Na_2SO_4), sulfatos de potasio y magnesio (epsomita y hexahidrita), carbonato de sodio, yeso ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), y otras. A continuación se muestran la solubilidad de algunas sales presentes en el suelo. (K = producto de solubilidad.).

Cuadro 10: Solubilidad de algunas sales comúnmente presentes en el suelo. (K = producto de solubilidad).

Sal	Mineral	Gramos/L a 20°C	log K
NaCl	halita	360	+ 1.55
Na_2SO_4	tenardita	209	- 0.86
$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$		215	+ 0.1
NaNO_3		880	
KCl	silvinita	350	+ 0.80
K_2SO_4	arcanite	109	
MgCl_2	cloromagnesita	543	+ 22
CaCl_2		427	+ 11.5

Entre los factores que influyen la solubilidad de cada sal está la presencia de otras sales. Ejm. La solubilidad del yeso se incrementa considerablemente con la presencia de cloruro de sodio, pero decrece cuando está el sulfato de sodio debido al efecto del ion común.

En el laboratorio, la medida de las sales solubles en el suelo involucra tres estados:

1. Extracción con agua a diferentes relaciones suelo/solución (extracto de saturación, extractos acuosos 1:1, 1:5, 1:10).
2. Medida de la concentración total de sales en el extracto (conductividad eléctrica).
3. Cuantificación de los diferentes aniones y cationes presentes en el extracto.

5.1.1. Extracción en la pasta saturada.

5.1.1.1. Principio.

El método de la extracción de la pasta saturada es usado con la idea principal de reproducir lo más estrechamente posible las condiciones *in situ* de la solución suelo que es de donde las plantas toman sus nutrientes.

Este método recomendado por “Riverside Salinity Laboratory, USA (Richards 1954)” consiste en llevar la muestra a saturación, que es una condición cercana al límite líquido.

5.1.1.2. Procedimiento.

1. En un vaso pesar 200 g de suelo seco al aire y pasado por el tamiz de 2 mm de diámetro.
2. Preparar la pasta por adición de cantidades conocidas de agua mientras mezcla con una espátula hasta llegar a saturación. De tiempo en tiempo consolidar la mezcla golpeando el vaso sobre la mesa del laboratorio.
3. Con excepción de los suelos muy arcillosos, cuando el suelo está en su punto de saturación, la pasta a la exposición de la luz brillará como un espejo (espejo de agua). Si se inclina el vaso y la pasta discurrirá por la pared interna y discurrirá con mayor facilidad en la espátula.
4. Cubrir el vaso y dejar en reposo por 2 horas. Si hay necesidad de hacer correcciones adicionar agua o suelo en cantidades conocidas. Tomar una porción de pasta saturada y determinar por gravimetría el contenido de humedad. Este valor de humedad representa el porcentaje de saturación (%S), también puede ser calculado mediante la siguiente fórmula: $\%S = 100 (W_w / W_s)$
5. Una aproximación es sumar la cantidad de agua adicionada a los 200 g de suelo, referir al porcentaje de saturación.
6. Filtrar a través de un embudo Büchner, coleccionar la solución en un frasco. Si es necesario determinar boro, evitar el uso de frascos tipo Pyrex.
7. Si el filtrado es turbio, refiltrar o centrifugar. Si análisis de carbonatos (CO_3^{2-}) y bicarbonatos (HCO_3^-) es requerido, adicionar 1 gota de la solución de hexametáfosfato de sodio al 0.1 % por cada 25 mL de extracto para prevenir la precipitación de CaCO_3 .

5.1.2. Extractos Diluidos.

5.1.2.1. Principio.

Los métodos que usan extractos diluidos son rápidos y permiten monitorear las variaciones de la salinidad en forma vertical y espacial y los cambios en tiempo por acción de factores internos y externos que influyen la salinidad.

Un peso dado de suelo (W_s) debe ser puesto en contacto con un peso variable de agua (W_w), de tal forma que la relación $W_w: W_s = n$.

La consecuencia de esta dilución es que la concentración iónica total en un extracto acuoso más o menos diluido (C_n) es más bajo que el medido en el extracto de la pasta de saturación (C_s).

Los extractos diluidos son especialmente usados cuando, tanto la concentración salina como la de yeso, son bajas. Desde el punto de vista práctico y con numerosas muestras, la conductividad eléctrica (CE) en un extracto 1:2 debe ser medida primera. Aquellas muestras con valores de CE mayores a 4.0 dS m^{-1} deben ser medidas en el extracto de saturación y un extracto más diluido para yeso. Para las muestras de baja CE, el extracto 1:2 es suficiente. En los extractos 1:5 y 1:10 el fenómeno de hidrólisis de sodio debe ser tenido en consideración dado que esto puede conducir a modificaciones en el balance entre sales.

En resumen, la selección de la relación suelo/solución usada para la extracción de las sales solubles depende de diferentes criterios y en particular del propósito y rapidez de la ejecución.

5.1.2.2. Procedimiento.

1. Colocar un peso de suelo dentro de un frasco adecuado para el volumen de extracto requerido.
2. Adicionar la cantidad de agua necesaria para obtener la relación suelo a solución (1:1, 1:2, 1:5, 1:10).
3. Corregir el efecto de humedad del suelo especialmente cuando se usa baja relación suelo/solución (p. ej. para un extracto 1:1 con una muestra de suelo que contenga 2 % de humedad inicial, adicionar 98 mL de agua a 102 g de suelo) o se desea tener precisión.
4. Agitar mecánicamente por una hora. Terminada la agitación filtrar la suspensión.
5. Adicionar una gota de solución de hexametáfosfato de sodio al 0.1 % por cada 25 mL de extracto.

