



**INSTITUTO DE INVESTIGACIONES AGROPECUARIAS
SERIE LA PLATINA Nº16**

MÉTODOS DE ANÁLISIS DE SUELOS

ANGELICA SADZAWKA R.

**ESTACION EXPERIMENTAL LA PLATINA
SANTIAGO, CHILE, 1990**

INTRODUCCION

Los métodos de análisis de suelos incluidos en este manual han sido cuidadosamente seleccionados en base a la información actualmente disponible. Sin embargo, debido al constante avance en la investigación de métodos nuevos o mejorados y en equipos de laboratorio, un manual como éste puede estar sujeto a continuos cambios.

Varios de los análisis descritos están orientados a la caracterización de suelos con fines de clasificación y correlación. Otros a detectar deficiencias o excesos de minerales y a proveer una base para las recomendaciones de fertilizantes.

En algunos casos se incluye más de una alternativa para determinar una característica del suelo. Esto abre la posibilidad de elegir, según el tipo de suelo y las facilidades disponibles, el método más adecuado.

Agradeceré cualquier sugerencia tendiente a mejorar tanto este manual como los métodos descritos e invito a todos los lectores a notificarme cualquier error que casi inevitablemente puede haberse escapado.

Angélica Sadzawka R.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCION	3
OBSERVACIONES TECNICAS	9
1. PREPARACION DE LA MUESTRA	11
1.1. Seca al aire	11
1.1.1. < 2 mm	11
1.1.2. Fragmentos gruesos de 2 - 20 mm	11
1.1.3. < 20 mm	11
1.1.4. Total	11
1.2. Húmeda	12
1.2.1. < 2 mm	12
1.2.2. Total	12
2. CONVENCIONES	13
2.1. Base de tamaño de la fracción	13
para informar los datos 13	
2.1.1. < 2 mm	13
2.1.2. > 2 mm, tamaño especificado	13
2.2. Base de humedad para informar los datos	13
2.2.1. Suelo seco a 105°C	13
2.2.2. Suelo seco al aire	13
3. HUMEDAD 15	
3.1. Pérdida de peso a 105°C	15
3.2. Saturación de agua	15
4. pH 17	
4.1. pH-H ₂ O, pH-KCl y pH-CaCl ₂	17
4.2. pH-NaF	18
5. CARBONO ORGANICO	19
5.1. Digestión con dicromato ácido I	19
5.1.1. Titulación con FeSO ₄	19
5.2. Digestión con dicromato ácido II	20
5.2.1. Titulación automática con FeSO ₄	20
6. NITROGENO	23
6.1. Digestión Kjeldahl I	23
6.1.1. Destilación de NH ₃	23
6.2. Digestión Kjeldahl II	25
6.2.1. Destilación de NH ₃	25
6.3. Extracción con KCl	27
6.3.1. Destilación de NH ₃	27

7.	CARBONATO DE CALCIO	31
7.1.	Visual, burbujeo de gas (cualitativo)	31
7.2.	Tratamiento con HCl y manometría	31
7.3.	Tratamiento con HCl y titulación	32
7.4.	Requerimiento de encalado	34
8.	YESO	37
8.1.	Extracción con agua y precipitación con acetona	37
8.1.1.	Calcio por EAA	37
8.1.2.	Conductividad eléctrica	39
8.2.	Requerimiento de yeso	41
9.	CAPACIDAD DE INTERCAMBIO DE CATIONES (CIC)	43
9.1.	Saturación con NaAc, pH 7,0, tubo de percolación	43
9.2.	Saturación con NH ₄ Ac, pH 7,0, tubo de percolación	49
9.3.	Saturación con NaAc, pH 8,2, filtración	53
9.4.	Por suma	55
9.4.1.	Suma de cationes	55
9.4.2.	CIC efectiva (CICE)	55
9.5.	Saturación con tiourea de plata	56
10.	BASES INTERCAMBIABLES	61
10.1.	Extracción con NH ₄ Ac, pH 7,0, tubo de percolación	61
10.2.	Extracción con NH ₄ Ac, pH 7,0, filtración	61
10.2.1.	Sin corregir	61
10.2.2.	Corregidas	63
10.3.	Extracción con tiourea de plata	63
11.	ACIDEZ	65
11.1.	Acidez y aluminio intercambiables (extracción con KCl 1 M)	65
11.2.	Acidez extraíble (extracción con BaCl ₂ -TEA)	68
12.	ALUMINIO, HIERRO, MANGANESO Y SILICIO	71
12.1.	Extracción con ditionito-citrato-bicarbonato	71
12.2.	Extracción con citrato-ditionito	74
12.3.	Extracción con oxalato ácido	76
12.4.	Extracción con pirofosfato de sodio	78
13.	SALES SOLUBLES	81
13.1.	Extracto de saturación	81
13.1.1.	pH	82
13.1.2.	Conductividad eléctrica	82
13.1.3.	Calcio y magnesio	82
13.1.3.1.	EAA	82
13.1.4.	Potasio y sodio	84
13.1.4.1.	EEL	84
13.1.5.	Carbonato y bicarbonato	85
13.1.5.1.	Titulación potenciométrica	85

13.1.6. Cloruro	86
13.1.6.1. Titulación potenciométrica	86
13.1.7. Sulfato.....	88
13.1.7.1. Turbidimetría.....	88
13.1.7.2. Colorimetría	89
13.2. Extracto 1:5	91
13.2.1. pH.....	91
13.2.2. Conductividad eléctrica.....	91
13.2.3. Calcio y magnesio	91
13.2.3.1. EAA.....	91
13.2.4. Potasio y sodio	92
13.2.4.1. EEL.....	92
13.2.5. Carbonato y bicarbonato	93
13.2.5.1. Titulación potenciométrica	93
13.2.6. Cloruro	93
13.2.6.1. Titulación potenciométrica	93
13.2.7. Sulfato.....	94
13.2.7.1. Turbidimetría.....	94
13.2.7.2. Colorimetría	94
14. FOSFORO	95
14.1. Extracción con NaHCO_3 1 M, pH 8,5 (Olsen <i>et al.</i>)	95
14.2. Extracción con $\text{NH}_4\text{F-HCl}$ (Bray y Kurtz I)	97
14.3. Retención de fosfato (Blakemore <i>et al.</i>)	99
14.4. Fósforo total	101
15. MICRONUTRIENTES	103
15.1. Extracción con DTPA	103
16. BORO.....	105
16.1. Extracción con agua caliente.....	105
16.1.1. Colorimetría con azometina-H.....	105
16.2. Extracto de saturación.....	106
16.2.1. Colorimetría con azometina-H.....	106
17. ANALISIS QUIMICO ELEMENTAL	107
17.1. Fusión alcalina.....	107
17.2. Disolución con HF	108
18. TAMAÑO DE PARTICULAS	111
18.1. Velocidad de sedimentación (método de la pipeta)	111
19. RELACIONES Y ESTIMACIONES.....	119
19.1. Saturación básica 119	
19.1.1. Bases y CIC	119
19.2. Saturación de sodio	119
19.2.1. Na de intercambio y CIC	119
19.2.2. Na, Ca y Mg solubles	119
19.3. Relación de adsorción de sodio (RAS)	120
19.3.1. Extracto de saturación	120
19.3.2. Extracto 1:5.....	120
19.4. Sales totales estimadas	121

19.5. Saturación de aluminio	121
19.5.1. Aluminio y CIC efectiva	121
19.6. Contenido de alofán	121
19.6.1. Silicio oxalato	121
REFERENCIAS	122
APENDICE 1. Propiedades, cuidado y usos del material de platino	123
APENDICE 2. Almacenamiento y tratamiento del ácido perclórico	125
APENDICE 3. Estandarización de soluciones de HCl y H ₂ SO ₄	126
APENDICE 4. Estandarización de soluciones de NaOH y KOH	127
APENDICE 5. Preparación de soluciones estándares	128
APENDICE 6. Valores aprox. de ácidos concentrados y amoníaco	130

OBSERVACIONES TECNICAS

Cuando se menciona agua se refiere a agua desmineralizada o desionizada. En todos los casos se puede usar agua destilada pero solamente cuando es esencial se establece específicamente.

Se han tratado de usar las unidades del Sistema Internacional (SI), sin embargo unidades como contenidos en % se han empleado por conveniencia. Se ha evitado el uso del término N como solución "normal" para preferir el término M como solución "molar".

Para convertir a las unidades SI puede usarse la lista siguiente:

Parámetro	Unidades no SI		Unidades SI	Denominación
Bases extraíbles o intercambiables	meq/100 g	=	cmol(+)/kg	centimoles de carga positiva por kilogramo
Cationes solubles	meq/L	=	mmol(+)/L	milimoles de carga positiva por litro
Aniones solubles	meq/L	=	mmol(-)/L	milimoles de carga negativa por litro
Conductividad eléctrica	mmhos/cm	=	ds/m	decisiemens por metro

1. PREPARACION DE LA MUESTRA

1.1. SECA AL AIRE

1.1.1. < 2 mm

Esparcir la muestra de terreno en una bandeja de plástico. Disgregar manualmente los terrones, eliminando los residuos grandes de plantas. Secar al aire o en una estufa con aire forzado a no más de 40°C. Una vez seca, pesar la muestra total y tamizarla a través de un tamiz de 2 mm. Los terrones que no pasan por el tamiz se desintegran (no se muelen) en un mortero y se tamiza nuevamente. Los fragmentos que permanecen en el tamiz se pesan y se informan como la fracción > 2 mm. La fracción < 2 mm se homogeniza y constituye la muestra que se somete a los procedimientos analíticos usuales. En algunos análisis se recomienda el uso de material < 0,5 mm. Para este propósito, moler alrededor de 20 g de muestra < 2 mm y pasarla totalmente a través de un tamiz de 0,5 mm.

La fracción > 2 mm puede ser tratada, si es necesario, según 1.1.2.

1.1.2. FRAGMENTOS GRUESOS DE 2 - 20 mm

Tamizar la fracción > 2 mm proveniente de 1.1.1. por un tamiz de 20 mm. Moler la fracción de 2 - 20 mm en un mortero hasta que pase totalmente por un tamiz de 2 mm.

1.1.3. < 20 mm

Mezclar bien la muestra proveniente de 1.1.2. con la fracción < 2 mm de 1.1.1.

1.1.4. TOTAL

Esparcir la muestra de terreno en una bandeja de plástico y secar al aire o en una estufa con aire forzado a no más de 40°C. Moler en un molino hasta que la muestra pase totalmente por un tamiz de 2 mm.

1.2. HUMEDA

1.2.1. < 2 mm

Forzar manualmente a la muestra con la humedad de terreno a pasar a través de un tamiz de 2 mm, usando un pistilo de goma. Si la muestra está muy húmeda, secarla al aire sólo lo suficiente para poder tamizarla.

1.2.2. TOTAL

Mezclar bien toda la muestra de terreno en una bolsa de plástico. Colocar en una segunda bolsa de plástico y almacenar en un recipiente adecuado.

Referencias

USDA (1982).
Van Reeuwijk (1986).

2. CONVENCIONES

2.1. BASE DE TAMAÑO DE LA FRACCIÓN PARA INFORMAR LOS DATOS

2.1.1. < 2 mm

Todos los datos se informan en base a la fracción del suelo < 2 mm, a menos que se especifique de otra manera.

2.1.2. > 2 mm, TAMAÑO ESPECIFICADO

El tamaño máximo de los fragmentos > 2 mm varía. La base usualmente incluye fragmentos tan grandes como 75 mm, si están presentes en el suelo. El tamaño máximo para fragmentos mayores de 75 mm se decide durante el muestreo. Se ha establecido, por definición, que el suelo no incluye material mayor de 250 mm de diámetro.

2.2. BASE DE HUMEDAD PARA INFORMAR LOS DATOS

2.2.1. SUELO SECO A 105°C

Los resultados de los análisis deben calcularse e informarse en base al suelo seco a 105°C, a menos que se especifique de otra manera.

2.2.2. SUELO SECO AL AIRE

Los resultados de los análisis orientados a obtener información sobre la fertilidad del suelo suelen informarse en base al suelo seco al aire.

3. HUMEDAD

3.1. PERDIDA DE PESO A 105°C

Principio

El suelo se seca a una temperatura de 105°C. Se supone que la pérdida de peso es agua; sin embargo, en algunos suelos, una pequeña parte de la materia orgánica se descompone a esa temperatura, pero normalmente ésta no es una fuente importante de error.

Procedimiento

1. Pesar exactamente 10-20 g de suelo (exactitud 0,01 g) en un recipiente de vidrio o de metal con tapa, limpio, seco y pre-pesado.
2. Secar destapado durante la noche a 105°C.
3. Retirar de la estufa, tapar, enfriar en desecador y pesar.

Cálculos

El contenido de humedad del suelo es:

$$\text{Humedad (\%)} = \frac{a - b}{b - c} \times 100$$

donde:

- a = peso en g del suelo seco al aire + recipiente
- b = peso en g del suelo seco a 105°C + recipiente
- c = peso en g del recipiente.

El factor de corrección por humedad (fh) para los resultados analíticos es:

$$f_h = \frac{100 + \text{humedad (\%)}}{100}$$

El cálculo del peso de suelo seco a 105°C a partir de un peso de suelo seco al aire es:

$$\text{Peso de suelo seco a 105°C} = \frac{\text{peso de suelo seco al aire}}{f_h}$$

3.2. SATURACION DE AGUA

Tomar 1 ó 2 cucharadas de pasta saturada preparada para el extracto de saturación (13.1.) y determinar el contenido de humedad según 3.1. El contenido de humedad así determinado corresponde al porcentaje de saturación de agua del suelo.

4. pH

4.1. pH-H₂O, pH-KCl Y pH-CaCl₂

Principio

El pH del suelo se mide potenciométricamente en el sobrenadante de una suspensión de una mezcla sólido:líquido en la proporción de 1:2,5. El líquido puede ser agua (pH-H₂O), KCl 1 M (pH-KCl) o CaCl₂ 0,01 M (pH-CaCl₂).

Equipos

Medidor de pH con un electrodo combinado de vidrio-calomelano.
Agitador recíproco.

Reactivos

Cloruro de potasio 1 M.

Disolver 74,5 g de KCl en agua y diluir a 1 L.

Cloruro de calcio 0,01 M.

Disolver 1,47 g de CaCl₂.2H₂O en agua y diluir a 1 L.

Soluciones tampones de pH 4,00, 7,00 y 9,00 (o 10,00).

Diluir ampollas concentradas estándares según las instrucciones.

Procedimiento

1. Pesar 20 g de suelo (exactitud 0,1 g) en un frasco de plástico de boca ancha.
2. Agregar 50 ml de líquido y tapar el frasco.
3. Agitar durante 2 horas.
4. Antes de destapar el frasco agitar a mano.
5. Introducir el electrodo en la parte superior de la suspensión.
6. Leer el pH una vez estabilizada la lectura (exactitud 0,1 unidades).

Advertencias: Antes de leer, calibrar el medidor de pH en el rango de medida. Debido a las diferencias en las pendientes de la línea de calibración, las medidas fuera del rango de calibración pueden ser erróneas. Las soluciones tampones no deben guardarse por mucho tiempo, especialmente las de pH 9 y 10, porque son sensibles al CO₂.

Nota: Después de la medida del pH, medir también la conductividad eléctrica del extracto (CE2,5), para decidir si es necesario o no el lavado previo en la determinación de las bases intercambiables (método 10.1.) y de la CIC (método 9.1. ó 9.2.). Para el procedimiento de medición ver 13.2.2.

4.2. pH-NaF

Principio

La presencia de "Al activo" en suelos puede ser detectada midiendo el aumento de pH de una solución molar de NaF después de 2 minutos de reacción con el suelo en una relación de 50:1.

Equipos

Medidor de pH con un electrodo combinado de vidrio-calomelano.
Cronómetro.

Reactivos

Fenolftaleína 0,1%, solución indicadora.

Disolver 100 mg de fenolftaleína en 100 ml de etanol 95 %.

Fluoruro de sodio 1 M (solución saturada).

Agregar 1 L de agua a 45 g de NaF en un frasco plástico. Dejar reposar durante 2 días, agitándolo ocasionalmente. Al tercer día, después que el exceso ha sedimentado, transferir una alícuota de 50 ml a un vaso de 100 ml y medir el pH, el cual debe estar entre 7,2 y 8,1. Agregar 3 a 5 gotas de solución indicadora de fenolftaleína a 0,1% y titular con solución estándar de NaOH 0,01 M hasta color rosado. El gasto debe ser menor de 1,25 ml de NaOH (correspondiente a 0,25 meq de acidez titulable). Si no se cumple cualquiera de estos dos requisitos usar otra fuente de NaF.

Procedimiento

1. Pesar 1 g de suelo (exactitud 0,05 g) en un vaso de 100 ml. Nota: cuando se usa muestra húmeda debe pesarse 1 g x factor de corrección por humedad.
2. Agregar 50 ml de NaF 1 M y empezar a cronometrar.
3. Agitar la suspensión durante un minuto.
4. Introducir el electrodo en la parte superior de la suspensión.
5. Continuar agitando y leer el pH exactamente a los 2 minutos de agregada la solución de NaF.
6. Opcionalmente leer nuevamente el pH después de 60 minutos.

Advertencia: El pH también aumenta por reacción del NaF con gibbsita y calcita.

Referencias

van Reeuwijk (1986).

5. CARBONO ORGANICO

5.1. DIGESTION CON DICROMATO ACIDO I

5.1.1. TITULACION CON FeSO_4

Principio

Se sigue el procedimiento de Walkley y Black. Esto involucra una combustión húmeda de la materia orgánica con una mezcla de dicromato de potasio y ácido sulfúrico. Después de la reacción se titula el dicromato residual con sulfato ferroso.

Reactivos

Dicromato de potasio 0,1667 M, solución estándar.

Disolver 49,04 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (seco a 105°C) en agua y diluir a 1 L.

Acido sulfúrico concentrado, H_2SO_4 96%.

Acido fosfórico concentrado, H_3PO_4 85%.

Difenilamina sulfonato de bario 0,16%, solución indicadora.

Disolver 1,6 g de difenilamina sulfonato de bario en 1 L de agua.

Sulfato ferroso 1 M (aproximadamente).

Disolver 278 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en alrededor de 750 ml de agua, agregar 15 ml de H_2SO_4 y diluir a 1 L con agua.

Procedimiento

1. Pesar 1 g de suelo tamizado por 0,5 mm (exactitud 0,01 g) en un matraz erlenmeyer. Incluir una muestra de referencia. Nota: En el caso de muestras con más de 2,5% C pesar proporcionalmente menor cantidad de muestra.
2. Agregar 10,00 ml de solución de dicromato. Incluir 2 blancos (matraces erlenmeyer sin suelo) para estandarizar la solución de sulfato ferroso.
3. Cuidadosamente agregar 20 ml de ácido sulfúrico, agitar el frasco y dejar reposar por 30 minutos bajo campana.
4. Agregar alrededor de 250 ml de agua, 10 ml de ácido fosfórico con una probeta y dejar enfriar.
5. Agregar 1 ml de indicador y titular con solución de sulfato ferroso mientras se agita la mezcla. Cerca del punto final el color marrón llega a ser púrpura o azul violáceo. En el punto final el color cambia bruscamente a verde. Si se han reducido más de 8 ml de dicromato o, en otras palabras, si se gastan menos de 2 ml de sulfato ferroso, repetir la determinación con menos suelo. Nota: El punto final es fácilmente sobre pasado, en este caso agregar 0,50 ml de solución de dicromato y titular de nuevo gota a gota (deben adaptarse los cálculos).

Cálculos

El contenido de carbono del suelo es:

$$C (\%) = \frac{v1 - v2}{s} \times M \times 0,39 \times fh$$

donde:

- v1 = ml de solución de sulfato ferroso gastados en el blanco
- v2 = ml de solución de sulfato ferroso gastados en la muestra
- M = molaridad de la solución de sulfato ferroso (de la titulación del blanco)
- 0,39 = $3 \times 100 \times 1,3 / 1000$ (3 = peso equivalente del carbono)
- s = peso en g de la muestra seca al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

Nota: El factor 1,3 es un factor de compensación por la combustión incompleta de la materia orgánica en este procedimiento.

La conversión del % de carbono a % de materia orgánica se realiza con el factor empírico de 2:

$$\text{materia orgánica (\%)} = 2 \times \text{carbono (\%)}$$

Nota: Originalmente se usaba un factor de conversión de 1,72 pero hay indicaciones de que el factor de 2 es más apropiado.

Referencias

van Reeuwijk (1986).

5.2. DIGESTION CON DICROMATO ACIDO II

5.2.1. TITULACION AUTOMATICA CON FeSO_4

Principio

Se sigue el procedimiento de Walkley y Black. Esto involucra una combustión húmeda de la materia orgánica con una mezcla de dicromato de potasio y ácido sulfúrico. Después de la reacción se titula el dicromato residual con sulfato ferroso.