5.1.3. Extracción con agua caliente.

El agua caliente permite una mayor solubilización que agua fría. Esta extracción con agua caliente puede ser un indicador potencial de elementos y compuestos extractables y es recomendable para la cuantificación del boro.

Este procedimiento es bastante difícil para ser estandarizado debido a que en ciertos suelos la disolución no parece ser completa para un tiempo de ataque.

5.2. Conductividad eléctrica del extracto.

5.2.1. Principio.

En contraste al agua pura, las soluciones salinas tienen la propiedad de conducir la corriente eléctrica. La conductividad eléctrica medida (CE) es proporcional a la cantidad y naturaleza de la sal disuelta en la solución. Así una buena relación de proporcionalidad existe entre la conductividad eléctrica expresada en deciSiemens por metro y la concentración total (CT) de aniones o cationes (en meq L⁻¹ o mg L⁻¹).

$$\begin{aligned} - \text{ en meq/ L, CT} &= (10 \text{ a } 12) \times \text{CE} \\ - \text{ en mg /L, CT} &= (600 \text{ a } 650) \times \text{CE} \end{aligned}$$

Medida de la conductividad eléctrica es la prueba más ampliamente usada. Generalmente es llevada en el extracto diluido o en el de la pasta de saturación, pero algunas veces directamente sobre la pasta saturada. Esta medida de la CE es altamente dependiente de la temperatura (se incrementa hasta en un 2 % por cada grado) y en consecuencia debe ser ajustada a una temperatura de referencia de 25 °C después de medida la temperatura de la solución.

La medida de la CE está basada en las medidas de la resistencia eléctrica entre dos electrodos paralelos sumergidos en el extracto acuoso.

El conductímetro tradicional para la medida de la CE está basado en el principio del puente de Wheatstone. El conductímetro incluye una celda hecha de dos electrodos de platino de área superficial definida y un espaciamento. Los electrodos están cubiertos de platino negro para disminuir la resistencia de la interface electrodo-solución.

Las unidades que se usan para expresar esta conductividad, en el sistema internacional son el Siemens por m, o subunidades de acuerdo a la calibración seleccionada: (1 S m⁻¹ = 10 dS m⁻¹ = 10 mS cm⁻¹ = 10 mmhos cm⁻¹ = 1,000 mS m⁻¹ = 10,000 μS cm⁻¹).

La celda de medición de la CE tiene una constante que es proveída por el constructor, y debe ser controlada con la solución estándar de cloruro de potasio, cuya conductividad se presenta en siguiente cuadro adjunto.

Cuadro 11: CE de algunas soluciones acuosas de KCl a 25 °C.

mol KCl L⁻¹	0.001	0.01	0.02	0.05	0.1	0.2	0.5	1.0
CE dS m⁻¹	0.147	1.413	2.767	6.668	12.9	24.82	58.64	111.9

5.2.2. Reactivos.

1. Solución stock 0.05 N de KCl: disolver 3.728 g de KCl seco en 1 L de agua a 25 °C.
2. Solución 0.01 N de KCl: tomar 50 mL de la solución stock 0.05 N y llevar a volumen de 250 mL con agua destilada.
3. Solución 0.005 N de KCl: tomar 25 mL de solución stock 0.05 N y llevar a volumen de 250 mL con agua destilada.
4. Solución de limpieza del electrode. Mezclar volúmenes iguales de isopropanol, ethylether y ácido clorhídrico.

5.3. Sólidos Totales Disueltos (TDS).

5.3.1. Principio.

La cantidad de sólidos totales disueltos (TDS) en el extracto acuoso es determinada por gravimetría del residuo evaporado de un extracto acuoso previamente filtrado. Esta medida, normalmente, está muy relacionada con la conductividad eléctrica y con la suma de los cationes y aniones extraídos.

5.3.2. Procedimiento.

1. Secar una placa Petri, usando una estufa, a 180 °C por 2 horas. Enfriar en un desecador y pesar con aproximación de 1/10 mg: P_0
2. Elegir un volumen V suficiente del extracto acuoso para obtener 50 – 100 mg de residuo. Colocar el filtrado en la placa Petri para su evaporación.
3. Evaporar el filtrado en una estufa a 105 °C.
4. Calentar, el residuo seco, a 180 °C por 1 hora para eliminar el agua retenida en los microporos. Dejar enfriar en un desecador. Pesar P_1 .
5. El TDS es expresado en mg L⁻¹. $TDS = 1000 (P_1 - P_0) / V$.

5.4. Cationes - aniones solubles.

Los métodos preferidos en el laboratorio son los de espectrofotometría de emisión y de absorción. Los métodos de emisión por Inductively coupled plasma (ICP) pueden ser usados. Estos métodos proveen una muy buena estimación del contenido total de los elementos en solución.

Las formas iónicas de los elementos pueden ser también estimadas usando los métodos electrométricos y particularmente mediante el uso de los electrodos selectivos.

El carácter sódico de los extractos acuosos. Este parámetro es ampliamente usado y está basado en el análisis de los cationes Ca, Mg y Na expresado en meq/L o en mmol/L presentes en el extracto acuoso y definido por el concepto relación de adsorción de sodio (SAR, Richards et al. 1954):

$$SAR = \frac{Na^+}{(Ca^{+2} + Mg^{+2}/2)^{1/2}}$$

Estos cationes actualmente son determinados mediante absorción atómica o por emisión de fotometría de llama. Para su determinación debe seguirse las instrucciones señaladas en los manuales de estos equipos.

5.4.1. Carbonatos y bicarbonatos solubles (Alcalinidad).

5.4.1.1. Principio.

Los aniones carbonato definen la alcalinidad de los extractos, aunque otros iones tales como los hidróxidos, boratos, fosfatos y silicatos, pueden jugar un rol menor. Los bicarbonatos son un componente expectante de los extractos acuosos de suelos salinos mientras que los carbonatos, que son menos frecuentes, están presentes en suelos alcalinos continentales. Los métodos recomendados son los de titulación con ácidos diluidos e indicadores.

5.4.1.2. Reactivos.

1. Soluciones 0.01 o 0.02 mol (H⁺) L⁻¹ ácido sulfúrico o clorhídrico.
2. Soluciones standard buffer a pH 4 y pH 7.
3. Indicador fenolftaleína: disolver 0.25 g en 100 mL de alcohol al 50 % en agua.
4. Indicador anaranjado de metilo o methyl orange: disolver 0.1 g en 100 mL de agua.

5.4.1.3. Procedimiento.

Mediante el uso de indicadores: fenolftaleína y anaranjado de metilo:

1. Colocar dentro de un vaso una alícuota de la solución.
2. Adicionar dos gotas del indicador fenolftaleína. Si la solución se mantiene sin color significa que no hay presencia de carbonatos. Si no es el caso, titular los carbonatos hasta la decoloración. Anotar el gasto (volumen Y).
3. A la misma solución, adicionar dos gotas del indicador naranja de metilo (methyl orange). Titular los bicarbonatos hasta cambio de color. Anotar el gasto Z.

Cálculos:

1. S representa la alícuota y N la concentración del ácido :

Los carbonatos están expresados en meq/L = $\frac{1000}{S} \times 2Y \times N$ del HCL

Los bicarbonatos expresados en meq/L = $\frac{1000}{S} \times (Z - 2Y) \times N$ del HCL

Notas:

1. Ciertos extractos acuosos de suelos alcalinos pueden ser muy oscuros, el cual dificultará el proceso de titulación.
2. La alcalinidad (CO₃²⁻ y HCO₃⁻) debe ser medida inmediatamente después de la extracción para evitar posibles modificaciones (precipitaciones, cambios con el CO₂ atmosférico), aunque estos cambios pueden ser disminuidos por la adición de hexametáfosfato.

5.4.2. Cloruros.

En suelos salinos el cloro es el anión más común y junto con el Mg, Ca y Na son muy solubles. Por otro lado, la medida del cloro es importante debido a la toxicidad de este anión para ciertas plantas.

5.4.2.1. Principio.

Por sus propiedades químicas específicas, el anión cloro puede ser titulado en forma fácil y precisa empleando el catión plata. En este método, que utiliza directamente el extracto inicial, se titula con una solución estándar de nitrato de plata y como indicador para conocer el punto final se usa el K_2CrO_4 (precipitado pardo rojizo de cromato de plata).

El método colorimétrico con tiocianato de mercurio fue muy usado debido a su gran sensibilidad y buena precisión.

Los electrodos selectivos, que son de bajo costo, permiten monitorear *in situ* la actividad del ion cloro en la solución suelo.

5.4.2.2. Reactivos.

1. Solución de cromato de potasio al 5 %.
2. Solución de nitrato de plata ($AgNO_3$) 0.01 N. Secar aproximadamente 3 g de nitrato de plata a 105 °C por dos horas. Enfriar en desecador. Pesar 1 g de nitrato de plata seco y llevar a volumen de 1 L con agua destilada.
3. Solución de NaCl 0.01 N Disolver 0.585 g de la sal y llevar a volumen de 1 L.

5.4.2.3. Procedimiento.

El cloro soluble es obtenido en el extracto de saturación (preparado mediante la pasta de saturación) y su concentración es medida por titulación con nitrato de plata (Richards, 1954).

1. Tomar alícuota de 5 a 10 mL del extracto de saturación.
2. Adicionar 4 gotas de la solución de cromato de potasio.
3. Titular con la solución de nitrato de plata hasta la aparición de un color pardo rojizo permanente.
4. Correr un blanco tratando en la misma forma que la muestra.
5. Estandarización del $AgNO_3$:

Titular 10 mL de NaCl con la solución 0.01 N de $AgNO_3$ después de añadir 4 gotas de cromato de potasio.

$$N_{AgNO_3} = \frac{10 \times N \text{ del NaCl}}{V \text{ de } AgNO_3}$$

Donde:

N_{AgNO_3} = normalidad del AgNO_3

V_{AgNO_3} = cantidad de AgNO_3 usado (mL) en muestra

N_{NaCl} = normalidad del NaCl

Cálculos:

$$\text{Cl (meq/L)} = \frac{(V-B) \times N \times 1000}{S}$$

Donde:

V = volumen de 0.01 N AgNO_3 gastado en la muestra

B = titulación del blanco

N = Normalidad de la solución de AgNO_3

S = mL de muestra.

5.4.3. Sulfatos.

5.4.3.1. Principio.

Además de los carbonatos y bicarbonatos, los cloruros y sulfatos son los aniones mayores de los suelos salinos. El contenido de los sulfatos puede ser aproximado o estimado en meq/L mediante la diferencia entre la suma de cationes (Na, K, Ca, Mg) y la suma de aniones (CO_3^{2-} , HCO_3^- , Cl^- , NO_3^-).

Los sulfatos son precipitados como sulfato de bario y determinados turbidimétricamente. Esta turbidez se mide en un espectrofotómetro. Para extractos muy salinos, muchas veces es necesario hacer una dilución 1/10 (1 mL extracto + 9 mL H_2O) u otra relación.