Reactivos

Dicromato de potasio 0,1667 M, solución estándar.

Disolver 49,04 g de $K_2Cr_2O_7$ (seco a $105^\circ C$) en agua y diluir a 1 L.

Acido sulfúrico concentrado, H_2SO_4 96%.

Sulfato ferroso 1,0 M.

Disolver 280 g de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ en agua, agregar 80 ml de H_2SO_4 conc., enfriar y diluir a 1 L.

Procedimiento

1. Transferir 1 g (exactitud 0,01 g) de suelo tamizado por 2 mm a un vaso para titular. Incluir una muestra de referencia. Nota: En muestras con más de 2,5% de C pesar proporcionalmente menor cantidad de muestra.
2. Agregar 10,00 ml de $K_2Cr_2O_7$ 0,1667 M. Incluir 2 blancos para estandarizar la solución de sulfato ferroso.
3. Agregar cuidadosa y rápidamente 20 ml de H_2SO_4 , dirigiendo el chorro a la solución. Inmediatamente agitar con vigor o colocar en un agitador rotatorio por 1 minuto. Dejar reposar sobre una plancha aislante, bajo campana, por 30 minutos.
4. Agregar 180 ml de agua
5. Titular con $FeSO_4$ hasta un voltaje de 630 mV. Si se han reducido más de 8 ml de dicromato o, en otras palabras, si se gastan menos de 2 ml de $FeSO_4$ repetir la determinación con menos suelo.

Cálculos

$$C (\%) = \frac{v1 - v2}{s} \times M \times 0,39 \times fh$$

donde:

v1 = ml de $FeSO_4$ gastados en el blanco

v2 = ml de $FeSO_4$ gastados en la muestra

M = molaridad del $FeSO_4$

0,39 = $3 \times 100 \times 1,3/1000$ (3 = peso equivalente del carbono)

s = peso en g de la muestra seca al aire

fh = factor de corrección por humedad.

Nota: El factor 1,3 es un factor de compensación por la combustión incompleta de la materia orgánica en este procedimiento.

La conversión del % de carbono a % de materia orgánica se realiza con el factor empírico de 2:

$$\text{materia orgánica (\%)} = 2 \times \text{carbono (\%)}$$

Nota: Originalmente se usaba un factor de conversión de 1,72 pero hay indicaciones de que el factor de 2 es más apropiado.

Referencias

USDA (1982).

6. NITROGENO

6.1. DIGESTION KJELDALH I

6.1.1. DESTILACION DE NH₃

Principio

Se sigue el procedimiento Kjeldahl. Se digiere la muestra en ácido sulfúrico y el nitrógeno orgánico es convertido en sulfato de amonio. Luego la solución se alcaliniza, se destila el NH₃, el cual es atrapado en ácido bórico y titulado con ácido. Este procedimiento determina todo el nitrógeno (incluso el NH₄ adsorbido) excepto el que está en forma de nitrato.

Equipos

Digestor.
Destilador de nitrógeno.

Reactivos

Acido sulfúrico concentrado, H₂SO₄ 96%.

Mezcla catalítica.

Mezclar moliendo en un mortero aprox. 100 g de Na₂SO₄ anhidro, 10 g de CuSO₄.5H₂O y 1 g de Se en polvo.

Hidróxido de sodio 25%.

Disolver 1,25 kg de NaOH en pellets en aprox. 2 L de agua. Enfriar la solución con el frasco tapado para evitar la absorción de CO₂. Diluir a 5 L con agua recién hervida y enfriada. Mezclar bien y guardar protegido del CO₂ ambiental.

Solución indicadora.

Disolver 0,13 g de rojo de metilo y 0,20 g de verde de bromocresol en 200 ml de etanol 96%.

Solución de ácido bórico-indicador.

Disolver 10 g de ácido bórico en aprox. 900 ml de agua caliente, enfriar y agregar 20 ml de solución indicadora. Diluir a 1 L con agua y mezclar bien.

Acido clorhídrico 0,010 M, estándar.

Diluir una ampolla concentrada estándar según las instrucciones.

Procedimiento

Digestión

1. Pesar 1 g de suelo tamizado por 0,5 mm (exactitud 0,01 g) en un tubo de digestión. En los suelos ricos en materia orgánica pesar 0,5 g. En cada serie, incluir una muestra de referencia y 2 blancos (tubos sin suelo).

2. Agregar alrededor de 1 g de mezcla catalítica, mezclar bien y lavar con una pequeña cantidad de agua, suficiente para humedecer la mezcla.
3. Agregar 8 ml de H_2SO_4 y mezclar.
4. Colocar los tubos en el digestor y digerir. Una vez que la solución esté clara continuar calentando por otros 30 minutos.
5. Sacar los tubos del digestor, dejar enfriar y agregar alrededor de 30 ml de agua mientras se agita.

Destilación

1. Agregar 25 ml de solución de ácido bórico-indicador en un matraz de 150 ml y colocar éste bajo el extremo del condensador.
2. Agregar 50 ml de NaOH 25% al tubo de digestión y destilar durante 7 minutos aprox.
3. Sacar el matraz del destilador, lavar el extremo del condensador y titular el destilado con HCl 0,01 M hasta que el color cambie de verde a rosado. (Cuando se usa titulador automático colocar el punto final a pH 4,6.)

Cálculos

$$N (\%) = \frac{a - b}{s} \times M \times 1,4 \times fh$$

donde:

- a = ml de HCl gastados en la muestra
- b = ml de HCl gastados en el blanco
- M = molaridad del HCl
- 1,4 = $14 \times 100 / 1000$ (14 = peso atómico del nitrógeno)
- s = peso en g de la muestra seca al aire
- f = factor de corrección por humedad.

Referencias

- Van Reeuwijk (1986).
- ISRIC (1989).

6.2. DIGESTION KJELDALH II

6.2.1. DESTILACION DE NH₃

Principio

Se sigue el procedimiento Kjeldalh modificado con ácido salicílico y tiosulfato para incluir nitrato y nitrito. La muestra se trata con ácido salicílico disuelto en H₂SO₄ y los nitro compuestos formados por reacción del ácido salicílico con los nitratos se reducen a los amino compuestos correspondientes por calentamiento con tiosulfato de sodio antes de la digestión Kjeldalh.

Equipos

Digestor.
Destilador de nitrógeno.

Reactivos

Acido salicílico en ácido sulfúrico.

Disolver 25 g de ácido salicílico en 1 L de H₂SO₄ conc.

Tiosulfato de sodio.

Moler cristales de Na₂S₂O₃.5H₂O hasta que pasen un tamiz de 250 um.

Mezcla catalítica.

Mezclar 200 g de K₂SO₄, 20 g de CuSO₄.5H₂O y 2 g de Se. Moler los reactivos separadamente antes de mezclar y moler la mezcla en un mortero para pulverizar el queque que se forma durante la mezcla.

Hidróxido de sodio 20%.

Disolver 1 kg de NaOH en aprox. 4 L de agua hervida y fría. Enfriar y diluir a 5 L. Almacenar protegido del CO₂ ambiental.

Solución indicadora.

Disolver 0,099 g de verde de bromocresol y 0,066 g de rojo de metilo en 100 ml de alcohol.

Acido bórico 1% con indicador.

Disolver 50 g de H₃BO₃ en aprox. 4 L de agua caliente. Enfriar y agregar 100 ml de solución indicadora. Agregar NaOH 0,1 M gota a gota hasta tinte púrpura (pH alrededor de 5,0) y diluir a 5 L. Mezclar bien antes de usar.

Acido sulfúrico 0,005 M, solución estándar.

Diluir una ampolla estándar concentrada según las instrucciones.

Procedimiento

1. Colocar 0,5 g (exactitud 0,001 g) de suelo tamizado por 0,5 mm en un tubo de digestión de 250 ml. En los suelos ricos en materia orgánica pesar 0,2 g. En cada serie incluir una muestra de referencia y 2 blancos (tubos sin suelo).

2. Agregar 4 ml de ácido salicílico en ácido sulfúrico y mezclar bien.
3. Dejar reposar algunas horas (o durante la noche).
4. Agregar 0,5 g de tiosulfato de sodio a través de un embudo seco con un vástago largo que alcance justo sobre la mezcla.
5. Calentar cuidadosamente hasta que cese el desprendimiento de espuma. Enfriar.
6. Agregar 1,1 g de mezcla catalítica y digerir hasta que la solución está clara. Enfriar.
7. Agregar aprox. 20 ml de agua y conectar al destilador.
8. Destilar con aprox. 40 ml de NaOH 20% y recibir el destilado en 60 ml de H_3BO_3 1% con indicador.
9. Titular con H_2SO_4 0,005 M hasta que el color cambie de verde a rosado.
Nota: La titulación puede realizarse con un titulador automático titulando hasta el pH original del ácido bórico (en este caso no es necesaria la adición de solución indicadora).

Cálculos

$$N (\%) = \frac{a - b}{s} \times M \times 2,8 \times fh$$

donde:

- a = ml de H_2SO_4 gastados en la muestra
- b = ml de H_2SO_4 gastados en el blanco
- M = molaridad del H_2SO_4
- 2,8 = $14 \times 2 \times 100 / 1000$ (14 = peso atómico del nitrógeno)
- s = peso en g del suelo seco al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

Referencia

Bremmer y Mulvaney en: Page (1982).

6.3. EXTRACCION CON KCl

6.3.1. DESTILACION DE NH_3

Principio

El suelo se trata con KCl 2 M que extrae NH_4^+ intercambiable y NO_3^- (y NO_2^- que puede estar presente en cantidades detectables en suelos que han recibido fertilizantes productores de NH_4^+). El NH_4^+ se determina por destilación con MgO; el NO_3^- por destilación con MgO y aleación Devarda después de destruir el NO_2^- con ácido sulfámico y de eliminar el NH_4^+ por destilación con MgO; el ($\text{NH}_4^+ + \text{NO}_3^-$) por destilación con MgO y aleación Devarda después de destruir el NO_2^- con ácido sulfámico; el ($\text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-$) por destilación con MgO y aleación Devarda después de eliminar el NH_4^+ por destilación con MgO; el ($\text{NH}_4^+ + \text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-$) por destilación con MgO y aleación Devarda.

Equipos

Destilador de nitrógeno.

Reactivos

Cloruro de potasio 2 M.

Disolver 1,5 kg de KCl en 8 L de agua y diluir a 10 L.

Oxido de magnesio.

Calentar MgO en una mufla a 600-700°C por 2 horas. Enfriar en desecador y guardar en un frasco herméticamente cerrado.

Indicador mezclado.

Disolver 0,300 g de verde de bromocresol y 0,165 g de rojo de metilo en 500 ml de etanol.

Hidróxido de sodio 0,05 M.

Disolver 0,2 g de NaOH en agua y diluir a 100 ml.

Acido bórico con indicador.

Disolver 20 g de H_3BO_3 en aprox. 700 ml de agua caliente. Enfriar y transferir a un matraz volumétrico de 1 L que contiene 200 ml de etanol y 20 ml de indicador mezclado. Agregar NaOH 0,05 M cuidadosamente hasta que se detecte un cambio de color de rosado a verde claro cuando se trata 1 ml de solución con 1 ml de agua. Diluir a 1 L.

Aleación Devarda.

Moler aleación Devarda hasta que pase un tamiz de 300 mesh. Almacenar en un frasco herméticamente cerrado.

Acido sulfámico 2%.

Disolver 2 g de $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ en 100 ml de agua. Guardar en refrigerador.

Acido sulfúrico estándar 0,0025 M.

Diluir una ampolla estándar concentrada según las instrucciones.

Solución estándar de N-(NH₄ + NO₃), 50 mg/L de cada forma de N.

Disolver 0,236 g de (NH₄)₂SO₄ y 0,361 g de KNO₃ en agua y diluir a 1 L. Guardar en refrigerador.

Solución estándar de N-(NH₄ + NO₃ + NO₂), 50 mg/L de cada forma de N.

Disolver 0,236 de (NH₄)₂SO₄, 0,361 g de KNO₃ y 0,123 g de NaNO₂ en agua y diluir a 1 L. Guardar en refrigerador.

Procedimiento

1. Pesar 5 g de suelo (exactitud 0,01 g). Incluir 2 blancos.
2. Agregar 50 ml de KCl 2 M y agitar por 1 hora.
3. Dejar sedimentar hasta que el sobrenadante esté claro (usualmente 30 minutos). Si el extracto no se analizará dentro de las 24 horas, filtrar por papel filtro Whatman N° 42 y guardar el filtrado en el refrigerador.

I. Procedimiento en presencia de nitrito

I.1. Nitrógeno-amonio.

Agregar 5 ml de ácido bórico con indicador a un matraz erlenmeyer de 50 ml marcado a 30 ml y colocarlo bajo el condensador del destilador de modo que el extremo del condensador quede alrededor de 4 cm sobre la superficie de la solución. Pipetear 10-20 ml del extracto de suelo en el matraz de destilación y agregar 0,2 g de MgO a través de un embudo de vástago lo suficientemente largo para alcanzar el bulbo del matraz. Conectar el matraz al destilador y destilar. Cuando el destilado alcance la marca de 30 ml en el matraz receptor detener la destilación, lavar el extremo del condensador y titular con H₂SO₄ 0,0025 M hasta que el color cambie de verde a un rosado permanente.

I.2. Nitrógeno-(nitrato + nitrito).

Después de eliminar el N-NH₄ del extracto según I.1., agregar 0,2 g de aleación Devarda al matraz de destilación y destilar. Titular como en I.1.

I.3. Nitrógeno-(amonio + nitrato + nitrito).

Proceder como en I.1. pero agregar 0,2 g de aleación Devarda al matraz de destilación inmediatamente después de la adición de MgO y antes de conectar el matraz al destilador.

I.4. Nitrógeno-(amonio + nitrato).

Proceder como en I.3. pero tratar la muestra en el matraz de destilación con 1 ml de ácido sulfámico 2% y agitar unos segundos para destruir el NO₂⁻ antes de la adición de MgO y de Aleación Devarda.

I.5. Nitrógeno-nitrato.

Proceder como en I.2. pero realizar el análisis sobre una muestra que ha sido tratada con ácido sulfámico para destruir el NO₂⁻ como se describe en I.4.

II. Procedimiento en ausencia de nitrito.

II.1. Nitrógeno-amonio.
Proceder como en I.1.

II.2. Nitrógeno-nitrato
Proceder como en I.2.

II.3. Nitrógeno-(amonio + nitrato).
Proceder como en I.3.

Nota: Los métodos descritos pueden chequearse analizando 5 ml de las soluciones estándares de N-(NH₄ + NO₃) y de N-(NH₄ + NO₃ + NO₂).

Cálculos

$$N \text{ (mg/kg)} = \frac{(a-b) \times M \times 1.400.000}{A \times s} \times fh$$

donde:

- a = ml de H₂SO₄ gastados en titular la muestra
- b = ml de H₂SO₄ gastados en titular el blanco
- M = molaridad del H₂SO₄
- A = ml de alícuota de extracto
- s = peso en g del suelo seco al aire
- fh = factor de corrección por humedad

Referencias

Keeney y Nelson en: Page (1982).

7. CARBONATO DE CALCIO

7.1. VISUAL, BURBUJEO DE GAS (CUALITATIVO)

Agregar algunas gotas de H_2SO_4 6 N a una porción de suelo y observar bajo una lupa. La evolución de burbujas de gas indica la presencia de $CaCO_3$.

7.2. TRATAMIENTO CON HCl Y MANOMETRIA

Principio

El suelo se trata con HCl diluido y el dióxido de carbono desprendido se mide por desplazamiento de una columna de mercurio conectada al recipiente de reacción.

El método no distingue entre las diferentes formas de carbonato pero, para los propósitos del cálculo, se asume que el carbonato de calcio es el más común en los suelos y los resultados se informan como "equivalente de carbonato de calcio".

Reactivos

Acido clorhídrico 1:1

Agregar 500 ml de HCl concentrado a 500 ml de agua.

Carbonato de calcio

Secar $CaCO_3$ en polvo a $150^\circ C$ por 2 horas.

Procedimiento

1. Colocar 15 ml de HCl 1:1 en un frasco de vidrio de boca ancha de 250 ml.
2. Pesar 5 g de suelo (exactitud 0,1 g) en un recipiente de plástico de 10-20 ml y colocarlo en el interior del frasco cuidando que el suelo no tome contacto con el HCl 1:1. Si el suelo tiene más de 10% de $CaCO_3$ pesar una cantidad proporcionalmente menor. Para la curva de calibración pesar 0,00-0,10-0,20-0,30-0,40-0,50 g de $CaCO_3$ seco.
3. Conectar el frasco a un manómetro de mercurio, equilibrar el sistema a la presión ambiental y cerrar el manómetro.
4. Agitar el frasco de modo que se vuelque el recipiente y quede en contacto el suelo con el HCl 1:1 y continuar agitando hasta obtener en el manómetro una lectura constante.

Nota: Es importante que tanto las muestras como la curva sean determinadas a la misma temperatura.

Cálculos

Dibujar una curva de calibración de g de CaCO_3 contra la lectura y calcular los g de CaCO_3 en la muestra.

$$\text{CaCO}_3 \text{ equivalente (\%)} = \frac{a}{s} \times 100 \times fh$$

donde:

- a = g de CaCO_3 calculados en la muestra
- s = peso en g de la muestra seca al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

7.3. TRATAMIENTO CON HCl Y TITULACION

Principio

Se usa el método de Piper o de la neutralización ácida. La muestra se trata con ácido diluido y se titula el ácido residual (no neutralizado por el carbonato). Los resultados se informan como "equivalente de carbonato de calcio" porque la disolución no es selectiva para la calcita, ya que otros carbonatos como la dolomita también se disuelven.

Equipos

Agitador recíproco.

Reactivos

Acido clorhídrico 1 M.

Agregar aprox. 4 L de agua a un matraz erlenmeyer graduado. Lentamente agregar 425 ml de HCl concentrado bajo agitación constante. Enfriar diluir a 5 L con agua.

Acido clorhídrico 0,500 M, solución estándar.

Diluir una ampolla de solución concentrada según las instrucciones.

Hidróxido de sodio 0,5 M, solución estandarizada.

Disolver 20 g de NaOH en 1 L de agua. Estandarizar titulando esta solución inmediatamente antes del uso con HCl 0,500 M estándar y fenolftaleína como indicador.

Fenolftaleína 0,1%, solución indicadora.

Disolver 100 mg de fenolftaleína en 100 ml de etanol 95%.

Procedimiento

1. Pesar 5 g de suelo (exactitud 0,01 g) en una botella agitable. Incluir 2 blancos (sin suelo) y una muestra de referencia o 500 mg de CaCO_3 en polvo. Nota: Si el contenido de carbonato es > 50% pesar 2,5 g de suelo.
2. Agregar 100 ml de HCl 1 M con una pipeta y agitar.
3. Agitar ocasionalmente durante la hora siguiente y luego dejar reposar hasta el otro día.
4. Al día siguiente agitar manualmente, tapar y agitar por 2 horas en un agitador recíproco.
5. Dejar sedimentar (o filtrar) la suspensión, pipetear 10 ml del sobrenadante en un matraz erlenmeyer de 100 ml y agregar alrededor de 25 ml de agua.
6. Agregar unas gotas de indicador fenolftaleína y titular con NaOH 0,5M.

Cálculos

$$\text{CaCO}_3 \text{ equivalente (\%)} = M \times \frac{a - b}{s} \times 50 \times fh$$

donde:

- M = molaridad de la solución de NaOH
a = ml de NaOH gastados en el blanco
b = ml de NaOH gastados en la muestra
s = peso en g de la muestra seca al aire
50 = $50 \times 10 \times 100 / 1000$ (50 = peso equivalente del CaCO_3)
fh = factor de corrección por humedad.

Advertencias

El equivalente de carbonato de calcio es a veces sobreestimado por este método debido a que algunos componentes no carbonatados del suelo pueden reaccionar con HCl. Por lo tanto, cuando el contenido de carbonato es muy bajo (< 1%) el error puede ser relativamente grande.

El análisis no se realiza en suelos con $\text{pH-H}_2\text{O} < 6,8$ porque se asume que el carbonato está ausente.

Referencias

- Van Reeuwijk (1986).
ISRIC (1987).

7.4. REQUERIMIENTO DE ENCALADO

Principio

El requerimiento de encalado se define como la cantidad de cal necesaria para aumentar el pH de una hectárea de suelo, a una profundidad de 10 cm, en 0,1 unidades de pH. Su determinación requiere de la obtención de una curva de titulación que se caracteriza por ser una curva suave, con pocos o ningún punto de inflexión, que cambia con el tiempo y con el contenido salino del suelo.

Reactivos

Cloruro de potasio 2 M.

Disolver 149 g de KCl en agua y diluir a 1 L.

Cloruro de potasio 1 M.

Disolver 74,6 g de KCl en agua y diluir a 1 L.

Hidróxido de potasio 0,2 M.

Diluir una ampolla concentrada estándar según las instrucciones.

Alternativamente: Disolver 11,2 g de KOH en agua y diluir a 1 L.

Solución KOH-KCl.

Mezclar volúmenes iguales de KOH 0,2 M y KCl 2 M. Estandarizar esta solución según Apéndice 4.

Procedimiento

1. Pesar 8 porciones de 20 g de suelo (exactitud 0,1) en frascos de 100 ml de boca ancha con tapa.
2. Agregar 0,0-0,4-1,2-2,0-2,8-4,0-6,0-8,0-10,0 de solución KOH-KCl y completar a 50 ml con KCl 1 M.
3. Tapar y agitar durante la noche.
4. Dejar sedimentar y medir el pH del sobrenadante.

Cálculos

Dibujar la curva de titulación del pH contra el volumen de KOH agregados. Calcular, en la parte lineal de la curva, el volumen de KOH necesario para aumentar el pH en 0,1 unidades.

$$\text{Requerimiento de encalado (CaO) (kg/ha)} = a \times M \times d \times 1400$$

donde:

- a = ml de KOH necesarios para subir el pH de 20 g de suelo en 0,1 unidades de pH
M = molaridad de la solución KOH-KCl
d = densidad del suelo.

Multiplicar el requerimiento de encalado calculado por el número de 0,1 unidades de pH que se desea cambiar el pH.

Advertencia

A veces el poder tamponante del suelo es tan fuerte que las cantidades de base dadas en este procedimiento son insuficientes para cambiar sustancialmente el pH. En este caso deben usarse mayores cantidades de base.

Referencia

Houba et al. (1988).

8. YESO

8.1. EXTRACCION CON AGUA Y PRECIPITACION CON ACETONA

8.1.1. CALCIO POR EAA (Espectrofotometría de absorción atómica)

Principio

El yeso se disuelve agitando la muestra con agua, luego se precipita selectivamente del extracto con acetona. Este precipitado se redisuelve en agua y se determina el yeso midiendo la concentración de calcio en la solución por EAA.

Equipos

Agitador recíproco
Centrífuga
Espectrofotómetro de absorción atómica.

Reactivos

Acetona.

Cloruro de bario 1 M.

Diluir 60 g de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en un erlenmeyer graduado y diluir a 250 ml con agua.

Acido clorhídrico 1 M.

Diluir 21 ml de HCl conc. en 200 ml de agua en un erlenmeyer graduado y llevar a 250 ml con agua.

Solución estándar de Ca de 1000 mg/L.

Diluir una ampolla concentrada estándar según las instrucciones. Alternativamente: ver Apéndice 5.

Serie de estándares.

De la solución estándar de Ca de 1000 mg/L pipetear 25 ml en un matraz volumétrico de 250 ml y llevar a volumen con agua. De esta solución estándar de Ca de 100 mg/L pipetear 0-5-10-15-20-25 ml en matraces volumétricos de 100 ml y llevar a volumen con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 mg/L de Ca.

Procedimiento

1. Pesar 10 g de suelo (exactitud 0,1 g) en un frasco plástico de 250 ml (ver advertencia más abajo). Incluir una muestra de referencia o 100 mg de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
2. Agregar con una pipeta 100 ml de agua.
3. Tapar el frasco y agitar durante 30 minutos.
4. Centrifugar la suspensión hasta que el sobrenadante esté claro.

5. Ensayo para sulfato:

Transferir alrededor de 3 ml de extracto a un tubo de ensayo y agregar aprox. 10 gotas de HCl 1M y 2 ml de BaCl₂ 1M. Si se desarrolla turbidez se continúa el análisis, de lo contrario el yeso está ausente en la muestra. Nota: Para este ensayo puede usarse también el extracto de la determinación de pH-H₂O.

6. Pipetear 20 ml de extracto en un tubo de centrifuga de 50 ml. Agregar 20 ml de acetona, mezclar bien y dejar reposar por 10 minutos.
7. Centrifugar hasta que la solución sobrenadante esté clara.
8. Descartar el líquido cuidando de no perder precipitado.
9. Redispersar el precipitado con 10 ml de acetona soplando con una pipeta a lo largo de la pared del tubo de centrifuga.
10. Centrifugar y decantar.
11. Secar el tubo con el precipitado en una estufa de secado a 50°C, dejando la puerta de la estufa entreabierta.
12. Agregar con una pipeta 40 ml de agua, tapar el tubo y agitar hasta que el precipitado se disuelva.
13. Medir Ca por EAA a 422,7 nm. En el caso que la lectura sobrepase el rango estándar, diluir la solución 2x ó 5x.

Cálculos

$$\text{yeso (CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O) (\%)} = \frac{a \times 0,086 \times D}{s} \times fh$$

donde:

a = mg/L de Ca leídos

0,086 = $40 \times 100 \times 172,17 \times 100 / (1000 \times 1000 \times 20 \times 40,08)$

D = factor de dilución para llevar la solución final al rango de medida

s = peso en g del suelo seco al aire

fh = factor de corrección por humedad.

Advertencia

La solubilidad del yeso en agua es aproximadamente 0,2 g/100 ml. En el método presente, esto corresponde a 2% de yeso en la muestra, usando una relación suelo:agua de 1:10. Considerando la lenta solubilidad cerca de la saturación, el contenido máximo debe considerarse 1,5%. Con contenidos mayores debe usarse proporcionalmente una relación mayor, por ej. hasta 3% de yeso: 5 g de suelo en 100 ml de agua (1:20); hasta 6% de yeso: 2,5 g de suelo en 100 ml de agua (1:40), etc.

Referencias

van Reeuwijk (1986).

8.1.2. CONDUCTIVIDAD ELECTRICA

Principio

El yeso se disuelve en agua y luego se precipita selectivamente del extracto con acetona. El precipitado se redisuelve en agua y se estima el contenido de yeso midiendo la conductividad eléctrica de la solución.

Equipos

Agitador recíproco.
Centrífuga.
Conductivímetro.

Reactivos

Acetona

Solución estándar de CaSO_4 0,010 M.

Disolver 1,72 g de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en agua y diluir a 1 L.

Serie de estándares.

Pipetear 0-2-5-10-25-50 ml de la solución de CaSO_4 0,010 M en matraces volumétricos de 50 ml y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene CaSO_4 0,0-0,4-1,0-2,0-5,0-10,0 mM.

Procedimiento

1. Ensayo para sulfato.
Colocar aprox. 5 ml del extracto de saturación (13.1.) en un tubo de ensayo de 15 ml. Agregar alrededor de 5 ml de acetona e invertir el tubo varias veces. Dejar reposar por 30 minutos. Si se forma un precipitado se continúa el análisis, de lo contrario el yeso está ausente de la muestra.
2. Pesar 20 g de suelo (exactitud 0,1 g) en un frasco de 250 ml. Si el contenido de yeso es mayor de 0,8 % pesar proporcionalmente menor cantidad de suelo. Incluir una muestra de referencia o 100 mg de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
3. Agregar 100 ml de agua y agitar durante 30 minutos.
4. Filtrar descartando los primeros ml si el filtrado sale turbio.
5. Pipetear 20 ml de filtrado en un tubo de centrifuga de 50 ml. Agregar 20 ml de acetona, tapar el tubo, mezclar invirtiendo y dejar reposar por 10 minutos.
6. Centrifugar a 2000 rpm por 5 minutos.
7. Descartar el líquido sobrenadante y drenar el tubo sobre toalla de papel por aprox. 5 minutos.
8. Redispersar el precipitado en 10 ml de acetona y centrifugar a 2000 rpm por 5 minutos.
9. Descartar y drenar el líquido sobrenadante como en el punto 7.
10. Agregar 40 ml de agua, tapar y agitar hasta disolución del precipitado.

11. Medir la conductividad eléctrica de la solución y de la serie de estándares.

Cálculos

Construir una curva de calibración con la concentración de CaSO_4 y la conductividad eléctrica de la serie de estándares e interpolar la muestra.

$$\text{yeso (CaSO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O) (\%)} = \frac{a \times A \times 0,0344 \times fh}{s}$$

donde:

a = mmoles/L de CaSO_4 leídos en la curva

A = ml de agua usados en la extracción

s = peso en g del suelo seco al aire

0,0344 = $172,17 \times 40 \times 100 / (20 \times 1000 \times 1000)$ ($172,17 = \text{PM del CaSO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

fh = factor de corrección por humedad.

Referencias

USDA (1982).

8.2. REQUERIMIENTO DE YESO

Principio

Requerimiento de yeso es la cantidad de yeso que debe agregarse al suelo para reemplazar todo el sodio de intercambio. Se determina agitando el suelo con una solución de yeso, con lo cual se produce un intercambio de sodio con el calcio y se calcula la cantidad de yeso que necesita el suelo.

Reactivos

Solución saturada de yeso.

Agitar periódicamente 25 g $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ con 5 L de agua durante una hora o más. Dejar sedimentar y filtrar el sobrenadante. Diluir 20x y medir el calcio por EAA a 422,7 nm.

Procedimiento

1. Pesar 5 g de suelo (exactitud 0,1 g) en un frasco de 250 ml.
2. Agregar 100 ml de solución saturada de yeso, tapar y agitar durante 5 minutos en un agitador mecánico.
3. Filtrar descartando los primeros ml de filtrado que pueden ser turbios.
4. Diluir 20x y medir el Ca por EAA a 422,7 nm

Cálculos

$$\text{Requerimiento de yeso (mg/kg)} = \frac{(a-b) \times 8.600}{s}$$

donde:

a = mg/L de Ca en la solución saturada de yeso diluida 20x

b = mg/L de Ca en el filtrado diluido 20x

8.600 = $20 \times 100 \times 172 / 40$

s = peso en g del suelo seco al aire.

Referencias

USDA (1982).

Cottenie (1984).

9. CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO (CIC)

9.1 SATURACION CON ACETATO DE SODIO, pH 7,0, TUBO DE PERCOLACION

Principio

La muestra se percola con acetato de amonio y se miden las bases en el percolado. Luego la muestra es subsecuentemente percolada con acetato de sodio, se elimina el exceso de sales y el sodio adsorbido se intercambia por percolación con acetato de amonio. El sodio en el percolado es una medida de la CIC. Ca y Mg intercambiables se miden por espectrofotometría de absorción atómica (EAA) y K y Na intercambiables por espectrofotometría de emisión de llama (EEL). En la medición de Ca y Mg se agrega La (5000 mg/L) para evitar la formación de compuestos refractarios de Ca y Mg en la llama. En la medición de K y Na se agrega Cs (1000 mg/L) para superar la interferencia por ionización y volatilización.

Equipos

Tubos para percolación de 2-2,5 cm de diámetro con llave.
Espectrofotómetro de emisión de llama.
Espectrofotómetro de absorción atómica.
Aguja ligeramente más larga que los tubos para percolación.

Reactivos

Celite libre de iones o arena lavada y calcinada.
Lana de algodón.
Etanol 1:1.

Mezclar en partes iguales etanol 96 % y agua.

Acetato de amonio 1 M.

Disolver 385 g de NH_4Ac en agua y diluir a 5 L. Ajustar a pH 7,0 con amoníaco o ácido acético diluidos.

Acetato de sodio 1 M.

Disolver 680 g de $\text{NaAc} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ en agua y diluir a 5 L. Ajustar a pH 7,0 con hidróxido de sodio o ácido acético diluidos. Nota: Si se desea, esta solución puede ajustarse a pH 8,2 (para determinar la CIC a pH 8,2 en los suelos calcáreos).

Solución supresora de lantano, 10% en La.

Pesar 117,3 g de La_2O_3 , agregar aprox. 200 ml de agua y 200 ml de HNO_3 conc. Disolver y diluir a 1 L con agua (ácido en exceso: 1 M).

Alternativamente: Disolver 311,7 g de $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua, agregar 64 ml de HNO_3 conc. y diluir a 1 L con agua.

Solución supresora de lantano, 0,55% en La.

Diluir 55 ml de la solución 10% en La a 1 L con agua.

Solución supresora de cesio, 2% en Cs.

Disolver 25 g de CsCl en agua, agregar 64 ml de HNO₃ conc. y diluir a 1 L con agua.

Solución supresora de cesio, 0,2% en Cs.

Diluir 20 ml de la solución 2% en Cs a 200 ml con agua.

Solución supresora de cesio, 0,11% en Cs.

Diluir 55 ml de la solución 2% en Cs a 1 L con agua.

Soluciones estándares Ca, Mg, K, Na de 1000 mg/L.

Diluir ampollas analíticas estándares según las instrucciones.

Serie de estándares de Ca y Mg.

Diluir la solución estándar de Ca de 1000 mg/L a 250 mg/L pipeteando 50 ml en un matraz volumétrico de 200 ml y enrasando con agua. Diluir la solución estándar de Mg de 1000 mg/L a 25 mg/L pipeteando 25 ml en un matraz volumétrico de 1 L y enrasando con agua. De las soluciones de Ca de 250 mg/L y de Mg de 25 mg/L pipetear una serie de 0-5-10-15-20-25 ml en matraces volumétricos de 250 ml. A cada matraz agregar 25 ml de NH₄Ac 1 M y 12,5 ml de la solución supresora 10% en La. Enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 mg/L de Ca y 0,0-0,5-1,0-1,5-2,0-2,5 mg/L de Mg.

Serie de estándares de K y Na.

Diluir las soluciones estándares de K y de Na de 1000 mg/L a 100 mg/l pipeteando 25 ml de cada una en un matraz volumétrico de 250 ml y enrasando con agua. De esta solución estándar mezclada de 100 mg/L pipetear 0-5-10-15-20 ml en matraces volumétricos de 200 ml. A cada matraz agregar 100 ml de NH₄Ac 1 M y 10 ml de solución supresora 2% en Cs y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0,0-2,5-5,0-7,5-10,0 mg/L de K y de Na.

Serie de estándares de Na.

Diluir la solución estándar de Na de 1000 mg/L a 250 mg/L pipeteando 50 ml en un matraz volumétrico de 200 ml y enrasando con agua. De esta solución estándar de Na de 250 mg/l pipetear una serie de 0-5-10-15-20-25 ml en matraces volumétricos de 250 ml. A cada matraz agregar 25 de NH₄Ac 1 M y 12,5 ml de solución supresora 2% en Cs y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 mg/L de Na.

Procedimiento

Llenado del tubo de percolación

1. Instalar el tubo de percolación en posición vertical en un soporte.
2. Cerrar el fondo del tubo con lana de algodón, comprimir y agregar 2 cucharaditas de té de arena (alrededor de 10 g de modo de obtener una capa de 1 cm de espesor).
3. Pesar 5 g de suelo (exactitud 0,01 g) en una cápsula de porcelana, agregar aprox. 25 g de arena y mezclar bien con una espátula.
4. Transferir cuantitativamente al tubo de percolación y nivelar la mezcla con una espátula o bagueta larga.

5. Agregar 2 cucharaditas de té de arena para formar una capa de 1 cm de espesor sobre la muestra. Incluir 2 blancos (con 45 g de arena sinsuelo) y una muestra de referencia.

Extracción de las bases intercambiables

El procedimiento a seguir depende de la presencia o ausencia de sales solubles:

- a) Si $CE_{2,5} > 0,5$ dS/m (ver Nota de 4.1.) las sales solubles deben ser lavadas.
- b) Si $CE_{2,5} < 0,5$ dS/m el contenido de sales solubles es despreciable, por lo tanto, el lavado no es necesario.

- a) Si $CE_{2,5} > 0,5$ dS/m

1. Abrir la llave del tubo de percolación y colocar debajo un vaso de 150 ml.
2. Desde un matraz volumétrico de 100 ml, lleno hasta aproximadamente la marca con etanol 1:1, agregar alrededor de 25 ml al tubo.
3. Cuando caen las primeras gotas cerrar la llave. (La llave del tubo de percolación se abrió para facilitar la expulsión del aire de la muestra.
4. Verificar la presencia de burbujas de aire y, si es necesario, tratar de eliminarlas golpeando el tubo. Si esto falla, disturbar cuidadosamente la mezcla de suelo y arena con una aguja larga. Dejar reposar por unos 20 minutos.
5. Colocar el matraz volumétrico, con el etanol 1:1 remanente, invertido en la parte superior del tubo de percolación.
6. Abrir y ajustar la llave de manera de percolar los 100 ml en 2 horas (aproximadamente 20 gotas/minuto).
7. Descartar el percolado y colocar un matraz volumétrico de 100 ml bajo la salida.
8. Desde un matraz volumétrico de 100 ml lleno con NH_4Ac 1M justo bajo la marca, agregar alrededor de 25 ml al tubo y luego colocar el matraz invertido sobre el tubo.
9. Abrir y ajustar la llave de salida de modo de percolar los 100 ml en 4 horas (aprox. 10 gotas/minuto).
10. Enrasar con NH_4Ac 1 M el matraz volumétrico colector y medir Ca, Mg, K y Na en este extracto.

Nota: El tubo y la muestra se usan luego para la determinación de la CIC.

- b) Si $CE_{2,5} < 0,5$ dS/m

1. Abrir la llave del tubo de percolación y colocar un matraz volumétrico de 100 ml bajo él.
2. Desde un matraz volumétrico de 100 ml, lleno hasta aprox. la marca con NH_4Ac 1 M, agregar 25 ml al tubo.
3. Cuando empiezan a salir las primeras gotas, cerrar la llave. (La llave fue abierta para facilitar la expulsión del aire de la muestra.)

4. Si quedan burbujas de aire atrapadas en la muestra, tratar de eliminarlas golpeando suavemente el tubo. Si esto falla, disturbar cuidadosamente la mezcla suelo-arena con una aguja larga. Dejar reposar por 20 minutos.
5. Colocar el matraz volumétrico con la solución de NH_4Ac remanente invertido sobre el tubo de percolación.
6. Abrir y ajustar la llave de salida de modo de percolar los 100 ml en 2 horas (aprox. 20 gotas/minuto).
7. Enrasar con NH_4Ac 1 M el matraz volumétrico colector y medir Ca, Mg, K y Na en este extracto.

Nota: El tubo y la muestra se usan luego para la determinación de la CIC.

Capacidad de intercambio cationico (CIC)

Generalmente esta determinación se realiza inmediatamente después de la determinación de las bases intercambiables, usando el mismo tubo con la muestra.

1. Después de la percolación con NH_4Ac , colocar un vaso de 250 ml bajo el tubo.
2. Desde un matraz volumétrico de 200 ml, lleno hasta aprox. la marca con NaAc 1 M, agregar alrededor de 25 ml al tubo y luego colocar el matraz invertido sobre el tubo.
3. Ajustar la salida de modo de percolar los 200 ml en 4 horas (aprox. 20 gotas/minuto).
4. Descartar el percolado y reemplazar el vaso bajo el tubo.
5. Lavar la pared del tubo de percolación con unos 15 ml de etanol 1:1.
6. Desde un matraz volumétrico de 100 ml, lleno hasta aprox. la marca con etanol 1:1, agregar alrededor de 25 ml al tubo y luego colocar el matraz invertido sobre el tubo.
7. Ajustar la salida de modo de percolar los 100 ml en 2 horas (aprox. 20 gotas/minuto).
8. Lavar la pared del tubo una vez más con unos 10 ml de etanol 1:1. Después que el goteo ha cesado, lavar también la salida y luego colocar un matraz volumétrico bajo el tubo.
9. Desde un matraz volumétrico de 100 ml, lleno hasta justo debajo de la marca con NH_4Ac 1 M, agregar 25 ml al tubo, eliminar las burbujas de aire atrapadas y colocar el matraz invertido sobre el tubo.
10. Ajustar la salida de modo de percolar los 100 ml en 4 horas (aprox. 10 gotas/minuto).
11. Enrasar el matraz volumétrico con NH_4Ac 1 M y medir Na en este extracto.

Medición

- a) Ca y Mg intercambiables

Pipetear 1 ml del extracto de las bases intercambiables y 9 ml de la

solución supresora 0,55 % en La en un tubo de ensayo, homogenizar y medir Ca y Mg en esta solución por EAA a 422,7 y 285,2 nm respectivamente, calibrando con la serie de estándares de Ca y Mg.

b) K y Na intercambiables

Pipetear 2 ml del extracto de las bases intercambiables y 2 ml de la solución supresora 0,2% en Cs en un tubo de ensayo, homogenizar y medir K y Na por EEL a 766,5 y 589,0 nm respectivamente, calibrando con la serie de estándares de K y Na.

c) CIC

Pipetear 1 ml del extracto de la CIC y 9 ml de la solución supresora 0,11% en Cs en un tubo de ensayo, homogenizar y medir Na por EEL a 589,0 nm, calibrando con la serie de estándares de Na.