Para la cuantificación del S- SO_4 existen varias alternativas. La más usada es la descrita para suelos utilizando la solución de semilla (acid seed solution). Por ser de interés se describe dos alternativas:

5.4.3.2. Alternativa: solución de semilla (acid seed solution).

Reactivos.

1. Solución de semilla ácida. Preparada de la siguiente forma: 65 mL de HNO_3 en 500 mL de agua, más 250 mL de ácido acético glacial, más 5 g de polyvinylpirolidone (PVPK 30) que ha sido disuelto en 120 mL de agua, más 2 mL de una solución de 1000 mg/L de S- SO_4 . Llevar a 1 L con agua destilada.
2. Solución de cloruro de bario ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Disolver 150 g de la sal en 1 L de agua destilada.
3. Estándar. Disolver 5.43 g de sulfato de potasio (K_2SO_4) en agua destilada y diluir a 1 L. Esta solución contiene 1000 mg de S.

A partir de la solución de 1000 mg de S, preparar por dilución en agua una solución de 100 mg de S /L. A partir de esta solución, preparar una serie de estándares de S en agua destilada de las siguientes concentraciones: 0.0 - 10.0 - 20.0 30.0 y 40.0 mg de S- SO_4 /L

Procedimiento.

1. Tomar alícuota de X mL de acuerdo a la salinidad de la muestra.
2. Adicionar 9 mL de la solución de semilla. Homogeneizar.

3. Adicionar 4 mL de solución $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Homogeneizar
4. Llevar a volumen final de 20 mL con agua destilada. Dejar en reposo 10 minutos pero no más de 45.
5. Leer transmitancia a $\lambda = 535 \text{ nm}$.

En forma paralela y tomando alícuota de 7 mL, correr la curva de calibración, empleando los patrones: 0.0 - 10.0 - 20.0 - 30.0 y 40.0 mg de S-SO_4 /L.

Cálculos:

$$\text{S en el agua (mg/L)} = \frac{20 \times \text{lect en curva}}{\text{alícuota muestra}}$$

5.4.3.3. Alternativa 2: Propuesta por Tabatabay y Bremmer (1970)

Muestra: extracto de la pasta de saturación.

Reactivos.

1. Gelatina para laboratorio.
2. Cloruro de bario. $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
Pesar 0.1 g de gelatina, disolver en 100 mL de agua destilada caliente (60 – 70 °C), homogenizar, enfriar a temperatura ambiente. Adicionar 2.5 g de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, agitando hasta la disolución total. Llevar a volumen de 500 mL.
3. Solución estándar de 100 mg de S-SO_4 /L.

Procedimiento.

1. Tomar alícuota del extracto de saturación: X ml de acuerdo a la CE.
2. Con agua destilada llevar a volumen aproximado de 20 mL.
3. Adicionar 10 mL de la solución gelatina con cloruro de bario.
4. Llevar a volumen final de 50 mL.
5. Dejar en reposo 20 minutos. Leer a 420 nm de longitud de onda.
6. En paralelo desarrollar curva de calibración utilizando alícuota de 10 mL de los siguientes estándares: 0.0 – 0.4 – 0.8 – 1.6 – 2.4 – 3.2 mg de S/L preparados a partir de la solución de 100 mg de S/L .

Cálculos:

$$\text{mg de S-SO}_4/\text{L} = \frac{50 \times \text{lect. en curva}}{\text{alícuota del extract. saturación}}$$

$$\text{en meq/L} = \frac{1.04 \times \text{lect. en curva}}{\text{alícuota del extrat saturación}}$$

5.4.4. Nitratos.

Los nitratos son contaminantes de alto riesgo debido a su alta solubilidad, es por esto que su concentración debe ser controlada especialmente en zonas contaminadas o irrigadas.

El método para nitratos puede ser el de titulación, pero el método más recomendado en suelos salinos es mediante el electrodo selectivo para nitratos y que responde en el rango 0.0 – 0.01, 0.1 – 1, 10 – 100 meq (mmol) $\text{NO}_3^- \text{L}^{-1}$ ya sea en agua o en extracto acuoso.

5.4.5. Boro.

5.4.5.1. Principio.

En el extracto de saturación se determina la concentración de boro por el método de colorimetría con azometina-H.

Durante el análisis se debe utilizar material de vidrio especial libre de boro o material plástico.

5.4.5.2. Reactivos.

1. Solución buffer.

Disolver 250 g de acetato de amonio (NH_4OAc) y 15 g de ácido etilendiaminotetraacético, disodium salt (EDTA disodium) en 400 mL de agua destilada. Lentamente adicionar 125 mL de ácido acético (CH_3COOH), mezclar.

2. Solución de azometina-H.

Disolver 0.45 g de azometina-H en 100 mL al 1 % de solución ácido L-ascórbico. Esta solución debe prepararse semanalmente y guardarse en refrigeración.

3. Solución stock estándar.

Disolver 0.1143 g de ácido bórico (H_3BO_3) en agua destilada. Llevar a volumen de 1 L. Esta solución contiene 20 mg de B /L (solución stock).

Preparar una serie de estándares a partir de la solución stock, tomando las siguientes alícuotas: 2.5 – 5.0 – 7.5 – 10.0 – 12.5 y 15.0 mL llevándolos a 100 mL con agua destilada. Estas soluciones contienen: 0.5 – 1.0 – 1.5 – 2.0 – 2.5 – 3.0 respectivamente.