Cálculos

A) Bases intercambiables:

$$\text{Ca (cmol(+))/kg} = \frac{(a-b) \times 10 \times 100 \times fh}{10 \times 20,04 \times s} = \frac{(a-b) \times 4,99 \times fh}{s}$$

$$\text{Mg (cmol(+))/kg} = \frac{(a-b) \times 10 \times 100 \times fh}{10 \times 12,16 \times s} = \frac{(a-b) \times 8,22 \times fh}{s}$$

$$\text{K (cmol(+))/kg} = \frac{(a-b) \times 2 \times 100 \times fh}{10 \times 39,10 \times s} = \frac{(a-b) \times 0,512 \times fh}{s}$$

$$\text{Na (cmol(+))/kg} = \frac{(a-b) \times 2 \times 100 \times fh}{10 \times 23,00 \times s} = \frac{(a-b) \times 0,870 \times fh}{s}$$

donde:

a = mg/L de Ca, Mg, K o Na en el extracto diluido de la muestra

b = mg/L de Ca, Mg, K o Na en el blanco diluido

s = peso en g de la muestra seca al aire

fh = factor de corrección por humedad

B) CIC

$$\text{CIC (cmol(+))/kg} = \frac{(a-b) \times 10 \times 100 \times fh}{10 \times 23,00 \times s} = \frac{(a-b) \times 4,35 \times fh}{s}$$

donde:

a = mg/L de Na en el extracto de la muestra diluido 10x

b = mg/L de Na en el blanco diluido 10x

s = peso en g de la muestra seca al aire

fh = factor de corrección por humedad.

C) Parametros derivados

$$\text{Saturación básica (\%)} = \frac{\text{Ca} + \text{Mg} + \text{K} + \text{Na (intercambiables)}}{\text{CIC}} \times 100$$

$$\text{Porcentaje de sodio intercambiable (PSI)(\%)} = \frac{\text{Na interc.}}{\text{CIC}} \times 100$$

Advertencias

La aplicación del método descrito en los suelos calcáreos produce resultados erróneos debido a que la disolución de los carbonatos sobreestima la cantidad de Ca y de Mg intercambiables. La mejor alternativa, en estos casos, es omitir la determinación de Ca y de Mg y considerar una Saturación Básica de 100%.

Referencias

van Reeuwijk (1986).

9.2. SATURACION CON ACETATO DE AMONIO, pH 7,0, TUBO DE PERCOLACION

Principio

La muestra se extrae con acetato de amonio (pH 7) y se miden las bases intercambiables en el extracto. El exceso de amonio se lava con etanol y el amonio adsorbido, que es una medida de la CIC, se determina por destilación. Ca y Mg intercambiables son medidos por espectrofotometría de absorción atómica (EAA) y K y Na intercambiables por espectrofotometría de emisión de llama (EEL). En la medición de Ca y Mg se agrega La (5000 mg/L) para evitar la formación de compuestos refractarios de Ca y Mg en la llama. En la medición de K y Na se agrega Cs (1000 mg/L Cs) para superar la interferencia por ionización y volatilización.

Equipos

Tubos de 2-2,5 cm de diámetro para percolación.
Unidad de destilación.
Espectrofotómetro de absorción atómica.

Reactivos

Acetato de amonio 1 M, pH 7,0.

Disolver 77 g de acetato de amonio en 900 ml de agua y ajustar a pH 7,0 con amoníaco o ácido acético diluidos. Diluir a 1 L, homogenizar y verificar nuevamente el pH.

Etanol 96%.

Etanol 1:1.

Mezclar volúmenes iguales de etanol 96% y agua.

Arena de mar lavada y calcinada.

Lana de algodón.

Cloruro de sodio.

Solución de hidróxido de sodio 1 M.

Disolver 40 g de NaOH en 1 L de agua.

Solución de indicadores.

Disolver 0,065 g de rojo de metilo y 0,100 g de bromocresol en 100 ml de etanol 96%.

Hidróxido de sodio 35%.

Solución de ácido bórico 1%.

Disolver 10 g de H_3BO_3 en 900 ml de agua caliente, enfriar, diluir a 1 L y homogenizar.

Acido clorhídrico estándar 0,010 M.

Diluir una ampolla estándar concentrada según las instrucciones.

Solución supresora de lantano, 10 % en La.

Pesar 117,3 g de La_2O_3 , agregar aprox. 200 ml de agua y 200 ml de HNO_3 conc. Disolver y diluir a 1 L con agua (ácido en exceso: 1 M).

Alternativamente: Disolver 311,7 g de $La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ en agua, agregar

64 ml de HNO_3 conc. y diluir a 1 L con agua.

Solución supresora de lantano, 0,55% en La.

Diluir 55 ml de la solución 10% en La a 1 L con agua.

Solución supresora de cesio, 2% en Cs.

Disolver 25 g de CsCl en agua, agregar 64 ml de HNO_3 conc. y diluir a 1 L con agua.

Solución supresora de cesio, 0,2% en Cs.

Diluir 20 ml de la solución 2% en Cs a 200 ml con agua.

Soluciones estándares Ca, Mg, K, Na de 1000 mg/L.

Diluir ampollas analíticas estándares según las instrucciones. Alternativa: ver Apéndice 5

Serie de estándares de Ca y Mg.

Diluir la solución estándar de Ca de 1000 mg/L a 250 mg/L pipeteando 50 ml en un matraz volumétrico de 200 ml y enrasando con agua. Diluir la solución estándar de Mg de 1000 mg/L a 25 mg/L pipeteando 25 ml en un matraz volumétrico de 1 L y enrasando con agua. De las soluciones de Ca de 250 mg/L y de Mg de 25 mg/L pipetear una serie de 0-5-10-15-20-25 ml en matraces volumétricos de 250 ml. A cada matraz agregar 25 ml de NH_4Ac 1 M y 12,5 ml de la solución supresora 10% en La. Enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 mg/L de Ca y 0,0-0,5-1,0-1,5-2,0-2,5 mg/L de Mg.

Serie de estándares de K y Na.

Diluir las soluciones estándares de K y de Na de 1000 mg/L a 100 mg/l pipeteando 25 ml de cada una en un matraz volumétrico de 250 ml y enrasando con agua. De esta solución estándar mezclada de 100 mg/L pipetear 0-5-10-15-20 ml en matraces volumétricos de 200 ml. A cada matraz agregar 100 ml de NH_4Ac 1 M y 10 ml de solución supresora 2% en Cs. Enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0,0-2,5-5,0-7,5-10,0 mg/L de K y de Na.

Procedimiento

Llenado del tubo de percolación

Seguir indicaciones de 9.1.

Extracción de las bases intercambiables

Seguir la indicaciones de 9.1.

Medición

a) Ca y Mg intercambiables

Seguir las indicaciones de 9.1.

b) K y Na intercambiables

Seguir la indicaciones de 9.1.

Capacidad de intercambio catiónico (CIC)

Generalmente esta determinación se realiza inmediatamente después de la determinación de las bases intercambiables, usando el mismo tubo con la muestra.

1. Después de la percolación con NH_4Ac , colocar un vaso de 250 ml bajo el tubo.
2. Colocar un matraz volumétrico de 100 ml, con etanol 96% hasta aproximadamente la marca, invertido sobre el tubo de percolación.
3. Abrir y ajustar la llave de salida para percolar los 100 ml en 2 horas (aprox. 20 gotas/minuto).
4. Transferir el suelo (más arena y/o pulpa de papel a un tubo de digestión de 250 ml, usando una mínima cantidad de agua.
5. Agregar 6-7 g de NaCl , 40 ml de NaOH 1 M y ajustar a la unidad de destilación. Colocar un vaso titulador, con 50 ml de ácido bórico, bajo el tubo de salida y destilar por alrededor de 4 minutos.
6. Agregar al destilado unas gotas de indicador y titular con HCl 0,010 M hasta que el color cambie de verde a rosado.

Cálculos

A) Bases intercambiables:

$$\text{Ca (cmol(+))/kg) = } \frac{(a-b) \times 10 \times 100 \times fh}{10 \times 20,04 \times s} = \frac{(a-b) \times 4,99 \times fh}{s}$$

$$\text{Mg (cmol(+))/kg) = } \frac{(a-b) \times 10 \times 100 \times fh}{10 \times 12,16 \times s} = \frac{(a-b) \times 8,22 \times fh}{s}$$

$$\text{K (cmol(+))/kg) = } \frac{(a-b) \times 2 \times 100 \times fh}{10 \times 39,10 \times s} = \frac{(a-b) \times 0,512 \times fh}{s}$$

$$\text{Na (cmol(+))/kg) = } \frac{(a-b) \times 2 \times 100 \times fh}{10 \times 23,00 \times s} = \frac{(a-b) \times 0,870 \times fh}{s}$$

donde:

- a = mg/L de Ca, Mg, K o Na en el extracto diluido de la muestra
- b = mg/L de Ca, Mg, K o Na en el blanco diluido
- s = peso en g de la muestra seca al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

B) CIC

$$\text{CIC (cmol(+) / kg)} = \frac{(c-d) \times 0,010 \times 100 \times fh}{s} = \frac{(c-d) \times fh}{s}$$

donde:

- c = ml de HCl gastados en el destilado de la muestra
- d = ml de HCl gastados en el destilado del blanco
- s = peso en g de la muestra seca al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

Referencias

ISRIC (1987);

9.3. SATURACION CON ACETATO DE SODIO, pH 8,2, FILTRACION

Principio

La muestra se satura con acetato de sodio 1 M a pH 8,2, se lava con etanol, se desplaza el sodio adsorbido con acetato de amonio 1 M a pH 7,0 y se mide por espectrofotometría de emisión de llama.

Equipos

Espectrofotómetro de emisión de llama.

Reactivos

Acetato de sodio 1 M, pH 8,2 (NaAc).

Disolver 136 g de $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ en agua y diluir a 1 L. Ajustar a pH 8,2 con hidróxido de sodio o ácido acético.

Etanol 95-96%.

Acetato de amonio 1 M, pH 7,0 (NH_4Ac).

Disolver 77 g de $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ en agua y diluir a 1 L. Ajustar a pH 7,0 con amoníaco o ácido acético.

Solución supresora de cesio, 2% en Cs.

Disolver 25 g de CsCl en agua, agregar 64 ml de HNO_3 conc. y diluir a 1 L con agua.

Solución supresora de cesio, 0,11% en Cs.

Diluir 55 ml de la solución 2% en Cs a 1 L con agua.

Solución estándar de sodio de 1000 mg/L.

Diluir una ampolla analítica concentrada según las instrucciones. Alternativamente: ver Apéndice 5.

Serie de estándares de Na.

Pipetear 0,0-1,0-2,0-3,0-4,0-5,0 ml de la solución estándar de Na de 1000 mg/L en matraces volumétricos de 200 ml. Agregar a cada matraz 10 ml de la solución supresora 2% en Cs y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 mg/L de Na.

Procedimiento

1. Pesar 5 g de suelo (exactitud 0,01 g) en un matraz erlenmeyer. Incluir una muestra de referencia y 2 blancos.
2. Agregar 50 ml de NaAc, agitar manualmente y dejar reposar durante la noche.
3. Transferir cuantitativamente el contenido del matraz a un embudo provisto de un disco filtro de poro mediano. Agregar pequeñas porciones de NaAc, dejando que cada porción pase totalmente antes de agregar la siguiente, hasta completar aprox. 100 ml de filtrado.
4. Lavar el suelo con 100-150 ml de etanol, agregado en pequeñas porciones. Una vez que el goteo ha cesado, lavar el vástago y luego colocar un matraz volumétrico de 100 ml bajo el embudo.

5. Agregar pequeñas porciones de NH_4Ac hasta enrasar a 100 ml.
6. Pipetear 1 ml de filtrado y 9 ml de solución supresora 0,11% en Cs en un tubo de ensayo, homogenizar y medir Na por EEL a 589,0 nm.

Cálculos

$$\text{CIC (cmol(+))/kg} = \frac{(a - b) \times 4,35}{s} \times fh$$

donde:

- a = mg/L de Na en el filtrado de la muestra diluida 10x
- b = mg/L de Na en el blanco diluido 10x
- s = peso en g del suelo seco al aire
- 4,35 = $10 \times 100 / (23,00 \times 10)$ 23,00 = peso atómico del Na
- fh = factor de corrección por humedad.

Referencias

Dewis and Freitas (1970).

9.4. POR SUMA

9.4.1. SUMA DE CATIONES

Procedimiento

Estimar la capacidad de intercambio de cationes por suma de la bases intercambiables (10.1. ó 10.2.2.) y la acidez extraíble con BaCl₂-TEA (11.2.). Los valores de CIC obtenidos por este método no son válidos si el suelo contiene carbonato de calcio.

$$\text{CIC (cmol(+) / kg)} = (\text{Ca} + \text{Mg} + \text{K} + \text{Na})_{\text{interc.}} + \text{acidez extraíble}$$

Referencias

USDA (1982).

9.4.2. CIC EFECTIVA (CICE)

Procedimiento

Sumar las bases intercambiables (10.1. ó 10.2.) y la acidez intercambiable (11.1.).

$$\text{CICE (cmol(+) / kg)} = (\text{Ca} + \text{Mg} + \text{K} + \text{Na})_{\text{interc.}} + \text{acidez interc.}$$

Referencias

USDA (1982).

9.5. SATURACION CON TIOUREA DE PLATA

Principio

Este método muy rápido y conveniente se basa en la fuerte afinidad del catión complejo tiourea de plata monovalente (AgTU) por las superficies coloidales cargadas negativamente. Basta una extracción con solución de AgTU 0,01 M para lograr el intercambio total y, luego de centrifugar, se obtiene un sobrenadante que contiene todos los cationes intercambiables mientras que la disminución en la concentración de Ag es una medida de la CIC.

Reactivos

Nitrato de plata 0,04 M.

Disolver 3,4 g de AgNO_3 en 500 ml de agua. Guardar en la oscuridad.

Tiourea 0,2 M.

Disolver 15 g de tiourea en 1 L de agua. Si permanece algún sedimento, filtrar (ver Advertencia 1).

Acetato de amonio (NH_4Ac) 0,4 M.

Disolver 15,5 g de $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ en aprox. 400 ml de agua, ajustar a pH 7,0 con amoníaco o ácido acético diluidos (0,1 M) y diluir con agua a 500 ml.

Tiourea de plata 0,01 M (AgTU).

1. Para la CIC al pH del suelo (ver Advertencia 2).

A 1 L de tiourea 0,2 M agregar 500 ml de agua. Homogenizar. Agregar lentamente 500 ml de AgNO_3 0,04 M bajo fuerte agitación. (Precaución: no invertir este orden). Guardar en la oscuridad.

2. Para la CIC a pH 7

A 1 L de tiourea 0,2 M agregar 500 ml de NH_4Ac 0,4 M pH 7,0. Homogenizar. Agregar lentamente 500 ml de AgNO_3 0,04 M bajo fuerte agitación. (Precaución: no invertir el orden). Reajustar a pH 7,0. Guardar en la oscuridad.

Acido nítrico 1 M.

Diluir 64 ml de HNO_3 conc. con agua a 1 L.

Solución supresora de lantano, 10% en La.

Pesar 117,3 g de La_2O_3 , agregar aprox. 200 ml de agua y 200 ml de HNO_3 conc. Disolver y diluir a 1 L con agua (ácido en exceso: 1 M). Alternativamente: Disolver 311,7 g de $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua, agregar 64 ml de HNO_3 conc. y diluir a 1 L con agua.

Solución supresora de lantano, 0,55% en La.

Diluir 55 ml de la solución 10% en La a 1 L con agua.

Solución supresora de cesio, 2% en Cs.

Disolver 25 g de CsCl en agua, agregar 64 ml de HNO_3 conc. y diluir a 1 L con agua.

Solución supresora de cesio, 0,2% en Cs.

Diluir 20 ml de la solución 2% en Cs a 200 ml con agua.

Soluciones estándares Ca, Mg, K, Na y Ag de 1000 mg/L.

Diluir ampollas analíticas estándares según las instrucciones. Alternativa: ver Apéndice 5.

Serie de estándares de Ca y Mg.

Diluir la solución estándar de Ca de 1000 mg/L a 250 mg/L pipeteando 50 ml en un matraz volumétrico de 200 ml y enrasando con agua. Diluir la solución estándar de Mg de 1000 mg/L a 25 mg/L pipeteando 25 ml en un matraz volumétrico de 1 L y enrasando con agua. De las soluciones de Ca de 250 mg/L y de Mg de 25 mg/L pipetear una serie de 0-5-10-15-20-25 ml en matraces volumétricos de 250 ml. A cada matraz agregar 12,5 ml de tiourea 0,2 M y 12,5 ml de la solución supresora 10 % en La. Enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 mg/L de Ca y 0,0-0,5-1,0-1,5-2,0-2,5 mg/L de Mg.

Serie de estándares de K y Na.

Diluir las soluciones estándares de K y de Na de 1000 mg/L a 100 mg/l pipeteando 25 ml de cada una en un matraz volumétrico de 250 ml y enrasando con agua. De esta solución estándar mezclada de 100 mg/L pipetear 0-5-10-15-20 ml en matraces volumétricos de 200 ml. A cada matraz agregar 50 ml de tiourea 0,2 M y 10 ml de solución supresora 2% en Cs. Enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0,0-2,5-5,0-7,5-10,0 mg/L de K y de Na.

Serie de estándares de Ag.

Diluir la solución estándar de Ag de 1000 mg/L a 250 mg/L pipeteando 50 ml en un matraz volumétrico de 200 ml y enrasando con agua. A cada uno de seis matraces volumétricos de 250 ml agregar 2,5 ml de tiourea 0,2 M y 12,5 ml de HNO₃ 1 M. Pipetear en ellos 0-5-10-15-20-25 de la solución estándar de Ag de 250 mg/L. Enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 mg/L de Ag.

Procedimiento

1. Aplastar (no moler) aprox. 5 g de suelo hasta que pasen un tamiz de 0,5 mm.
2. Pesar 1 g de esta muestra (exactitud 0,005 g) en un tubo de centrifuga (ver Advertencia 3). Incluir una muestra de referencia y dos blancos.
3. Agregar 40 ml de AgTU y tapar el tubo.
4. Agitar 4 horas en un agitador recíproco.
5. Centrifugar.
6. Pipetear 1 ml de extracto claro y 9 ml de solución supresora 0,55% en La en un tubo de ensayo. Homogenizar y medir Ca y Mg por EAA a 422,7 nm y 285,2 nm respectivamente.
7. Pipetear 2 ml de extracto claro proveniente del punto 5 y 2 ml de solución supresora 0,2% en Cs en un tubo de ensayo. Homogenizar y medir K y Na por EEL a 766 nm y 589 nm respectivamente.
8. En un matraz volumétrico de 100 ml pipetear 5 ml de HNO₃ 1 M, 2 ml de extracto claro proveniente del punto 5 y enrasar con agua. Homogenizar y medir Ag por EAA a 328,1 nm.

Cálculos

$$\text{Ca (cmol(+))/kg)} = \frac{(a-b) \times 10 \times 100 \times fh}{25 \times 20,04 \times s} = \frac{(a-b) \times 2,00 \times fh}{s}$$

$$\text{Mg (cmol(+))/kg)} = \frac{(a-b) \times 10 \times 100 \times fh}{25 \times 12,16 \times s} = \frac{(a-b) \times 3,29 \times fh}{s}$$

$$\text{K (cmol(+))/kg)} = \frac{(a-b) \times 2 \times 100 \times fh}{25 \times 39,10 \times s} = \frac{(a-b) \times 0,205 \times fh}{s}$$

$$\text{Na (cmol(+))/kg)} = \frac{(a-b) \times 2 \times 100 \times fh}{25 \times 23,00 \times s} = \frac{(a-b) \times 0,348 \times fh}{s}$$

donde:

- a = mg/L de Ca, Mg, K, Na en el extracto diluido
- b = mg/L de Ca, Mg, K, Na en el blanco diluido
- s = peso en g del suelo seco al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

$$\text{CIC (cmol(+))/kg)} = \frac{(b-a) \times 50 \times 100 \times fh}{25 \times 107,87 \times s} = \frac{(b-a) \times 1,85 \times fh}{s}$$

donde:

- a = mg/L de Ag en el extracto diluido 50x
- b = mg/L de Ag en el blanco diluido 50x
- s = peso en g del suelo seco al aire
- fh = factor de corrección por humedad

Parámetros derivados

$$\text{Saturación básica (\%)} = \frac{(\text{Ca} + \text{Mg} + \text{K} + \text{Na})_{\text{interc.}}}{\text{CIC}} \times 100$$

$$\text{Saturación de sodio (PSS) (\%)} = \frac{\text{Na interc.}}{\text{CIC}} \times 100$$

Advertencias

1. Se cree que la tiourea es tóxica, por lo que debe evitarse la inhalación del polvo y la ingestión de las soluciones. Es recomendable el uso de guantes.
2. La CIC determinada con AgTU al pH del suelo puede referirse como CIC efectiva (CICE).
3. La concentración de Ag debe medirse antes de 3 horas de preparados los estándares y los centrifugados diluidos.
4. El peso de 1 g de muestra es adecuado para suelos con valores de CIC entre 5 y 20 $\text{cmol}(+)/\text{kg}$. Cuando los valores caen fuera de este rango repetir el análisis con proporcionalmente más o menos muestra. Con valores de CIC muy altos (sobre 40 $\text{cmol}(+)/\text{kg}$) debe usarse mayor cantidad de solución extractora, por ej.: 0,5 g de muestra y 80 ml de extractante (evidentemente que deberán cambiarse los cálculos).
5. Las soluciones de AgTU pueden dañar los electrodos de vidrio. Por lo tanto no deben exponerse innecesariamente los electrodos a ellas. La limpieza puede realizarse dejando los electrodos en una solución de tiourea 0,2 M acidificada con algunas gotas de HNO_3 1 M.
6. El uso del tampón de NH_4Ac 0,1 M tiene una ligera influencia sobre la CIC. El coeficiente de selectividad $\text{AgTU}^+/\text{NH}_4^+$ es de alrededor de 500, de manera que a la razón molar $\text{AgTU}^+/\text{NH}_4^+ = 1/10$ en la solución extractora, la CIC disminuye en 2%. Si se determinará solamente la CIC (y no las bases intercambiables) es preferible el tampón de NaAc, ya que el coeficiente de selectividad de $\text{AgTU}^+/\text{Na}^+$ es de alrededor de 5000.
7. En principio, el método del AgTU puede aplicarse con cierta confianza en suelos calcáreos y salinos, siempre que el pH del suelo no exceda de 9.

Referencias

- van Reeuwijk (1986).
Houba et al. (1988).

10. BASES INTERCAMBIABLES

10.1. EXTRACCION CON ACETATO DE AMONIO, pH 7,0, TUBO DE PERCOLACION

Seguir la indicaciones dadas en 9.1. para la extracción, medición y cálculos de las bases intercambiables.

10.2. EXTRACCION CON ACETATO DE AMONIO, pH 7,0, FILTRACION

10.2.1. SIN CORREGIR

Principio

Las bases se extraen con acetato de amonio 1 M a pH 7,0 y en el extracto se miden Ca y Mg por espectrofotometría de absorción atómica (EAA) y K y Na por espectrofotometría de emisión de llama (EEL). En la medición de Ca y Mg se agrega La (5000 mg/L) para evitar la formación de compuestos refractarios de Ca y Mg en la llama. En la medición de K y Na se agrega Cs (1000 mg/L) para superar la interferencia por ionización y volatilización.

Reactivos

Acetato de amonio 1 M a pH 7,0. (NH_4Ac)

Disolver 77 g de $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ en agua y diluir a 1 L. Ajustar a pH 7,0 con amoníaco o ácido acético diluidos.

Solución supresora de lantano, 10% en La.

Pesar 117,3 g de La_2O_3 , agregar aprox. 200 ml de agua y 200 ml de HNO_3 conc. Disolver y diluir a 1 L con agua (ácido en exceso: 1 M). Alternativamente: Disolver 311,7 g de $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua, agregar 64 ml de HNO_3 conc. y diluir a 1 L con agua.

Solución supresora de lantano, 0,55% en La.

Diluir 55 ml de la solución 10% en La a 1 L con agua.

Solución supresora de cesio, 2% en Cs.

Disolver 25 g de CsCl en agua, agregar 64 ml de HNO_3 conc. y diluir a 1 L con agua.

Solución supresora de cesio, 0,2% en Cs.

Diluir 20 ml de la solución 2% en Cs a 200 ml con agua.

Soluciones estándares de Ca, Mg, K y Na de 1000 mg/L.

Diluir ampollas analíticas concentradas según las instrucciones. Alternativamente: ver Apéndice 5.

Serie de estándares de Ca y Mg.

Diluir la solución estándar de Ca de 1000 mg/L a 250 mg/L pipeteando 50 ml en un matraz volumétrico de 200 ml y enrasando con agua. Diluir la solución estándar de Mg de 1000 mg/L a 25 mg/L pipeteando 25 ml en un matraz volumétrico de 1 L y enrasando con agua. De las soluciones de Ca de 250 mg/L y de Mg de 25 mg/L pipetear una serie

de 0-5-10-15-20-25 ml en matraces volumétricos de 250 ml. A cada matraz agregar 25 ml de NH_4Ac , 12,5 ml de la solución supresora 10% en La y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 mg/L de Ca y 0,0-0,5-1,0-1,5-2,0-2,5 mg/L de Mg.

Serie de estándares de K y Na.

Diluir las soluciones estándares de K y de Na de 1000 mg/L a 100 mg/L pipeteando 25 ml de cada una en un matraz volumétrico de 250 ml y enrasando con agua. De esta solución estándar mezclada de 100 mg/L pipetear 0-5-10-15-20 ml en matraces volumétricos de 200 ml. A cada matraz agregar 100 ml de NH_4Ac , 10 ml de la solución supresora 2% en Cs y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0,0-2,5-5,0-7,5-10,0 mg/L de K y de Na.

Procedimiento

1. Pesar 5 g de suelo (exactitud 0,01 g) en un matraz erlenmeyer. Incluir una muestra de referencia y 2 blancos.
2. Agregar 50 ml de NH_4Ac , agitar manualmente y dejar reposar durante la noche.
3. Transferir cuantitativamente el contenido del matraz a un embudo provisto de un papel filtro de poro mediano y colocado sobre un matraz volumétrico de 100 ml.
4. Lavar con pequeñas porciones de NH_4Ac , dejando que cada porción pase totalmente antes de agregar la siguiente. Enrasar con NH_4Ac .
5. Pipetear 1 ml de filtrado y 9 ml de solución supresora 0,55% en La en un tubo de ensayo, homogenizar y medir Ca y Mg por EAA a 422,7 y 285,2 nm respectivamente.
6. Pipetear 2 ml de filtrado y 2 ml de solución supresora 0,2% en Cs en un tubo de ensayo, homogenizar y medir K y Na por EEL a 766,5 y 589,0 nm respectivamente.

Cálculos

$$\text{Ca (cmol(+))/kg} = \frac{(a-b) \times 10 \times 100 \times fh}{10 \times 20,04 \times s} = \frac{(a-b) \times 4,99 \times fh}{s}$$

$$\text{Mg (cmol(+))/kg} = \frac{(a-b) \times 10 \times 100 \times fh}{10 \times 12,16 \times s} = \frac{(a-b) \times 8,22 \times fh}{s}$$

$$\text{K (cmol(+))/kg} = \frac{(a-b) \times 2 \times 100 \times fh}{10 \times 39,10 \times s} = \frac{(a-b) \times 0,512 \times fh}{s}$$

$$\text{Na (cmol(+))/kg} = \frac{(a-b) \times 2 \times 100 \times fh}{10 \times 23,00 \times s} = \frac{(a-b) \times 0,870 \times fh}{s}$$

donde:

- a = mg/L de Ca, Mg, K o Na en el extracto diluido de la muestra
- b = mg/L de Ca, Mg, K o Na en el blanco diluido
- s = peso en g de la muestra seca al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

10.2.2. CORREGIDAS

Si el suelo contiene sales solubles se deben determinar las concentraciones, expresadas en $\text{cmol}(+)/\text{kg}$, de Ca, Mg, K y Na en el extracto de saturación (13.1.3. y 13.1.4.) o en el extracto 1 : 5 (13.2.3. y 13.2.4.). Sustraer estas cantidades de las determinadas por 10.2.1. para obtener las bases intercambiables. Este método no es válido para Ca y Mg en la presencia de carbonato de calcio, ni para Ca en la presencia de yeso, debido a que estas sales son solubles en la solución de acetato de amonio.

10.3. EXTRACCION CON TIOUREA DE PLATA

Seguir las indicaciones de 9.5.

11. ACIDEZ DEL SUELO

Se describen dos métodos para determinar la acidez del suelo:

1. “**Acidez intercambiable**”, es la acidez (H + Al) liberada por intercambio con una solución de KCl no tamponada. Puede designarse como “acidez actual” y se usa para determinar la “capacidad de intercambio de cationes efectiva” (CICE), la cual se define como “suma de bases + (H + Al)”.
2. “**Acidez extraíble**”, es la acidez extraída con una solución tampón de BaCl₂-TEA a pH 8,2. Puede designarse como “acidez potencial”, “acidez máxima” o “acidez titulable” y a veces es denominada confusamente como “acidez de intercambio”. Se usa en Taxonomía de Suelos para calcular la “CIC por suma de cationes”, la cual se define como “suma de bases + acidez extraíble”.

11.1. ACIDEZ Y ALUMINIO INTERCAMBIABLES

Principio

La muestra se percola con una solución de cloruro de potasio. La acidez liberada a la solución de varias fuentes se mide por titulación. Adicionalmente, una de las formas de acidez, el aluminio intercambiable, se mide separadamente.

Equipos

Espectrofotómetro de absorción atómica.

Reactivos

Cloruro de potasio 1 M.

Disolver 373 g de KCl en agua y diluir a 5 L.

Solución estándar de aluminio de 1000 mg/L.

Diluir una ampolla concentrada estándar según las instrucciones.

Alternativamente: ver Apéndice 5.

Serie de estándares de Al.

De la solución estándar de 1000 mg/l de Al pipetear 0-1-2-3-4-5 ml en matraces volumétricos de 200 ml y enrasar con KCl 1 M. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 mg/L de Al.

Acido clorhídrico 0,025 M, solución estándar.

Diluir una ampolla concentrada estándar según las instrucciones, de manera de tener una solución de HCl 1,00 M. Pipetear 25 ml de esta solución estándar en un matraz volumétrico de 1 L y llevar a volumen con agua.

Hidróxido de sodio, aprox. 0,025 M.

Disolver 1 g de NaOH en agua en un matraz volumétrico de 1 L. Enfriar y enrasar con agua. Estandarizar por titulación con solución estándar de HCl 0,025 M. Repetir la estandarización antes del uso.

Fenolftaleína 0,1%, solución indicadora.

Disolver 100 mg de fenolftaleína en 100 ml de etanol 96%.

Procedimiento

Percolación

1. Transferir 10 g de suelo (exactitud 0,05 g) a un papel filtro seco colocado en un embudo sobre un matraz volumétrico de 50 ml. Incluir dos blancos y una muestra de referencia.
2. Agregar diez porciones de 5 ml de KCl 1 M con intervalos de 15 minutos, de manera que la percolación demore alrededor de 2 1/2 horas.
3. Después que ha percolado la última porción, sacar el embudo y enrasar el matraz con solución de KCl 1 M.

Determinación de la acidez intercambiable

1. Pipetear una alícuota de 25 ml del percolado en un matraz erlenmeyer y agregar 3-5 gotas solución indicadora de fenolftaleína.
2. Titular con NaOH 0,025 M hasta color rosado permanente (en la práctica: esperar 1 minuto). Nota: El debilitamiento del color rosado puede deberse a la precipitación de hidroxí-Al. Esto puede solucionarse agregando otra gota de fenolftaleína. Nota: Cuando se usa un titulador automático, omitir la adición de indicador y titular hasta pH 7,80.

Cálculos

$$\text{Acidez intercambiable (cmol(+))/kg} = \frac{(a-b) \times M \times 5000 \times fh}{A \times s}$$

donde:

- a = ml de NaOH gastados en el percolado
- b = ml de NaOH gastados en el blanco
- M = molaridad de la solución de NaOH
- A = alícuota en ml de percolado
- s = peso en g de suelo seco al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

Determinación de aluminio intercambiable

1. Medir Al en el percolado por EAA a 309,3 nm usando una llama de óxido nítrico/acetileno y calibrando con la serie de estándares de Al.

Cálculos

$$\text{Al interc. (cmol(+)/kg)} = \frac{(a-b) \times 50 \times Fh}{10 \times 8,99 \times s} = \frac{(a-b) \times 0,556 \times fh}{s}$$

donde:

- a = mg/L de Al en el percolado
- b = mg/L de Al en el blanco
- 8,99 = peso equivalente del Al
- s = peso en g del suelo seco al aire
- fh = factor de corrección por humedad

Referencias

van Reeuwijk (1986).

11.2. ACIDEZ EXTRAIBLE

Principio

La muestra se agita con una solución de BaCl₂-TEA tamponada a pH 8,2. Después de centrifugar, se titula una alícuota de la solución sobrenadante con ácido para medir la base residual.

Reactivos

Solución extractora, cloruro de bario 0,25 M y trietanolamina 0,2 M.

Disolver 61 g de BaCl₂·2H₂O y 27 ml de TEA en agua en un vaso graduado y diluir a 1 L con agua. Ajustar a pH 8,2 con HCl 6 M (alrededor de 10 ml). Almacenar en un frasco provisto de una trampa para CO₂ (un tubo con Ca(OH)₂ o

Acido clorhídrico 0,100 M, solución estándar.

Diluir una ampolla concentrada estándar según las instrucciones.

Alternativamente: Diluir 8,7 ml de HCl concentrado a 1 L con agua y estandarizar según Apéndice 3.

Verde de bromocresol 0,1%.

Disolver 250 mg de verde de bromocresol en 250 ml de agua.

Indicador mezclado.

Disolver 310 mg de rojo de metilo y 210 mg de azul de metileno en 250 ml de etanol 90%.

Procedimiento

1. Pesar 2,5 g de suelo (exactitud 0,01 g) en un tubo de centrifuga o en un frasco agitable. Incluir dos blancos y una muestra de referencia. Nota: En los suelos ricos en materia orgánica o en componentes con carga variable (tales como óxidos "libres") usar 1 g.
2. Agregar 25 ml de solución extractora y agitar durante la noche (16 horas).
3. Centrifugar.
4. Transferir una alícuota de 10 ml a un matraz erlenmeyer y agregar alrededor de 20 ml de agua. Agregar 1 gota de verde de bromocresol y 5 gotas de indicador mezclado.
5. Titular con HCl 0,100 M hasta color púrpura. Nota: Titular los blancos primero para establecer el cambio de color.

Cálculos

$$\text{Acidez extraíble (cmol(+))/kg} = \frac{(a-b) \times 0,100 \times 100 \times 25 \times F_h}{10 \times s} = \frac{(a-b) \times 25 \times f_h}{s}$$

donde:

- a = ml de HCl gastados en el blanco
- b = ml de HCl gastados en la muestra
- s = peso en g del suelo seco al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

Referencias

van Reeuwijk (1986).

12. ALUMINIO, HIERRO, MANGANESO Y SILICIO

12.1. EXTRACCION CON DITIONITO-CITRATO-BICARBONATO

Principio

Se sigue el método de "Mehra y Jackson". La muestra se calienta con una solución complejante tamponada de citrato de sodio/bicarbonato, a la cual se le ha agregado ditionito de sodio sólido como un agente reductor. En el extracto se determina hierro, aluminio y manganeso (y posiblemente silicio) por EAA.

Reactivos

Solución de citrato de sodio 0,27 M y bicarbonato de sodio 0,11 M.

Disolver 397 g de citrato- $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}$ y 46,2 g de NaHCO_3 en agua y diluir a 5 L.

Ditionito de sodio, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ en polvo.

Cloruro de potasio, solución saturada.

Disolver 375 g de KCl en 1 L de agua tibia. Enfriar.

Solución estándar de Fe, Al y Mn de 250 mg/L de cada elemento.

Diluir ampollas concentradas estándares según las instrucciones de modo de obtener soluciones de 1000 mg/L. (Alternativamente: ver Apéndice 5). Diluir a 250 mg/L pipeteando 50 ml de cada solución en un matraz volumétrico de 200 ml y enrasar con agua.

Solución matriz para la serie de estándares.

En un matraz volumétrico de 500 ml agregar 180 ml de solución de citrato- Na /bicarbonato- Na , 40 ml de solución saturada de KCl y 12 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$. Disolver y enrasar con agua.

Serie de estándares mezclado de Fe, Al y Mn.

De la solución estándar de Fe, Al y Mn de 250 mg/L pipetear 0-5-10-15-25 ml en matraces volumétricos de 250 ml. A cada matraz agregar 125 ml de la solución matriz y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-25 mg/L de Fe, Al y Mn.

Nota: Si se desea medir silicio en los extractos preparar una serie de estándares de silicio de 0-25 mg/L de Si similar a la de Fe y Al. Debe usarse agua destilada, y no desmineralizada, a través de todo el procedimiento.

Procedimiento

1. Moler alrededor de 5 g de suelo de manera que pasen por un tamiz de 0,5 mm.
2. Pesar una cantidad adecuada de suelo (exactitud 0,01 g) que contenga hasta 0,5 g de Fe_2O_3 extraíble en un tubo de centrifuga de 100 ml (es decir, 4 g de muestra con hasta 12,5% de Fe_2O_3 y 2 g con hasta 25% de Fe_2O_3). Incluir dos blancos y una muestra de referencia.

3. Agregar 45 ml de solución de citrato/bicarbonato y colocar en un baño de agua a 75°C. Precaución: la temperatura no debe exceder de 80°C (precipita azufre elemental).
4. Agregar aprox. 1 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ sólido y agitar la mezcla constantemente por un minuto y luego ocasionalmente por 5 minutos con una varilla de vidrio o de plástico.
5. Repetir 4 dos veces más.
6. Agregar 10 ml de solución saturada de KCl (lavando la varilla) y calentar nuevamente en el baño de agua por 5 minutos.
7. Centrifugar y vaciar el sobrenadante claro en un matraz volumétrico de 250 ml.
8. Repetir los puntos 3 al 6 agregando el segundo sobrenadante al matraz volumétrico. Enrasar con agua.
9. Preparar diluciones 2x y 10x.
 - a) Dilución 2x: Pipetear 2 ml de extracto y 2 ml de agua en un tubo de ensayo y homogenizar.
 - b) Dilución 10x: Pipetear 1 ml de extracto y 4 ml de solución matriz en un tubo de ensayo y homogenizar. Pipetear 2 ml de este extracto diluido 5x y 2 ml de agua en un tubo de ensayo y homogenizar.
10. Medir Fe por EAA a 248,3 nm usando una llama de aire/acetileno.
11. Medir Al (usualmente en la dilución 2x) por EAA a 309,3 nm usando la llama de óxido nitroso/acetileno.
12. Medir Mn (usualmente en la dilución 2x) por EAA a 279,5 nm usando la llama de aire/acetileno.

Nota: En el caso de sobrepasar el rango, diluir una vez más 1 + 1 con la solución estándar cero, de la cual, por lo tanto, se debe preparar un volumen extra de 250 o 500 ml.
13. Medir Si (usualmente en la dilución 2x) por EAA a 251,6 nm usando la llama de óxido nitroso/acetileno.

Cálculos

$$\text{Fe, Al, Mn o Si (\%)} = \frac{(a-b) \times D \times 250 \times 100 \times fh}{s \times 1000} = \frac{(a-b) \times 25 \times D \times fh}{s}$$

donde:

- a = mg/L de Fe, Al, Mn o Si en el extracto diluido de la muestra
- b = mg/L de Fe, Al, Mn o Si en el blanco diluido
- D = factor de dilución (2 ó 10)
- s = peso en mg del suelo seco al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

Factores de conversión:

$$\begin{aligned}\text{Fe}_2\text{O}_3 \% &= 1,43 \times \% \text{Fe} \\ \text{Al}_2\text{O}_3 \% &= 1,89 \times \% \text{Al} \\ \text{MnO}_2 \% &= 1,58 \times \% \text{Mn} \\ \text{SiO}_2 \% &= 2,14 \times \% \text{Si}\end{aligned}$$

Referencias

van Reeuwijk (1986).

12.2. EXTRACCION CON CITRATO-DITIONITO

Principio

Se sigue el procedimiento de Holmgren. La muestra se agita con una solución complejante, reductora y tamponante de citrato de sodio y ditionito de sodio. En el extracto se mide aluminio, hierro y manganeso (y posiblemente silicio) por EAA.

Reactivos

Solución de citrato de sodio 17 % y ditionito de sodio 1,7 %.

Disolver 510 g de citrato- $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}$ en 2,5 L de agua. Agregar y disolver 50 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ y diluir a 3 L. Precaución: esta solución debe prepararse inmediatamente antes del uso porque se deteriora.

Solución de superfloc 0,2 %.

Disolver 0,2 g de superfloc en 100 ml de agua (agitando durante la noche en la oscuridad). Almacenar en la oscuridad por alrededor de una semana.

Solución estándar de Fe, Al y Mn de 250 mg/L.

Diluir ampollas estándares concentradas según las instrucciones de manera de obtener soluciones de 1000 mg/L. (Alternativamente: ver Apéndice 5). Diluir a 250 mg/L pipeteando 50 ml de cada una de ellas en un matraz volumétrico de 200 ml y enrasando con agua.

Serie de estándares mezclados de Fe, Al y Mn.

De la solución estándar de 250 ml pipetear 0-5-10-15-25 ml en matraces volumétricos de 250 ml. A cada matraz agregar 50 ml de solución de citrato/ditionito y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-25 mg/L de Fe, Al y Mn.