5.4.5.3. Procedimiento.

1. Tomar alícuota de 1 mL del extracto de saturación y colocarlo en tubos de polipropileno de 50 mL.
2. Adicionar 2 mL de solución reguladora. Homogeneizar.
3. Adicionar 1 mL de solución de azometina-H. Homogeneizar.
4. Dejar en reposo por 1 hora.
5. Leer absorbancia a $\lambda = 420 \text{ nm}$.
6. En paralelo, correr la curva de calibración usando 1 mL de alícuota de los estándares: 0.0 - 0.5 – 1.0 – 1.5 – 2.0 – 2.5 – 3.0 mg de B/L.

Cálculos:

$$\text{mg B/ kg} = \frac{\text{mg de B/L en la curva} \times \text{PS}}{100}$$

Donde:

$$\text{PS} = \% \text{ de saturación}$$

Notas:

1. Cuando no se dispone del material de vidrio especial, se puede emplear el material de vidrio que normalmente se usa en el laboratorio, el cual previamente ha sido llenado con HNO_3 4 N durante toda una noche, al día siguiente es lavado normalmente.
2. El H_3BO_3 no debe secarse porque pierde agua y se transforma en HBO_3 .

VI.

ANÁLISIS DE LA CALIDAD DEL AGUA DE RIEGO

Es bien conocido el principio de que el resultado no puede ser mejor que la muestra sobre el cual la prueba es llevada a cabo. Por lo tanto, la recolección y la preparación de la muestra juegan un rol importante en el resultado de los análisis.

Un litro de muestra es una cantidad suficiente para realizar las determinaciones físicas como químicas necesarias para la caracterización de la calidad del agua. Por otro lado, muchas veces en las muestras de agua es necesario el análisis bacteriológico y microscópico y aquí se debe considerar que para estas pruebas, no se puede usar la misma muestra que para el análisis físico – químico, téngase presente que la composición de la muestra puede cambiar antes de llegar al laboratorio.

Se debe tener mucho cuidado durante la obtención de la muestra que en principio debe representar las condiciones que existen y por otro lado se deben manejar las muestras en una forma tal que no deterioren ni contaminen antes de llegar al laboratorio.

Un aspecto importante es la toma de la muestra. Antes de llenar el envase que puede ser de plástico o de vidrio, éste debe ser lavado con la propia muestra de agua que va ser recolectada.

En muchos casos las aguas naturales presentan materia insoluble que generalmente consiste de fracciones menores a 0.05 mm de diámetro, tales como los limos y arcilla, y que permanecen en suspensión. Cuando se presentan fracciones mayores a 0.05 mm de diámetro se trata de arenas. Es evidente que, previo al análisis químico, estas fracciones deben ser separadas de la muestra, para lo cual se emplea la filtración.

6.1. pH.

6.1.1. Principio.

El pH de la mayoría de las aguas está entre el rango de 4 - 9. La mayoría de las aguas son ligeramente básicas debido a la presencia de carbonatos y bicarbonatos.

El pH puede ser medido colorimétrica o eléctricamente. Los métodos colorimétricos, muchas veces, sufren interferencias en su color por efecto de la turbidez, alta salinidad, la presencia de material coloidal o la presencia de ciertas sustancias oxidantes o reductoras. Por las razones expuestas, se recomienda el uso del potenciómetro para su determinación.

6.1.2. Reactivos.

Soluciones buffer de pH: 4; 7; 9

6.1.3. Procedimiento.

1. Calibrar el potenciómetro usando las soluciones buffer: pH 7.0 y la otra debe ser del pH más aproximado al valor de la muestra.
2. En un volumen de 50 - 75 mL, determinar el pH de la muestra usando el potenciómetro y el electrodo de pH.
3. Si el pH de la muestra es 8.5 o más, controle la calibración del potenciómetro usando buffer alcalino y repita la lectura de la muestra.

Nota:

Si hay suficiente cantidad de muestra de agua, descarte la muestra usada en la determinación del pH. Si hay limitada disponibilidad de muestra para el análisis, determine primero la conductividad eléctrica, luego el pH. Esta misma muestra puede servir para el análisis de aniones y cationes excepto potasio y cloruros.

6.2. Alcalinidad.

6.2.1. Principio.

La alcalinidad en las aguas es causada por la presencia de bicarbonatos, carbonatos e hidróxidos de origen natural o por el efecto del tratamiento del agua. La alcalinidad es determinada por titulación usando un ácido fuerte de una determinada concentración y un indicador adecuado. Los indicadores fenolftaleína que cambia de color a pH 8.3 y el methylorange que cambia a pH 4.5 son los más recomendados.

6.2.2. Reactivos.

1. Indicador fenolftaleína. Disolver 0.5 g. de fenolftaleína en 50 mL de alcohol y 50 mL. de agua. Luego adicionar gotas de NaOH 0.02 N hasta que aparezca un débil color rosado.
2. Indicador anaranjado de metilo (methyl orange). Disolver 0.5 g de anaranjado de metilo en un 1 litro de 1:1 agua destilada: alcohol.
3. Ácido sulfúrico 0.02 N estandarizado contra una base.

6.2.3. Procedimiento.

Alcalinidad en fenolftaleína.

1. Tomar una alícuota (50mL) de muestra y colocar en un frasco Erlenmeyer.
2. Adicionar 3 gotas de fenolftaleína.
3. Titular con el H₂SO₄ 0.02 N hasta una coloración rosado; color del punto de equivalencia, pH 8.3. Registrar el gasto.

Alcalinidad total por el método del anaranjado de metilo (methyl orange).