Nota: Si se desea medir silicio en los extractos, preparar una serie de estándares de Si de 0-25 mg/L de manera similar a la de Fe, Al y Mn. Debe usarse agua destilada en vez de agua desmineralizada a lo largo de todo el proceso.

Procedimiento

1. Pesar 1 g de suelo (exactitud 0,01 g) en un frasco agitable de 100 ml. Incluir dos blancos y una muestra de referencia.
2. Agregar 60 ml de solución de citrato/ditionito, cerrar el frasco y agitar durante la noche (16 horas). Nota: Esta relación suelo : solución es adecuada para muestras con contenidos de alrededor de 15% de Fe_2O_3 (10% de Fe). Para muestras con contenidos de hasta 20% de Fe usar 120 ml de reactivo (en frascos de 250 ml), hasta 30% 180 ml, etc. En el caso de no tener una estimación y el contenido de Fe sobrepasa el rango, repetir el análisis con una relación suelo : solución menor.
3. Transferir alrededor de 35 ml de la suspensión a un tubo de centrifuga de 50 ml.

4. Agregar 3-4 gotas de solución de superfloc y agitar bien.
5. Centrifugar.
6. Preparar diluciones 5x y 50x.
 - a) Dilución 5x.
Pipetear 1 ml del sobrenadante claro y 4 ml de agua en un tubo de ensayo y homogenizar.
 - b) Dilución 50x:
Pipetear 1 ml del sobrenadante claro y 9 ml de solución de citrato/ditionito en un tubo de ensayo y homogenizar. Pipetear 1 ml de este extracto diluido 10x y 4 ml de agua en un tubo de ensayo y homogenizar.
7. Medir Fe por EAA a 248,3 nm usando la llama de aire/acetileno.
8. Medir Al (usualmente en la dilución 5x) por EAA a 309,3 nm usando la llama de óxido nitroso/acetileno.
9. Medir Mn (usualmente en la dilución 5x) por EAA a 269,5 nm usando la llama de aire/acetileno o de óxido nitroso/acetileno.
10. Medir Si por EAA a 251,6 nm usando la llama de óxido nitroso/acetileno.

Nota: En caso de sobrepasar el rango, diluir los extractos una vez más 1 + 1 con la solución estándar cero, de la cual, por lo tanto, debe prepararse una cantidad adicional de 250 ó 500 ml.

Advertencia

El procedimiento original indica el uso de suelo < 2 mm, otros laboratorios usan 80 mesh y 0,25 mm. Sin embargo, comparaciones realizadas con distintos tamaños de partículas, indican que no hay diferencias significativas en los resultados, por lo que se recomienda el uso de suelo < 2 mm.

Cálculos

$$\text{Fe, Al, Mn o Si (\%)} = \frac{(a-b) \times D \times 60 \times 100 \times fh}{s \times 1000} = \frac{(a-b) \times D \times 6 \times fh}{s}$$

donde:

- a = mg/L de Fe, Al, Mn o Si en el extracto diluido de la muestra
- b = mg/L de Fe, Al, Mn o Si en el blanco diluido
- D = factor de dilución (5 o 50)
- s = peso en mg del suelo seco al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

Referencias

van Reeuwijk (1986).

12.3. EXTRACCION CON OXALATO ACIDO

Principio

La muestra se agita con una solución complejante ácida que disuelve los compuestos "activos" o pobremente cristalinos de Fe, Al y Si, los cuales se determinan en el extracto por EAA.

Reactivos

Advertencia: En este procedimiento debe usarse agua destilada porque la desionizada puede contener Si.

Solución ácida de oxalato de amonio, 0,2 M en oxalato, pH 3.

Disolver 81 g de $(\text{COONH}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y 54 g de $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 4,5 L de agua y diluir a 5 L. Preparar 1 L de dos soluciones separadas de oxalato- NH_4 (16 g/L) y ácido oxálico (11 g/L) y ajustar con ellas el pH de la mezcla a 3.

Solución supresora de cloruro de potasio, 10.000 mg/L de K.

Disolver 19 g de KCl en agua y diluir a 1 L.

Solución de superfloc 0,2 %.

Disolver 0,2 g de superfloc en 100 ml de agua (agitando durante la noche en la oscuridad). Almacenar en la oscuridad. Esta solución puede guardarse por alrededor de una semana.

Solución diluyente 5x.

Diluir 2,39 g de KCl y 25 ml de HCl concentrado a 1 L.

Solución diluyente 20x.

Diluir 2,01 g de KCl, 210 ml de solución ácida de oxalato y 21 ml de HCl concentrado a 1 L.

Soluciones estándares de Fe, Al y Si de 250 mg/L.

Diluir ampollas estándares concentradas según las instrucciones de manera de obtener soluciones de 1000 mg/L. (Alternativamente: ver Apéndice 5). Diluir cada una de ellas a 250 mg/L pipeteando 50 ml en matraces volumétricos de 200 ml y enrasando con agua.

Serie de estándares mezclados de Fe, Al y Si.

A cada uno de seis matraces volumétricos de 250 ml agregar 50 ml de solución ácida de oxalato, 25 ml de solución supresora de KCl y 5 ml de HCl conc. (o 10 ml de HCl 6M). Pipetear, de cada solución estándar de 250 mg/L, 0-5-10-15-25 ml en los matraces volumétricos de 250 ml (los mismos volúmenes en los mismos frascos respectivamente) y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-25 mg/L de Fe, Al y Si.

Procedimiento

1. Pesar 1 g de suelo (exactitud 0,01 g) en un frasco agitable de 100 ml. Incluir dos blancos y una muestra de referencia.

2. Agregar 50,0 ml de solución ácida de oxalato y cerrar el frasco. Nota: En suelos relativamente altos en material extraíble con oxalato (Al > 2%) usar 100, o ml de solución de oxalato y frascos de 250 ml.
3. Agitar en la oscuridad por 4 horas.
4. Transferir alrededor de 35 ml de suspensión a un tubo de centrífuga de 50 ml.
5. Agregar 3-4 gotas de solución de superfloc u mezclar bien.
6. Centrifugar.
7. Preparar diluciones 5x y 20x.
 - a) Dilución 5x:
Pipetear 1 ml del sobrenadante claro y 4 ml de la solución diluyente 5x en un tubo de ensayo y homogenizar.
 - b) Dilución 20x:
Pipetear 1 ml del sobrenadante claro y 19 ml de la solución diluyente 20x en un tubo de ensayo o en un vaso y homogenizar.
8. Medir Fe por EAA a 248,3 nm usando la llama de aire/acetileno.
9. Medir Al por EAA a 309,3 nm usando la llama de óxido nitroso/acetileno.
10. Medir Si por EAA a 251,6 nm usando la llama de óxido nitroso/acetileno. Nota: En caso de sobrepasar el rango, diluir los extractos una vez más 1+1 con la solución estándar cero, de la cual, por lo tanto, deberá prepararse una cantidad adicional de 250 ó 500 ml.

Cálculos

$$\text{Fe, Al o Si (\%)} = \frac{(a-b) \times D \times \text{ml ox.} \times 100 \times fh}{1000 \times s} = \frac{(a-b) \times 0,1 \times D \times \text{ml ox.} \times fh}{s}$$

donde:

- a = mg/l de Fe, Al o Si en el extracto diluido de la muestra
 b = mg/l de Fe, Al o Si en el blanco diluido
 D = factor de dilución (5 ó 20)
 ml ox. = ml usados de solución de oxalato (50 ó 100)
 s = peso en mg de suelo seco al aire
 fh = factor de corrección por humedad.

Referencias

van Reeuwijk (1986).

12.4. EXTRACCION CON PIROFOSFATO DE SODIO

Principio

La muestra se agita con una solución de pirofosfato de sodio, la cual extrae selectivamente Fe y Al complejados con la materia orgánica. En los extractos se mide Fe y Al por EAA.

Reactivos

Solución de pirofosfato (difosfato) de sodio 0,1 M.

Disolver 223 g de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ en agua y diluir a 1 L.

Solución de superfloc 0,2%.

Disolver 0,2 g de superfloc en 100 ml de agua (agitando en la oscuridad durante la noche). Almacenar en la oscuridad. Esta solución puede guardarse por alrededor de una semana.

Soluciones estándares de Fe y Al de 250 mg/L.

Diluir ampollas estándares concentradas según las instrucciones de manera de obtener soluciones de 1000 mg/L. Diluir cada una de ellas a 250 mg/L pipeteando 50 ml en matraces volumétricos de 200 ml y enrasando con agua.

Serie de estándares mezclados de Fe y Al.

A cada uno de seis matraces volumétricos de 250 ml agregar 50 ml de solución de pirofosfato. De cada solución estándar de 250 mg/l pipetear 0-5-10-15-25 ml en los matraces volumétricos de 250 ml (los mismos volúmenes en los mismos matraces respectivamente) y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-25 mg/L de Fe y Al.

Procedimiento

1. Pesar 1 g de suelo (exactitud 0,01 g) en un frasco agitable de 250 ml. Incluir dos blancos y una muestra de referencia.
2. Agregar 100 ml de solución de pirofosfato y tapar el frasco.
3. Agitar durante la noche (16 horas).
4. Transferir alrededor de 35 ml de suspensión a un tubo de centrifuga de 50 ml.
5. Agregar 3-4 gotas de superfloc y agitar vigorosamente por 15 segundos.
6. Centrifugar. Nota: A menudo es difícil obtener un sobrenadante claro porque se produce peptización. En este caso usar la unidad de alta velocidad.
7. Preparar una dilución 5x pipeteando 1 ml de sobrenadante claro y 4 ml de agua en un tubo de ensayo. Homogenizar.
8. Medir Fe por EAA a 248,3 nm usando la llama de aire/acetileno.
9. Medir Al por EAA a 309,3 nm usando la llama de óxido nitroso/acetileno.

Nota: En caso de sobrepasar el rango, diluir los extractos una vez más 1+1 con la solución estándar cero de la cual, por lo tanto, debe prepararse una cantidad extra de 250 o 500 ml.

Cálculos

$$\text{Fe o Al (\%)} = \frac{(a-b) \times 5 \times 100 \times 100 \times fh}{1000 \times s} = \frac{(a-b) \times 50 \times fh}{s}$$

donde:

- a = mg/L de Fe o Al en el extracto diluido de la muestra
- b = mg/L de Fe o Al en el blanco diluido
- s = peso en mg del suelo seco al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

Advertencias

El problema de este método es la dificultad de obtener una solución sobrenadante clara, por lo que debe examinarse cuidadosamente cada una de estas después de la centrifugación. En caso de observar partículas en suspensión debe repetirse la centrifugación usando alta velocidad.

El carbono orgánico también puede determinarse en el extracto. Para ello puede seguirse el método de combustión húmeda con dicromato ácido de Walkley y Black (5.1.).

Referencia

van Reeuwijk (1986).

13. SALES SOLUBLES

Principio

Las sales solubles se determinan midiendo los cationes y aniones en extractos acuosos. Se describen los procedimientos para el extracto de la pasta saturada y de la mezcla suelo : agua en relación 1 : 5. La salinidad del suelo se evalúa por la conductividad eléctrica del extracto de saturación. Nota: El extracto 1 : 5 es más fácil de obtener y proporciona una mayor cantidad de extracto que el extracto de saturación. Sin embargo, se considera que el extracto de saturación representa mejor las condiciones reales del suelo.

13.1. EXTRACTO DE SATURACION

Procedimiento

1. Para obtener alrededor de 40 ml de extracto, pesar 200 a 1000 g de suelo (exactitud 1 g) en un vaso de plástico con tapa. Mientras mayor es el contenido de arcillas menor es la cantidad de muestra necesaria.
2. Agregar un cristal de timol para reducir el desarrollo microbiano.
3. Agregar agua suficiente para saturar la muestra.
4. Revolver suavemente con una espátula y agregar ya sea agua o suelo hasta alcanzar el punto de saturación. Los criterios para este punto son:
 - cuando se golpea al vaso contra el mesón no debe colectarse agua la superficie
 - la pasta brilla por reflejo de la luz
 - la pasta fluye lentamente cuando el vaso se inclina
 - la pasta se desliza libre y limpiamente de la espátula (excepto en el caso de arcilla densa).
5. Cubrir el vaso y dejar reposar durante la noche. Incluir dos vasos con aproximadamente 50 ml de agua como blancos.
6. Al día siguiente chequear la pasta según los criterios anteriores y ajustar las condiciones con algo de agua o suelo si es necesario.
7. Tomar 1-2 cucharadas de pasta para determinar el contenido de humedad. Esto da el Porcentaje de saturación (ver 3.2.).
8. Transferir la pasta a un embudo Büchner provisto de un filtro fino, aplicar succión y coleccionar el filtrado. Si el filtrado inicial sale turbio, devolverlo al embudo.
9. Para medir los iones, inmediatamente diluir 10x parte del extracto pipeteando 10 ml en un matraz volumétrico de 100 ml y enrasando con agua.
10. Al extracto remanente, agregar 1 gota de solución de hexametáfosfato de sodio 0,1% por cada 25 ml de extracto para prevenir la precipitación de CaCO_3 . Nota: Esta cantidad de solución de hexametáfosfato aumenta la concentración de sodio en menos de 0,5 mg/L, lo cual tiene poca importancia comparada con la posible pérdida de CaCO_3 .

13.1.1 pH

Medir el pH directamente en el extracto sin diluir, usando un electrodo combinado y siguiendo las instrucciones del medidor de pH.

13.1.2. CONDUCTIVIDAD ELECTRICA

Reactivos

Solución estándar de cloruro de potasio 0,01 M.

Diluir una ampolla estándar concentrada de KCl 0,100 M según las instrucciones. Pipetear 10 ml de la solución estándar de KCl 0,100 M en un matraz volumétrico de 100 ml y enrasar con agua. Alternativamente: disolver 0,7456 g de KCl seco a 105°C en agua en un matraz volumétrico de 1 L y enrasar con agua.

Procedimiento

1. Agregar alrededor de 30 ml de solución estándar de KCl 0,01 M en un vaso de 50 ml y leer la temperatura.
2. Introducir el extremo de la celda en esta solución.
3. Colocar el dial de compensación de temperatura en la temperatura medida y ajustar la lectura con el dial de la constante de la celda a 1,412 mS/cm. (Esta es la conductividad específica de la solución estándar de KCl 0,01 M a 25°C).
4. Medir la temperatura del extracto y colocar el dial de compensación de temperatura en esa temperatura. Nota: La lectura es automáticamente corregida a 25°C.
5. Introducir el extremo de la celda en el extracto y leer la conductividad. Nota: Si no se dispone de suficiente cantidad de extracto para ambientar la celda antes de la medida, lavar la celda con agua y acetona y secarla con una corriente de aire.

13.1.3. CALCIO Y MAGNESIO

13.1.3.1. Espectrofotometría de absorción atómica

Principio

Ca y Mg solubles se miden por EAA en los extractos diluidos. El principal problema es la incertidumbre acerca de la concentración de los iones en el extracto antes del análisis. Por lo tanto, a menudo las mediciones deben repetirse usando una dilución mayor o menor del extracto. A veces, sin embargo, basta una extensión de la serie de estándares. Las interferencias en la medida se suprimen con la adición de La.

Reactivos

Soluciones estándares de Ca, Mg de 1000 mg/L.

Diluir ampollas estándares concentradas según las instrucciones.

Acido nítrico 6 M.

Diluir 375 ml de HNO₃ 66% (16 M) con agua a 1 L.

Solución supresora de lantano, 1% en La.

Disolver 23,4 g de La₂O₃ en 106 ml de HCl o HNO₃ 6 M y diluir a 2 L con agua (ácido en exceso: 0,1 M). Alternativamente: Disolver 62,3 g de La(NO₃)₃·6H₂O en agua. Agregar 33 ml de HNO₃ 6 M y diluir a 2 L con agua.

Procedimiento

1. Diluir la solución estándar de Ca de 1000 mg/L a 250 mg/L pipeteando 50 ml en un matraz volumétrico de 200 ml y enrasando con agua.
2. Diluir la solución estándar de Mg de 1000 mg/L a 25 mg/L pipeteando 25 ml en un matraz volumétrico de 1 L y enrasando con agua.
3. De la solución de Ca de 250 mg/L y de la solución de Mg de 25 mg/L pipetear 0-5-10-15-20-25 ml en matraces volumétricos de 250 ml.
4. A cada matraz agregar 125 ml de solución supresora de La. Enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 mg/L de Ca y 0,0-0,5-1,0-1,5-2,0-2,5 mg/L de Mg. Nota: Para estimar los extractos que sobrepasen el rango, preparar en forma similar dos soluciones estándares más concentrados de 50 mg/L de Ca y 5 mg/L de Mg.
5. Pipetear 2 ml del extracto diluido 10x proveniente de la pasta saturada y 2 ml de la solución supresora de La en un tubo de ensayo. Homogeneizar.
6. Medir Ca y Mg por EAA a 422,7 nm y 285,2 nm respectivamente, usando la llama de aire/acetileno.

Cálculos

$$\text{Ca soluble (mmol(+))/L} = \frac{(a-b) \times 20}{20,04} = (a-b)$$

$$\text{Mg soluble (mmol(+))/L} = \frac{(a-b) \times 20}{12,16} = (a-b) \times 1,64$$

$$\text{Ca y Mg solubles (cmol(+))/kg de suelo} = \frac{\text{Ca, Mg (mmol(+))/L} \times \text{PS}}{1000}$$

donde:

PS = porcentaje de saturación.

13.1.4. POTASIO Y SODIO

13.1.4.1. Espectrofotometría de emisión de llama (EEL)

Reactivos

Soluciones estándares de K y de Na de 1000 mg/L.

Diluir ampollas estándares concentradas según las instrucciones.

Solución supresora de cesio, 0,2% en Cs.

Disolver 5 g de CsCl, agregar 33 ml de HNO₃ 6 M y diluir con agua a 2L.

Procedimiento

1. Diluir la solución estándar de K de 1000 mg/L a 100 mg/L pipeteando 25 ml en un matraz volumétrico de 250 ml y enrasando con agua.
2. Diluir la solución estándar de Na de 1000 mg/L a 250 mg/L pipeteando 50 ml en un matraz volumétrico de 200 ml y enrasando con agua.
3. De la solución de K de 100 mg/L y de la solución de Na de 250 mg/L pipetear 0-5-10-15-20-25 ml en matraces volumétricos de 250 ml.
4. A cada matraz agregar 125 ml de solución supresora de Cs 0,2% y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-2-4-6-8-10 mg/L de K y 0-5-10-15-20-25 mg/L de Na. Nota: Para estimar los extractos que sobrepasen el rango, preparar en forma similar dos soluciones estándares más concentradas de 20 mg/L de K y 50 mg/L de Na.
5. Pipetear 2 ml del extracto diluido 10x proveniente de la pasta saturada y 2 ml de la solución supresora de Cs en un tubo de ensayo. Homogeneizar.
6. Medir K y Na por EEL a 766,5 nm y 589,0 nm respectivamente.

Cálculos

$$\text{K soluble (mmol(+))/L} = \frac{(a-b) \times 20}{39,10} = (a-b) \times 0,51$$

$$\text{Na soluble (mmol(+))/L} = \frac{(a-b) \times 20}{23,01} = (a-b) \times 0,87$$

donde:

a = mg/L de Ca, Mg, K o Na en el extracto diluido 20x

b = mg/L de Ca, Mg, K o Na en el blanco diluido 20x.

$$\text{K y Na solubles (cmol(+))/kg de suelo} = \frac{\text{K, Na (mmol(+))/L} \times \text{PS}}{1000}$$

donde:

PS = porcentaje de saturación.

La Relación de Adsorción de Sodio (RAS) del extracto de saturación se define como:

$$\text{RAS} = \frac{\text{Na}}{[(\text{Ca} + \text{Mg})/2]^{1/2}}$$

donde:

Na, Ca y Mg = mmol(+)/L de Na, Ca y Mg en el extracto de saturación.

13.1.5. CARBONATO Y BICARBONATO

13.1.5.1. Titulación potenciométrica

Principio

Carbonato y bicarbonato se determinan por titulación potenciométrica del extracto con HCl hasta pH 8,4 y 4,4 respectivamente.

Reactivos

Solución estándar de ácido clorhídrico 0,020 M.

Diluir una ampolla estándar de 0,010 moles de HCl a 500 ml o una ampolla de 0,020 moles de HCl a 1 L con agua según las instrucciones.

Procedimiento

1. Determinar la alícuota de extracto para la titulación usando la conductividad eléctrica según la siguiente tabla:

CE < 1 dS/m	:	10 ml
CE = 1 - 10 dS/m	:	5 ml
CE > 10 dS/m	:	2 ml

Alternativamente: usar una cantidad proporcional del extracto de saturación diluido 10x. Para el blanco usar 10 ml del extracto blanco.

2. Pipetear la alícuota estimada en un vaso y si es necesario agregar agua hasta que el electrodo se sumerja.
3. Medir el pH. Nota: el medidor de pH debe estar calibrado con los tampones de pH 4,00 y 9,00.

4. Si el pH es de 8,7 o mayor, colocar el punto final a 8,4 y titular con solución estándar de HCl 0,020 M. Nota: Bajo pH 8,7 la cantidad de carbonato presente es insuficiente como para una determinación significativa, de manera que la titulación sólo debe realizarse para bicarbonato.
5. Cuando la titulación se detiene, anotar el gasto de titulante.
6. Colocar el punto final en 4,4 y continuar la titulación.
7. Cuando la titulación termina, nuevamente anotar el gasto de titulante.

Cálculos

$$\text{CO}_3 \text{ (mmol(-)/L)} = \frac{2V \times M \times 1000}{A}$$

$$\text{HCO}_3 \text{ (mmol(-)/L)} = \frac{(T-2V-B) \times M \times 1000}{A}$$

donde:

- V = ml de HCl necesarios para titular hasta pH 8,4
- M = molaridad del HCl
- A = alícuota del extracto de saturación sin diluir
- T = ml total de HCl necesarios para titular hasta pH 4,4
- B = ml de HCl necesarios para titular el blanco hasta pH 4,4.

$$\text{CO}_3, \text{HCO}_3 \text{ (cmol(-)/kg de suelo)} = \frac{\text{CO}_3, \text{HCO}_3 \text{ (mmol(-)/L)} \times \text{PS}}{1000}$$

donde:

PS = porcentaje de saturación.

13.1.6. CLORURO

13.1.6.1. Titulación potenciométrica

Principio

El cloruro se titula potenciométricamente con nitrato de plata. El punto final se alcanza cuando los iones Ag ya no precipitan con el cloruro; esto provoca un cambio repentino en el potencial eléctrico entre los electrodos sensores y así una detección del punto final.

Equipos

Medidor de pH con electrodo de vidrio combinado de Ag-AgCl.
Agitador magnético con barra recubierta de teflón.
Microbureta o titulador automático.

Reactivos

Acido nítrico, HNO_3 concentrado.

Solución estándar de cloruro de potasio, KCl , 0,01 M.

Disolver 0,746 g de KCl en agua y diluir a 1 L.

Solución de nitrato de plata, AgNO_3 , 0,1 M.

Disolver 8,5 g de AgNO_3 en agua y diluir a 500 ml. Guardar en la oscuridad.

Solución de nitrato de plata, AgNO_3 , 0,01 M.

Diluir 10 ml de la solución de AgNO_3 0,1 M a 100 ml con agua. Determinar la molaridad de esta solución titulado potenciométricamente con solución estándar de KCl 0,01 M según el procedimiento siguiente.

Procedimiento

Estandarización de la solución de AgNO_3 0,01 M

1. Pipetear 10 ml de solución de KCl 0,01 M en un vaso de titulación, diluir a 25 ml con agua y agregar 2 ml de HNO_3 concentrado.
2. Introducir el electrodo en la solución, colocar la barra magnética y someter a agitación.
3. Agregar solución de AgNO_3 0,01 M en incrementos anotando el gasto de AgNO_3 y el voltaje.
4. Dibujar la curva de titulación con el gasto de AgNO_3 y el voltaje. Determinar el volumen de titulante usado y el voltaje en el punto final.

Análisis de las muestras

1. Pipetear una alícuota del extracto que contenga $< 0,1$ mmol de cloruro en el vaso de titulación. Diluir a 25 ml y agregar 2 ml de HNO_3 conc.
2. Titular con la solución de AgNO_3 0,01 M hasta el voltaje predeterminado en la estandarización de la solución de AgNO_3 .

Cálculos

$$\text{Cl (mmol(-)/L)} = \frac{(a-b) \times M \times 1000}{A}$$

donde:

- a = ml de AgNO_3 gastados en el extracto
 b = ml de AgNO_3 gastados en el blanco
 M = molaridad del $\text{AgNO}_3 = 0,1/c$ (c = ml de AgNO_3 gastados en titular
 10 ml de HCl 0,01 M)
 A = ml de alícuota

$$\text{Cl (cmol(-)/kg de suelo)} = \frac{\text{Cl (mmol(-)/L)} \times \text{PS}}{1000}$$

donde:

PS = porcentaje de saturación.

Referencias

Adriano y Doner en: Page (1982).

13.1.7. SULFATO

13.1.7.1. Turbidimetría

Principio

El sulfato se precipita como sulfato de bario, el cual se determina turbidimétricamente.

Reactivos

Solución acidificada de cloruro de bario 10%.

Disolver 25 g de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en aprox. 200 ml de agua a la cual se le han agregado 12,5 ml de HCl conc. Diluir a 250 ml con agua.

Glicerol 1 : 1.

Mezclar 500 ml de glicerol con 500 ml de agua.

Solución estándar de SO_4 de 1000 mg/L.

Diluir una ampolla estándar concentrada según las instrucciones.

Serie de estándares.

Diluir la solución estándar de SO_4 de 1000 mg/l a 100 mg/L pipeteando 25 ml en un matraz volumétrico de 250 ml y enrasando con agua. De esta solución pipetear 0-5-10-20-30 ml en matraces volumétricos de 100 ml y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0-5-10-20-30 mg/L de SO_4 .

Procedimiento

1. Pipetear una alícuota de 5 ml del extracto de saturación diluido 10x y de la serie de estándares (estándar cero = blanco) en vasos de 50 ml.
Nota: La alícuota puede contener hasta 0,6 mg de SO₄. Con contenidos mayores pipetear una alícuota menor.
2. Agregar 10,0 ml de agua y agitar con una varilla de vidrio (dejar la varilla en el vaso. Si se ha pipeteado una alícuota menor de 5 ml agregar agua suficiente para tener un volumen total de 15 ml.
3. Agregar 10,0 ml de glicerol 1 : 1 y agitar por 15 segundos.
4. Colocar en refrigerador por 1 hora (o el tiempo suficiente para enfriar a alrededor de 15°C).
5. Sacar del refrigerador y agregar, mientras se agita, 2,0 ml de solución de BaCl₂. Agitar por 10 segundos.
6. Dejar reposar a temperatura ambiente por 30 minutos.
7. Medir la absorbancia con un espectrofotómetro a 600 nm.

Cálculos

Construir una curva de calibración con los valores de la serie de estándares.

$$\text{SO}_4 \text{ (mmol(-)/L)} = \frac{a \times 10}{48} = a \times 0,208$$

donde:

a = mg/L de SO₄ en el extracto de saturación diluido 10x.

$$\text{SO}_4 \text{ (cmol(-)/kg de suelo)} = \frac{\text{SO}_4 \text{ (mmol(-)/L)} \times \text{PS}}{1000}$$

donde:

PS = porcentaje de saturación.

Referencias

van Reenwijk (1986).

13.1.7.2. Colorimetría

Principio

El extracto se trata con una solución ácida de cromato de bario para precipitar el sulfato como sulfato de bario. El exceso de cromato de bario se precipita por alcalinización y el cromato libre, equivalente a la cantidad de sulfato presente, se determina por colorimetría.

Reactivos

Cromato de bario 0,025 M en HCl 0,75 M.

Diluir 65 ml de HCl conc. en aprox. 750 ml de agua. Agregar 6,35 g de BaCrO₄ y enrasar a 1 L. Dejar reposar durante la noche y filtrar si es necesario.

Amoníaco 2,5 M.

Diluir 94 ml de NH₃ conc. con agua a 500 ml.

Solución estándar de sulfato 0,1 M.

Disolver 14,2 g de Na₂SO₄ en agua y enrasar a 1 L.

Solución estándar de sulfato 0,001 M.

Diluir 10 ml de la solución estándar de sulfato 0,1 M con agua a 1 L.

Procedimiento

1. Tomar una alícuota de extracto que contenga entre 0,005 y 0,025 mmoles de SO₄= en un matraz volumétrico de 50 ml. Para la curva estándar tomar 0-5-10-15-20-25 ml de la solución estándar de sulfato 0,001 M, lo que equivale a 0,000-0,005-0,010-0,015-0,020-0,025 mmoles de sulfato. Diluir con agua hasta un volumen aprox. de 25 ml.
2. Agregar 1,2 ml de NH₃ 2,5 M y agitar.
3. Agregar 5 ml de BaCrO₄ 0,025 M en HCl 0,75 M y dejar en reposo durante la noche.
4. Agregar 1,0 ml de NH₃ 2,5 M y enrasar con agua.
5. Filtrar por filtro para precipitados finos.
6. Medir la absorbancia a 410 nm.

Cálculos

Dibujar la curva de calibración de mmoles de sulfato contra la absorbancia

$$\text{SO}_4 \text{ (mmol(-)/L)} = \frac{a - b}{A} \times 2000$$

donde:

a = mmoles de sulfato en la muestra

b = mmoles de sulfato en el blanco

A = ml de alícuota.

Nota: Si el extracto contiene < 0,2 mmoles/L de SO₄=, reemplazar el punto 1 del Procedimiento por "Tomar una alícuota que contenga entre 0,001 y 0,005 mmoles de SO₄= en un matraz volumétrico de 50 ml. Para la curva estándar tomar 0-1-2-3-4-5 ml de la solución estándar de sulfato 0,001 M, lo que equivale a 0,000-0,001-0,002-0,003-0,004-0,005 mmoles de SO₄=." Además, reemplazar el punto 6 del Procedimiento por "Medir la absorbancia a 372 nm."

Referencias

Dewis y Freita (1970).

13.2. EXTRACTO 1 : 5

Reactivos

Solución de hexametáfosfato de sodio 0,1%.

Disolver 0,1 g de $(\text{NaPO}_3)_6$ en agua y diluir a 100 ml.
Timol.

Procedimiento

1. Pesar 30 g de suelo (exactitud 0,1 g) en un frasco de plástico de 250 ml y agregar 150 ml de agua. Incluir dos blancos. Nota: Normalmente no se descuenta el agua de las muestras secas al aire. Solamente cuando el contenido es > 5% debe corregirse la cantidad de agua agregada.
2. Tapar el frasco y agitar mecánicamente por 2 horas. Si se sospecha la presencia de yeso (suspensión bien floculada detectada en la medida del pH y una saturación básica excesivamente alta, sobre 300%), agregar un cristal de timol y dejar reposar durante la noche (para permitir la disolución). Si no es así dejar reposar por 1 hora.
3. Filtrar la suspensión usando un filtro fino. Si el filtrado inicial sale turbio, devolverlo al filtro. Si el filtrado permanece turbio, tratar con centrifugación a alta velocidad.
4. Para medir los iones, inmediatamente diluir 2x pipeteando 50 ml de extracto y 50 ml de agua en un frasco de plástico con tapa de 100 ml.
5. Al extracto remanente, agregar 1 gota de solución de hexametáfosfato de sodio 0,1% por cada 25 ml de extracto para prevenir la precipitación de CaCO_3 . Nota: Esta cantidad de solución de hexametáfosfato aumenta la concentración de sodio en menos de 0,5 mg/L, lo cual tiene poca importancia comparada con la posible pérdida de CaCO_3 .

13.2.1. pH

Seguir la indicaciones de 13.1.1

13.2.2. CONDUCTIVIDAD ELECTRICA

Seguir la indicaciones de 13.1.2.

13.2.3. CALCIO Y MAGNESIO

13.2.3.1. Espectrofotometría de absorción atómica

Seguir las indicaciones de 13.1.3.1. pero modificando el punto 5 del Procedimiento por "Pipetear 2 ml del extracto diluido 2x ..."

Cálculos

$$\text{Ca soluble (mmol(+))/L} = \frac{(a-b) \times 4}{20,04}$$

$$\text{Mg soluble (mmol(+))/L} = \frac{(a-b) \times 4}{12,16}$$

donde:

a = mg/L de Ca, Mg en el extracto diluido 4x

b = mg/L de Ca, Mg en el blanco diluido 4x.

Ca, Mg solubles (cmol(+))/kg de suelo = Ca,Mg(mmol(+))/L x 0,5 x fh

donde:

fh = factor de corrección por humedad.

13.2.4. POTASIO Y SODIO

13.2.4.1. Espectrofotometría de emisión de llama

Seguir indicaciones de 13.1.4.1. pero modificando el punto 5 del Procedimiento por "Pipetear 2 ml del extracto diluido 2x..."

Cálculos

$$\text{K soluble (mmol(+))/L} = \frac{(a-b) \times 4}{39,10}$$

$$\text{Na soluble (mmol(+))/L} = \frac{(a-b) \times 4}{23,00}$$

donde:

a = mg/L de K o Na en el extracto diluido 4x

b = mg/L de K o Na en el blanco diluido 4x.

K, Na solubles (cmol(+))/kg de suelo = K,Na(mmol(+))/L x 0,5 x fh

donde:

fh = factor de corrección por humedad.

La Relación de Adsorción de Sodio (RAS) del extracto 1 : 5 se define como:

$$\text{RAS} = \frac{\text{Na}}{[(\text{Ca} + \text{Mg})/2]^{1/2}}$$

donde:

Na, Ca y Mg = mmol(+)/l de Na, Ca y Mg en el extracto 1 : 5.

13.2.5. CARBONATO Y BICARBONATO

13.2.5.1. Titulación potenciométrica

Seguir la indicaciones dadas en Reactivos y Procedimiento de 13.1.5.1.

Cálculos

$$\text{CO}_3 \text{ (mmol(-)/L)} = \frac{2V \times M \times 1000}{A}$$

$$\text{HCO}_3 \text{ (mmol(-)/L)} = \frac{(T-2V-B) \times M \times 1000}{A}$$

donde:

V = ml de HCl necesarios para titular hasta pH 8,4

M = molaridad del HCl

A = alícuota del extracto 1 : 5 sin diluir

T = ml totales de HCl necesarios para titular hasta pH 4,4

B = ml de HCl necesarios para titular el blanco hasta pH 4,4.

$$\text{CO}_3, \text{HCO}_3 \text{ (cmol(-)/kg de suelo)} = \text{CO}_3, \text{HCO}_3 \text{ (mmol(-)/L)} \times 0,5 \times fh$$

donde:

fh = factor de corrección por humedad.

13.2.6. CLORURO

13.2.6.1. Titulación potenciométrica

Seguir la indicaciones de 13.1.5.1.

13.2.7. SULFATO

13.2.7.1. Turbidimetría

Seguir la indicaciones de 13.2.6.1. pero cambiando el punto 1 del Procedimiento por "Pipetear 5 ml del extracto diluido 2x ..."

Cálculos

$$\text{SO}_4 \text{ (mmol(-)/L)} = \frac{a \times 2}{48} = a \times 0,0416$$

donde:

a = mg/L de SO_4 en el extracto 1 : 5 diluido 2x.

$$\text{SO}_4 \text{ (cmol(-)/kg de suelo)} = \text{SO}_4 \text{ (mmol(-)/L)} \times 0,5 \times fh$$

donde:

fh = factor de corrección por humedad.

Referencias

van Reeuwijk (1986).

13.2.7.2. Colorimetría

Seguir las indicaciones de 13.1.7.2.

14. FOSFORO

Se describen dos métodos para fósforo “disponible”, Olsen y Bray I. También se describe la determinación de la “retención de fosfato” para obtener una medida de la capacidad del suelo para retener el fosfato de la solución.

14.1. EXTRACCION CON NaHCO_3 0,5 M, pH 8,5 (OLSEN ET AL.)

Principio

La muestra se extrae con una solución de bicarbonato de sodio a pH 8,5. Este método es adecuado para suelos calcáreos, alcalinos o neutros que contienen fosfatos de Ca porque la concentración de Ca en solución es disminuida por precipitación de CaCO_3 . Como resultado, la concentración de fosfato puede aumentar.

El procedimiento también puede ser aplicado a suelo ácidos porque el carbonato tamponado disminuye la solubilidad de Al y Fe y así aumenta la concentración de fosfato.

Reactivos

Solución de bicarbonato de sodio 0,5 M, pH 8,5.

Disolver 42 g de NaHCO_3 en 1 L de agua. Ajustar a pH 8,5 agregando NaOH 1 M (4 g/100 ml). En caso de sobrepasar el pH de 8,5 agregar NaHCO_3 0,5 M. Nota: Verificar y reajustar el pH después de almacenado.

Acido sulfúrico 4 M.

Lentamente agregar 56 ml de H_2SO_4 conc. a 150 ml de agua bajo agitación constante. Una vez frío llevar a 250 ml con agua.

Solución de molibdato de amonio.

Disolver 4 g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 100 ml de agua.

Solución de tartrato de potasio y antimonio.

Disolver 0,275 g de $\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ en 100 ml de agua.

Solución de ácido ascórbico 0,1 M.

Disolver 1,75 g de ácido ascórbico en 100 ml de agua.

Reactivo mezclado.

Agregar sucesivamente con una probeta a un frasco de 500 ml homogenizando después de cada adición:

- 50 ml de H_2SO_4 4 M
- 15 ml de solución de molibdato de amonio
- 30 ml de solución de ácido ascórbico
- 5 ml de solución de tartrato de potasio y antimonio
- 200 ml de agua.

Preparar antes del uso.

Solución estándar de fósforo de 100 mg/L.

Diluir una ampolla estándar concentrada según las instrucciones de manera de obtener una solución de P de 1000 mg/L. Pipetear 10 ml de esta solución en un matraz volumétrico de 1 L y enrasar con agua.

Alternativamente: disolver 0,4390 g de KH_2PO_4 en agua en un matraz volumétrico de 1 L y enrasar con agua.

Serie de estándares.

Pipetear 0-1-2-3-4-5 ml de la solución estándar de P de 100 mg/l en matraces volumétricos de 250 ml y enrasar con solución de bicarbonato de sodio. Esta serie contiene 0,0-0,4-0,8-1,2-1,6-2,0 mg/l de P.

Procedimiento

1. Pesar 2,5 g de suelo (exactitud 0,01 g) en frascos agitables de plástico de 100 ml. Incluir dos blancos y una muestra de referencia.
2. Agregar 50 ml de solución de bicarbonato de sodio.
3. Agitar por 30 minutos en un agitador recíproco con 125 golpes/minuto.
4. Filtrar a través de un filtro fino. Nota: Los extractos ligeramente coloreados (como té simple) pueden determinarse sin problemas. Sin embargo, los extractos de color oscuro deben ser decolorados agitando 20 ml con 0,2 g de carbón activado por 30 minutos y filtrando luego a través de un filtro fino. Precaución: Debido a que este tratamiento puede introducir incertidumbre en los resultados (posible adsorción o desorción de fosfato por el carbón activado), la serie de estándares debe ser tratada en forma similar.
5. Pipetear 3 ml de la serie de estándares, de los blancos y de los extractos de las muestras en tubos de ensayo.
6. Lentamente agregar 3 ml de reactivo mezclado agitando (se desprende CO_2). Nota: El reactivo mezclado contiene H_2SO_4 en exceso para neutralizar el NaHCO_3 .
7. Dejar reposar por lo menos 1 hora para que el color azul se desarrolle al máximo.
8. Medir la absorbancia a 880 u 820 nm.

Cálculos

Dibujar una curva de calibración de absorbancia contra la concentración de P.

$$P \text{ (mg/kg)} = (a - b) \times 20 \times fh$$

donde:

a = mg/L de P en el extracto de la muestra

b = mg/L de P en el blanco

20 = relación líquido : suelo

fh = factor de corrección por humedad.

Referencias

van Reeuwijk (1986).

14.2. EXTRACCION CON NH_4F -HCl (BRAY Y KURTZ 1)

Principio

Las formas de P fácilmente solubles en ácido se extraen con una combinación de HCl y NH_4F . El fosfato en el extracto se determina colorimétricamente por el método del azul de molibdato de amonio con ácido ascórbico como reductor.

Reactivos

Solución de fluoruro de amonio 1 M.

Disolver 3,7 g de NH_4F en agua y diluir a 100 ml (almacenar en frasco plástico).

Acido clorhídrico 0,5 M.

Diluir 8,3 ml de HCl 6 M (o 4,3 ml de HCl concentrado) a 100 ml con agua.

Solución extractante Bray I.

Agregar 15 ml de NH_4F 1 M y 25 ml de HCl 0,5 M a 460 ml de agua. (Esta solución puede almacenarse en vidrio por sobre 1 año.)

Acido sulfúrico 2,5 M.

Lentamente agregar 35 ml de H_2SO_4 concentrado a 150 ml de agua agitando constantemente. Una vez frío diluir a 250 ml con agua.

Solución de molibdato de amonio.

Disolver 4 g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 100 ml de agua.

Solución de tartrato de potasio y antimonio.

Disolver 0,275 g de $\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ en 100 ml de agua.

Solución de ácido ascórbico.

Disolver 1,75 g de ácido ascórbico en 100 ml de agua.

Reactivo mezclado.