1. Adicionar 3 gotas del indicador anaranjado de metilo a la solución en la cual la alcalinidad en fenolftaleína ha sido determinado.
2. Continuar la titulación con H₂SO₄ 0.02 N hasta el punto de equivalencia. El indicador cambia a un color anaranjado a pH 4.6 y a rosado a pH 4.0

Cálculos:

$$\text{Alcalinidad en fenolftaleína mg / L CaCO}_3 = \frac{A \times N \times 50\,000}{\text{mL de muestra}}$$

$$\text{Alcalinidad total mg / L CaCO}_3 = \frac{B \times N \times 50\,000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde:

- A = mL gastados en titulación con fenolftaleína
- B = mL gastados en titulación de anaranjado de metilo
- N = normalidad del ácido
- 50 000 = equivalente del CaCO_3 de mL a L.

6.3. Conductividad eléctrica (CE).

6.3.1. Principio.

La conductividad eléctrica (CE) de una muestra de agua es un indicador, muy usado, para conocer la concentración total de solutos en la muestra. Dado que la mayoría de las aguas tiene una CE menor a un dS/m (milimho por centímetro), para trabajos de salinidad, esta unidad es la más conveniente.

En el nuevo Sistema Internacional (SI) la unidad para expresar la CE es el Siemen por metro (S/m). Un S/m es igual a 10 mmho/cm.

La conductividad eléctrica de una solución salina acuosa se incrementa con el aumento de la temperatura por cada grado Celsius. Por lo tanto la CE debe ser referida a una temperatura estándar de 25 °C por ajuste (tablas) o por un circuito interno dentro del equipo de conductividad.

6.3.2. Equipo y reactivos.

1. Equipo para medir la conductividad eléctrica.
2. Celda de conductividad con valor K conocido, tipo pipeta o tipo electrodo.
3. Solución de KCl 0.01 N ; CE = 1.412 mmho / cm a 25 °C.

6.3.3. Procedimiento.

1. Lavar la celda de conductividad con agua destilada.
2. Llenar celda de conductividad (si es tipo pipeta) con la muestra o sumergir si la celda es de tipo electrodo.
3. Leer el valor de la CE.
4. Controlar la constante de la celda y el rendimiento del equipo usando el estándar de KCl 0.01 N.

Nota:

Con los valores de la CE se pueden hallar algunas relaciones:

1. Concentración total de cationes o aniones en meq/L = 10 x CE en dS/m o 100 x CE en S/m.
2. Concentración de sales mg / L = 640 x CE en dS/m.

6.4. Cationes - aniones.

6.4.1. Determinación de cationes.

6.4.1.1. Principio.

La determinación de los cationes Ca, Mg, Na, K, Fe, Mn, Cu y Zn puede ser por aspiración directa de la muestra de agua dentro de la llama del equipo de absorción atómica o del fotómetro de llama. Los cationes de Ca y Mg pueden ser determinados, también, por titulación con EDTA por formación de complejos solubles estables.

6.4.1.2. Reactivos.

1. Espectrofotómetro de absorción atómica.
2. Estándares para la calibración del equipo de AA.
3. Solución de lantano al 1 % para Ca y Mg. Disolver 59 g de La_2O_3 en 50 mL de agua y lentamente adicionar 250 mL de HCl. Llevar a volumen final de 5 litros con agua destilada.
4. Para los cationes Na y K no hay necesidad de usar lantano.

6.4.1.3. Procedimiento.

1. Calibrar el equipo de acuerdo a su manual.
2. Leer la concentración de cada uno de los cationes.

6.4.2. Determinación de aniones.

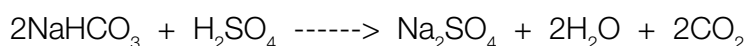
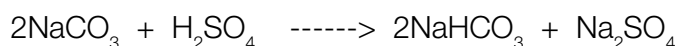
Para el caso de aniones, las técnicas analíticas de titulación son bastante buenas y precisas. La muestra de agua debe ser siempre clara. En casos de turbidez se procede, previa a la determinación, a la filtración o eliminación de esta turbidez.

6.4.2.1. Carbonatos y bicarbonatos.

Principio.

Los carbonatos y bicarbonatos en una solución pueden ser determinados por titulación de la muestra usando un ácido de normalidad conocida y los indicadores fenolftaleína y anaranjado de metilo o methyl orange. Cuando el color de la fenolftaleína desaparece, indica la mitad de la neutralización del carbonato. En este momento el indicador anaranjado de metilo es adicionado y se continúa con la titulación. Cuando el color cambia, el punto final para la completa neutralización del bicarbonato se ha alcanzado.

Las ecuaciones que representan son:



Reactivos.

1. H_2SO_4 1 N. Medir 27.17 mL de H_2SO_4 Q.P. $\delta = 1.84$ g/cc y llevar a 1L. A partir de esta solución preparar 0.01 N. H_2SO_4
2. Anaranjado de metilo o methyl orange al 0.1 %. Disolver 0.1 g del indicador en 100 mL de agua destilada.
3. Fenolftaleína al 0.25 %. Disolver 0.25 g de fenolftaleína en 100 mL de alcohol etílico al 50 %

Procedimiento.

1. En un Erlenmeyer poner una alícuota (50 mL) de muestra y 5 gotas de fenolftaleína. Si aparece un color rosado indica la presencia de carbonatos.
2. Si el carbonato está presente, títule con 0.01 N de H_2SO_4 desde una bureta hasta que la solución se vuelva incolora. Registrar el gasto de H_2SO_4 0.01 N. No descarte la muestra titulada.

3. Adicione 5 gotas de anaranjado de metilo o methyl orange.
4. Titular hasta el cambio a color naranja.
5. Registrar el gasto.

Cálculos:

Sea Y el volumen de H₂SO₄ 0.01 N gastado en presencia de la fenolftaleína.

Sea Z el volumen de H₂SO₄ 0.01 N gastado en presencia del anaranjado de metilo.

$$\text{CO}_3 \text{ meq/L} = \frac{2Y \times N \text{ del H}_2\text{SO}_4 \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

$$\text{HCO}_3 \text{ meq/L} = \frac{(Z - 2Y) \times N \text{ del H}_2\text{SO}_4 \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

6.4.2.2. Cloruros.

Titulación con Nitrato de plata (AgNO₃).

Principio.

El método de la titulación con nitrato de plata es el más común. Sin embargo, la titulación con nitrato de mercurio es otra alternativa. En este caso se describirán ambas alternativas.

Reactivos.

1. Solución de cromato de potasio al 5 %.
2. Solución de nitrato de plata (AgNO₃) 0.01 N. Secar aproximadamente 3 g de nitrato de plata a 105°C por dos horas. Enfriar en desecador. Pesar 1 g de nitrato de plata seco y llevar a volumen de 1 L con agua destilada.
3. Solución de NaCl 0.01 N. Disolver 0.585 g de la sal y llevar a volumen de 1 L.

Procedimiento.

1. Tomar alícuota de 10 mL a 20 mL.
2. Adicionar 4 gotas de la solución de cromato de potasio al 5 %.
3. Titular con la solución de nitrato de plata hasta la aparición de un color pardo rojizo permanente.
4. Correr un blanco tratando en la misma forma que la muestra.
5. Estandarización del AgNO₃:

Titular 10 mL de NaCl con la solución 0.01 N de AgNO₃ después de añadir 4 gotas de cromato de potasio.

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{10 \times N \text{ del NaCl}}{V \text{ de AgNO}_3}$$

Donde:

- N_{AgNO₃} = normalidad del AgNO₃
 N_{AgNO₃} = cantidad de AgNO₃ usado (mL)
 N_{NaCl} = normalidad del NaCl

Cálculos:

$$\text{Cl (meq/L)} = \frac{(\text{G-B}) \times \text{N} \times 1000}{\text{V}}$$

Donde:

G = volumen de 0.01 N AgNO₃ gastado en la muestra

B = titulación del blanco

N = Normalidad de la solución de AgNO₃

V = volumen de muestra tomada para titulación

Alternativa usando solución ácida de nitrato de mercurio.

Reactivos.

1. Solución concentrada de nitrato de mercurio.
Disolver 3.25 g. de Hg (NO₃)₂ en 0.05 N HNO₃ y llevar a volumen de 1000 mL.
2. Solución diluida ácida de nitrato de mercurio.
Tomar 50 mL de la solución concentrada y llevar a volumen de 1000 mL con HNO₃ 0.05 N 1 mL de esta solución se combinará con 35.45 microgramos de cloro (Cl).
3. Diphenylcarbazone al 0.5 %.
Disolver 0.5 g de diphenylcarbazone en 100 mL de etanol. Se debe conservar en refrigeración.
4. Solución estándar de Cl⁻.
Disolver 1.649 g de NaCl en agua y llevar a volumen de 1000 mL. Esta solución contiene 1000 mg. de Cl⁻ / L

Procedimiento.

1. Tomar una alícuota de la muestra (normalmente 10mL.). Adicionar 10 mL de HNO₃ 0.05 N más 0.5 mL de diphenylcarbazone.
2. Titular con solución diluida ácida de nitrato de mercurio. Registrar el gasto.
3. Controlar el valor de la titulación de la solución diluida ácida de nitrato de mercurio contra un estándar de 20 microgramos de cloruro / mL.

Cálculos:

$$\text{microgramos de Cl/mL} = \frac{\text{mL de Hg (NO}_3)_2 \text{ diluida} \times 35.45}{\text{mL de muestra}}$$

6.4.2.3. Sulfatos.

Principio.

Los sulfatos en las aguas de riego se cuantifican utilizando la medida de la turbidez generada por la reacción de los sulfatos presentes en el agua y el bario.

Para el caso de sulfatos existen varias alternativas. Una puede ser la descrita para el extracto de saturación en suelos o también lo descrito por Tabatabay y Bremer (1970) que consiste en lo siguiente:

Reactivos.

1. Gelatina libre de color.

2. Cloruro de bario ($\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).
Pesar 0.1 g de gelatina para laboratorio, libre de color y disolver en 100 mL de agua destilada caliente (60 - 70 °C) . Agitar. Enfriar a temperatura del ambiente. Adicionar 2.5 g de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, agitar hasta su completa disolución. Llevar a volumen de 500 mL.
3. Preparar solución estándar de 100 mg de $\text{S-SO}_4/\text{L}$, usando la sal K_2SO_4 .

Procedimiento.

1. Tomar alícuota de la muestra: 10 mL.
2. Llevar a volumen de 20 mL con agua destilada.
3. Adicionar 10 mL de la solución de gelatina y cloruro de bario.
4. Llevar a volumen final de 50 mL. Homogeneizar.
5. Dejar en reposo por 10 minutos. Leer transmitancia a 420 nm.
6. En paralelo desarrollar la curva de calibración, utilizando alícuota de 10 mL de los siguientes estándares: 0.0 – 0.4 – 0.8 – 1.6 – 2.4 – 3.2 mg de $\text{S-SO}_4/\text{L}$ preparados a partir de la solución de 100 mg de $\text{S-SO}_4/\text{L}$.

Cálculos:

$$\text{mg de S-SO}_4 / \text{L} = \frac{50 \times \text{lect. en curva}}{10}$$

6.4.2.4. Nitratos.

Principio.

El método presentado por Cataldo *et al.* (1975), es apropiado para la determinación de N-NO_3 en aguas.

Reactivos.

1. NaOH 4 N: 160 g/L. De preferencia preparar el mismo día.
2. Ácido salicílico / H_2SO_4 al 5 %: disolver 5 g de ácido salicílico en 95 mL de H_2SO_4 Q.P. Agitar por 30 minutos para disolver completamente. Preparar un día antes del análisis. Es estable por una semana.
3. Solución stock de nitratos: disolver 7.2227 g de KNO_3 / L de agua destilada. La concentración es de 1000 mg N-NO_3 / L. De esta solución stock preparar solución de trabajo de 50 mg N-NO_3 / L. Disolución de 50 mg/L preparar soluciones de: 0 – 2 – 4 – 6 – 8 – 10 – 12 – 16 – 32 mg N-NO_3 / L. Es estable por un mes.

Procedimiento.

1. Tomar alícuota de 0.5 mL para realizar análisis y seguir el procedimiento indicado para la curva.
2. Desarrollo de curva:
 - a) Alícuota de 0.5 mL de cada estándar en tubos de prueba de 20 – 30 mL.
 - b) Adicionar, durante agitación, 1 mL de solución de ácido salicílico.
 - c) Dejar en reposo por 30 minutos.
 - d) Mediante agitación constante adicionar 10 mL de NaOH 4 N. Reacción exotérmica.
 - e) Dejar en reposo hasta enfriamiento. Leer absorbancia a 410 – 420 nm.
 - f) Graficar resultados.

Cálculos:

$$\text{mg de N-NO}_3 / \text{L} = \frac{4 \times \text{lect. en curva}}{0.5}$$

VII.

BIBLIOGRAFIA

- A.O.A.C. 1965. Official Methods of Analysis. Washington
- Beaton, D.J., Burns. R.G., Plato, J. 1968. Determination of Sulphur in Soils and Plant Material. Technical Bulletin 14. The Sulphur Institute. London England.
- Bertsch, Floria. Bejarano, J.A., Corrales, M. 2005. Correlación entre soluciones extractoras KCl, Olsen modificado y Mehlich 3, usadas en el laboratorio de suelos de Costa Rica. *Agronomía Costarricense*, 29 (3): 137.142
- Bray, R.H. 1945. Soil plants relationships. Balanced fertilizer use through soil test for K and P. *SoilScience* 60:463-473
- Chapman, H.D. 1966. (Ed). Diagnostic criteria for plant and soil. Homer Chapman, Riverside, California.
- Cottenie, A., Verloo, M. and Velghe. 1979. Analytical Methods for Plants and Soils. Laboratory of Analytical and Agrochemistry. State University. Ghant-Belgium.
- De Coninck, Fr. 1980. Principles of soil and plant analysis. International Training Centre for Post Graduate Soil Scientists. Rijks universiteit. Gent, Belgium.
- Dewis. J. and F. Freitas. 1970 Physical and chemical methods of soil and water analysis. FAO. Soils bulletin N° 10. Rome.
- FAO. 1982 Micronutrientes and nutrient status of soils: a global study: FAO-Rome. 440p.
- Forsythe, Warren. 1975. Física de Suelos. Manual de Laboratorio. Instituto Interamericano de Ciencias Agrícolas. San José Costa Rica.
- García, A. 2003. Manual de Suelos Salinos. Corporación Misti S.A. Lima Perú.
- Hunter, H. Arvel. 1986. ASI Soil analysis methods for P, K, Cu, Fe, Mn, and Zn, using ASI extracting solution. Technical notes. Agro Services International. INC. Florida. 70 p.
- Kaira Yash. P. (ed). 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. CRC. Press, Boca Raton, Fl.
- Van Reeuwijk, L.P. (ed). 1986. Procedures for Soil Analysis. International Soil Reference and Information Centre. Wageningen The Netherlands.
- Pratt, P.F. and Bair, F.L. 1969. Sodium Hazard of Bicarbonate Irrigation Waters, Soil Science Society of American Proceedings. Vol 33-6
- Ryan, J., George Estefan and Abdul Rashid. 2001. Soil and Plant Analysis Laboratory Manual. Second Edition. Published by ICARDA and NARC. Aleppo, Syria. 110p.
- Salinas, J., R. García. 1985. Métodos químicos para el análisis de suelos ácidos y plantas forrajeras. CIAT. Programa de pastos tropicales. Cali. Colombia. 83 p
- Silva, Fabio Cesar da. (ed). 2009. Manual de análisis químicas de solos, plantas e fertilizantes. Embrapa Informacao Tecnologica. Brasilia, DF.
- Sparks, D.L. (ed). 1996. Methods of soil analysis. Part 3. Chemical Methods. Number 5 in the Soil Science Society of America Book Series, Soil Science Society of America, Inc. Madison, Wisconsin, USA, 1390 p
- Strawn, G.D., Bohn, H.L., OConnor, A.G. 2015. Soil Chemistry. Fourth Edition Wiley Blackwell. 375 pp
- Tan, Kim H. 2010. Principles of soil chemistry. 4th ed. CRC Press. Boca Raton, Fl.
- Tekalign, Tadesse, Haque, I and Aduayl, E.A. 1991. Soil, Plant, Water, Fertilizer, Animal Manure and Compost Analysis Manual. Plant Sci Division. Working Document 13. ILCA, Addis Ababa, Ethiopia.
- U.S. Dept. of Agriculture. Handbook N° 60: Saline and Alkali Soils.