Agregar sucesivamente con una probeta a un frasco de 500 ml homogenizando después de cada adición:

- 50 ml de H_2SO_4 2,5 M
- 15 ml de solución de molibdato de amonio
- 30 ml de solución de ácido ascórbico
- 5 ml de solución de tartrato de K y Sb
- 200 ml de agua

Preparar antes del uso.

Solución estándar de fósforo de 100 mg/L.

Diluir una ampolla estándar concentrada según las instrucciones de manera de obtener una solución de P de 1000 mg/L. Pipetear 10 ml de esta solución en un matraz volumétrico de 1 L y enrasar con agua.

Alternativamente: Disolver 0,4390 g de KH_2PO_4 en agua en un matraz volumétrico de 1 L y enrasar con agua.

Serie de estándares.

Pipetear 0-1-2-3-4-5 ml de la solución estándar de P de 100 mg/L en matraces volumétricos de 250 ml y enrasar con solución Bray I. Esta serie de estándares contiene 0,0-0,4-0,8-1,2-1,6-2,0 mg/L de P.

Procedimiento

1. Pesar 2 g de suelo (exactitud 0,01 g) en un tubo de ensayo o frasco agitable de 50 ml. Incluir dos blancos y una muestra de referencia.
2. Agregar 14,0 ml de solución extractante Bray I.
3. Agitar manualmente exactamente durante 1 minuto e inmediatamente filtrar a través de un filtro fino (Whatman N° 42). Si el filtrado sale turbio filtrar nuevamente en el mismo filtro.
4. Pipetear 3 ml de la serie de estándares, de los blancos y de las muestras en tubos de ensayo y 3 ml del reactivo mezclado. Homogenizar.
5. Dejar reposar por al menos 1 hora para el desarrollo máximo del color azul.
6. Medir la absorbancia a 880 u 820 nm.

Cálculos

Construir una curva de calibración con los valores de absorbancia y de concentración de fósforo de la serie de estándares e interpolar la absorbancia de la muestra.

$$P \text{ (mg/kg)} = (a - b) \times 7 \times fh$$

donde:

- a = mg/L de P en el extracto de la muestra
- b = mg/L de P en el blanco
- 7 = relación líquido : suelo
- fh = factor de corrección por humedad.

Advertencia

El fosfato con la solución ácida de molibdato forma ácido fosfomolibdénico, el cual se reduce a azul de fosfomolibdénico con ácido ascórbico. El antimonio acelera el desarrollo del color azul y lo estabiliza hasta por 24 horas. Con este método no es probable la interferencia del Si; sin embargo, si ésta ocurre (estándar cero azulado) repetir el procedimiento con agua destilada. (Evidentemente que el agua destilada puede usarse desde el principio).

La necesidad de la adición de ácido bórico para eliminar la interferencia del fluoruro en el desarrollo del color no se ha establecido plenamente para la mayoría de los suelos.

Referencias

- van Reeuwijk (1986).
- Olsen y Sommers en: Page (1982).

14.3. RETENCION DE FOSFATO

Principio

Se sigue el procedimiento descrito por Blakemore *et al.* La muestra se equilibra con una solución de fosfato y se determina la proporción de fosfato que desaparece de la solución. Al relativamente bajo pH de la solución (4,6) la retención de fosfato es cercana al máximo.

Reactivos

Advertencia: Usar agua destilada durante todo el procedimiento.

Solución para retención de P de 1000 mg/L.

Disolver 8,80 g de KH_2PO_4 y 32,8 g de acetato de sodio anhidro en alrededor de 1 L de agua, agregar 23 ml de ácido acético glacial y transferir a un matraz volumétrico de 2 L. Enrasar con agua.

Acido nítrico vanadomolibdato.

- Disolver 0,8 g de vanadato de amonio en 500 ml de agua hirviendo, enfriar y agregar 6 ml de HNO_3 concentrado. Diluir a 1 L con agua.
- Disolver 16 g de molibdato de amonio en agua a 50°C, enfriar y diluir a 1 L con agua.
- Diluir 100 ml de HNO_3 concentrado a 1 L con agua.
- Transferir el HNO_3 a un frasco de 5 L, agregar la solución de vanadato y luego la de molibdato. Mezclar bien.

Serie de estándares.

De la solución para retención de P de 1000 mg/L pipetear 0-10-20-30-40-50 ml en matraces volumétricos de 50 ml y enrasar con agua. Esta serie de estándares corresponde a 100%-80%-60%-40%-20%-0% de retención de P.

Procedimiento

1. Pesar 5 g de suelo (exactitud 0,1 g) en un tubo de centrifuga con tapa o en un frasco agitable de 50 ml.
2. Agregar 25 ml de la solución para retención de P.
3. Agitar por 24 horas a alrededor de 24° C.
4. Centrifugar a 2000 rpm por aprox. 15 minutos.
5. Dispensar 19,0 ml de ácido nítrico vanadomolibdato en tubos de ensayo de 30 ml y agregar 1 ml de sobrenadante claro y de la serie de estándares. Homogenizar.
6. Dejar reposar al menos 30 minutos.
7. Leer la absorbancia a 466 nm.

Cálculos

Construir una curva de calibración de % de retención de P contra absorbancia. La retención de P de las muestras se lee en esta curva y se informa en %.

Referencias

van Reeuwijk (1986).

14.4. FOSFORO TOTAL

Principio

El suelo se funde con Na_2CO_3 , el fundido se disuelve en H_2SO_4 y en la solución resultante se mide el fósforo por colorimetría.

Equipos

Crisoles de platino. (Advertencia: ver Apéndice 1.)
Espectrofotómetro.

Reactivos

Carbonato de sodio anhidro, Na_2CO_3 .

Acido sulfúrico, H_2SO_4 , 4,5 M.

Lentamente agregar 252 ml de H_2SO_4 concentrado a 700 ml de agua bajo agitación constante. Enfriar y diluir a 1 L.

Acido sulfúrico, H_2SO_4 , 1 M.

Lentamente agregar 56 ml de H_2SO_4 concentrado a 900 ml de agua bajo agitación constante. Enfriar y diluir a 1 L.

Solución de molibdato de amonio.

Disolver 9,6 g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en agua con calentamiento. Enfriar y diluir a 1 L.

Acido sulfúrico, H_2SO_4 , 2 M.

Lentamente agregar 112 ml de H_2SO_4 concentrado a 800 ml de agua bajo agitación constante. Enfriar y diluir a 1 L.

Acido ascórbico 10%.

Disolver 10 g de ácido ascórbico en agua y diluir a 100 ml. Guardar refrigerado. Preparar una nueva solución cuando se colorea.

Solución de tartrato de antimonio y potasio.

Disolver 0,667 g de $\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ en 250 ml de agua.

Reactivo mezclado.

Antes del uso mezclar volúmenes iguales de ácido ascórbico 10 % y solución de tartrato de K y Sb.

Indicador p-nitrofenol 0,25%.

Disolver 0,25 g de p-nitrofenol en 100 ml de agua.

Carbonato de sodio 1 M.

Disolver 10,6 g de Na_2CO_3 en agua y diluir a 100 ml.

Solución estándar de P de 1000 mg/L.

Disolver 4,393 g de KH_2PO_4 seco a 105°C en agua y diluir a 1 L.

Solución estándar de P de 5 mg/L.

Diluir 5 ml de la solución estándar de P de 1000 mg/L con agua a 1 L.

Procedimiento

1. Mezclar 1 g de suelo (exactitud 0,001 g) tamizado por 150 μm con 4-5 g de Na_2CO_3 en un crisol de Pt. Cubrir con 1 g de Na_2CO_3 . (En suelos

- altos en Fe usar 0,5 g de suelo). En otro crisol pesar 1 g de suelo y determinar humedad (según 3.1.).
2. Calentar suavemente con un mechero para eliminar la humedad. Tapar el crisol dejando 1/5 de la boca destapada. Calentar por 10 minutos con llama suave. Aumentar el calor de la llama hasta que el fondo del crisol tome un color rojo cereza y calentar por 15 a 20 minutos destapando el crisol periódicamente para proporcionar un ambiente oxidante. No permitir que la porción reductora de la llama tome contacto con el crisol.
 3. Retirar el mechero y rotar el crisol para que el fundido solidifique en una capa delgada en las paredes. Enfriar.
 4. Colocar el crisol con la tapa en un vaso de 250 ml. Tapar con un vidrio de reloj y agregar cuidadosamente 30 ml de H_2SO_4 4,5 M al interior del crisol para remover el queque. Agregar 25 ml de H_2SO_4 1M y calentar a ebullición.
 5. Transferir la solución con el material suspendido a un matraz volumétrico de 250 ml, lavar y enrasar con agua.
 6. Dejar sedimentar y pipetear una alícuota del sobrenadante claro que contenga < 125 ug de P en un matraz volumétrico de 50 ml. Pipetear 0-5-10-15-20-25 ml de la solución estándar de P de 5 mg/L en matraces volumétricos de 50 ml. Esta serie de estándares contiene 0-26-50-75-100-125 ug de P.
 7. Diluir con agua a aproximadamente 25 ml, agregar 2 gotas de indicador p-nitrofenol y Na_2CO_3 1 M hasta decoloración (pH 5).
 8. Agregar 5 ml de H_2SO_4 2 M, 5 ml de molibdato de amonio y 4 ml de reactivo mezclado. Enrasar con agua.
 9. Dejar reposar 10 minutos y leer la absorbancia a 890 nm. El color es estable por 24 horas.

Cálculos

Dibujar una curva de calibración con los valores de absorbancia y los ug de P de la serie de estándares e interpolar la absorbancia de la muestra.

$$P \text{ (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times 250}{A \times s} \times fh$$

donde:

- a = ug de P en la muestra
- b = ug de P en el blanco
- A = alícuota en ml
- s = peso en g del suelo seco al aire
- fh = factor de corrección por humedad.

Referencias

Olsen y Sommers en: Page (1982).

15. MICRONUTRIENTES

15.1. EXTRACCION CON DTPA

Principio

El suelo se extrae con una solución de DTPA-CaCl₂-TEA tamponada a pH 7,30. En el extracto pueden medirse las concentraciones de Fe, Mn, Zn, Cu, Ni y Cd por EAA.

Reactivos

Solución de DTPA (DTPA 0,005 M, CaCl₂ 0,01 M y TEA 0,1 M a pH 7,30). Disolver 149,2 g de trietanolamina (TEA, (HOCH₂CH₂)₃N), 19,67 g de ácido dietilentriaminopentaacético (DTPA) y 14,7 g de CaCl₂·2H₂O en aprox. 200 ml de agua. Dejar el tiempo suficiente para que se disuelva el DTPA y diluir a alrededor de 9 L. Ajustar a pH 7,3 ± 0,05 con HCl 1 M y diluir a 10 L. Esta solución es estable por varios meses.

Procedimiento

1. Pesar 10 g de suelo en una frasco agitable. Incluir 2 blancos.
2. Agregar 20 ml de solución de DTPA, tapar el frasco y agitar durante 2 horas. Es importante que el tiempo de agitación sea exactamente de 2 horas porque la reacción continúa.
3. Filtrar a través de un disco filtro Whatman N° 42.
4. En el filtrado se pueden medir las concentraciones de Fe, Mn, Zn, Cu, Ni y Cd por EAA con los estándares apropiados.

Preparación de los estándares

Soluciones estándares de 1000 mg/L.

Diluir ampollas analíticas concentradas según las instrucciones. Alternativamente: ver Apéndice 5.

Soluciones estándares de trabajo.

Diluir las soluciones estándares de 1000 mg/L hasta obtener los rangos óptimos de medición por EAA. Los estándares deben prepararse con las mismas cantidades de reactivos que las muestras.

Referencia

Baker y Amacher en Page (1982).

16. BORO

16.1. EXTRACCION CON AGUA CALIENTE

16.1.1. COLORIMETRIA CON AZOMETINA-H

Principio

El suelo se extrae con agua caliente y el boro en el extracto se mide colorimétricamente con azometina-H.

Equipos

Condensador a reflujo.
Material de vidrio bajo en B.
Espectrofotómetro.

Reactivos

Azometina-H 0,9%.

Disolver 0,9 g de azometina-H y 2 g de ácido ascórbico en 100 ml de agua. Guardar en refrigerador en frasco de plástico y reemplazar cada 15 días.

Solución tampón.

Disolver 250 g de acetato de amonio ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) y 15 g de EDTA-disódico (sal disódica del ácido etilendinitrilotetraacético) en 400 ml de agua. Lentamente agregar 125 ml de ácido acético glacial y mezclar.

Solución estándar de B de 100 mg/L.

Disolver 0,5716 g de H_3BO_3 en agua y diluir a 1 L.

Serie de estándares de B.

Pipetear 0-1-2-3-4-5 ml de la solución estándar de B de 100 mg/L en matraces volumétricos de 200 ml y enrasar con agua. Esta serie de estándares contiene 0,0-0,5-1,0-1,5-2,0-2,5 mg/L de B.

Procedimiento

1. Pesar 10 g de suelo (exactitud 0,01 g) en un matraz de fondo plano. Incluir 2 blancos.
2. Agregar 20 ml de agua y conectar el matraz al condensador a reflujo.
3. Calentar hasta iniciación de la ebullición y hervir por exactamente 5 minutos. Enfriar y filtrar.
4. Pipetar una alícuota de 4 ml de extracto y de la serie de estándares en cubetas para espectrofotómetro.
5. Agregar 4 ml de solución tampón y 2 ml de azometina-H 0,9%. Mezclar y dejar reposar por 30-60 minutos.
6. Leer la absorbancia a 420 nm.

Nota: Se puede obviar la necesidad de condensador a reflujo pesando el matraz con su contenido antes y después de la ebullición y reponiendo el agua evaporada.

Cálculos

Construir una curva de calibración con los valores de concentración de B y absorbancia.

$$B \text{ (mg/kg)} = (a - b) \times 2$$

donde:

a = mg/L de B en el extracto

b = mg/L de B en el blanco.

Referencias

Bingham en: Page (1982).

Salinas y García (1984).

16.2. EXTRACTO DE SATURACION

16.2.1. COLORIMETRIA CON AZOMETINA-H

Proceder como en 16.1. pero en el Procedimiento omitir los puntos 1, 2 y 3.

Cálculos

$$B \text{ (mg/kg)} = \frac{a \times PS}{100}$$

donde:

a = mg/L de B en el extracto de saturación

PS = porcentaje de saturación de agua (3.2.)

17. ANALISIS QUIMICO ELEMENTAL

17.1. FUSION ALCALINA

Principio

El suelo se funde con Na_2CO_3 , el fundido se disuelve en HCl y en la solución resultante se puede medir Al, Fe, Ti, Ca, Mg, Mn, Ni, Cu, Zn, Co y Mo.

Equipos

Crisoles de platino de 20-30 ml. (Advertencia: ver Apéndice 1.)

Reactivos

Carbonato de sodio anhidro, Na_2CO_3 .

Acido clorhídrico, HCl, 6 M.

Mezclar partes iguales de HCl concentrado y agua.

Acido clorhídrico, HCl, concentrado.

Procedimiento

1. Pesar 1 g de suelo (exactitud 0,001 g) tamizado por 60 μm en un crisol de Pt.
2. Colocar el crisol ligeramente inclinado sobre un triángulo recubierto de sílice sujeto por una argolla. Colocar la tapa de modo que 1/5 de la boca del crisol quede abierta.
3. Calentar suavemente con un mechero. Si el suelo es alto en Fe mantener la temperatura bajo 400°C por 30 minutos.
4. Dejar enfriar y agregar 4-5 g de Na_2CO_3 . Mezclar bien con una espátula o una varilla de vidrio aguzada. Agregar 1 g de Na_2CO_3 sobre la mezcla y tapar.
5. Colocar el crisol inclinado sobre el triángulo y calentar suavemente por 10 minutos sin que la porción reductora de la llama tome contacto con el crisol y sin que la llama envuelva al crisol.
6. Cuidadosamente correr la tapa y aumentar el calentamiento hasta que el fondo del crisol tome un color rojo cereza (aprox. 900°C). Mantener esta temperatura por 15-20 minutos. Ajustar la tapa de modo de mantener destapada 1/4 de la boca del crisol. Aumentar la temperatura hasta que el fondo del crisol tome un color rojo cereza brillante (aprox. 1000°C) y continuar calentando por 5-10 minutos. Si se observan partículas adheridas en las paredes del crisol, calentar estas zonas hasta que todo el material se funda. Al término de la fusión no debe haber efervescencia y la masa fundida debe estar quieta. Sacar la tapa y calentar el crisol unos minutos más para acabar la fusión.
7. Retirar la llama, tomar el crisol con las pinzas y girarlo de modo que el fundido solidifique en las paredes. Si se forman burbujas significa una

descomposición incompleta y debe refundirse calentando el crisol hasta color rojo cereza brillante por 15 minutos más.

8. Una vez frío, colocar el crisol y la tapa en un vaso de 250 ml. Agregar suficiente agua para cubrir el crisol y calentar suavemente en una plancha calefactora hasta desprender el queque. (Precaución: si el fundido toma un color verde azulado indica la presencia de manganato, el cual con HCl desprende Cl_2 que ataca al Pt, por lo tanto debe reducirse agregando 1 ml de etanol 95% antes de la adición de HCl). Cubrir el vaso con un vidrio reloj y agregar lentamente 20 ml de HCl concentrado. Usar una bagueta para ayudar a desintegrar el queque cuidando de no dañar el crisol. Calentar suavemente. Retirar el crisol y la tapa, lavando el material adherido. Si la fusión ha sido correcta el líquido debe ser claro con excepción de partículas gelatinosas de sílice.
9. Filtrar a través de un filtro fino y recibir en un matraz volumétrico de 250 ml. Enrasar con agua. En esta solución se puede medir Al, Fe, Ti, Ca, Mg, Mn, Ni, Cu, Zn, Co y Mo por EAA.

Referencias

Page (1982).

17.2. DISOLUCION CON $\text{HF-H}_2\text{SO}_4\text{-HClO}_4$

Principio

El suelo se descompone con una mezcla de $\text{HF-H}_2\text{SO}_4\text{-HClO}_4$. El Si se volatiliza como SiF_4 y los cationes forman sulfatos. Este método se usa para determinar Na, K, Ca, Mg, Fe, Ti y Al por EAA.

Equipos

Crisoles de Pt de 30 ml con tapa (Advertencia: ver Apéndice 1), o vasos de teflón de 50 ml con tapa.

Reactivos

Acido fluorhídrico, HF, 48%.

Acido sulfúrico, H_2SO_4 , 95-97%.

Acido perclórico, HClO_4 , 70-72%. (Advertencia: ver Apéndice 2)

Acido clorhídrico, HCl, 6 M.

Mezclar volúmenes iguales de HCl concentrado y agua.

Acido nítrico, HNO_3 , 70%.

Procedimiento

1. Colocar 0,5 g de muestra (exactitud 0,001 g) tamizada por 150 μm en un crisol de Pt (o vaso de teflón). Incluir 2 blancos.

- 2a. Si el suelo es orgánico, agregar 3 ml de HNO_3 , 1 ml de HClO_4 y calentar en una plancha calefactora hasta vapores de HClO_4 . Enfriar y agregar 5 ml de HF.
- 2b. Si el suelo no es orgánico, humedecerlo con unas gotas de H_2SO_4 y agregar 5 ml de HF y 0,5 ml de HClO_4 .
3. Colocar el crisol en un baño de arena y cubrirlo 9/10 con la tapa. Calentar a 200-225°C hasta evaporación a sequedad. Enfriar.
4. Agregar 2 ml de agua y unas gotas de HClO_4 y evaporar a sequedad. Si permanecen partículas de materia orgánica, calentar con mechero hasta que se oxiden. Enfriar.
5. Agregar 5 ml de HCl 6M y 5 ml de agua. Calentar a ebullición suave. Si la muestra no se disuelve totalmente, evaporar a sequedad y repetir el procedimiento desde el punto 2b.
6. Transferir filtrando la solución a un matraz volumétrico de 100 ml, lavar y enrasar con agua. En esta solución puede medirse Na, K, Ca, Mg y otros elementos minerales por EEL y EAA.

Referencias

Huat Lim y Jackson en: Page (1982).

18. TAMAÑO DE PARTICULAS

18.1. VELOCIDAD DE SEDIMENTACION (METODO DE LA PIPETA)

Principio

El análisis del tamaño de partículas consiste en la separación de la parte mineral del suelo en fracciones de varios tamaños y en la determinación de la proporción de estas fracciones. El análisis incluye todo el material del suelo, es decir, incluye la grava y el material grueso, pero el procedimiento descrito a continuación se aplica solamente a la fracción < 2 mm.

El método se basa en la relación que existe entre la velocidad de sedimentación y el diámetro de las partículas. Pero es necesario que las partículas estén dispersas y para lograr esto deben eliminarse los agentes cementantes del suelo (materia orgánica, carbonato de calcio y sesquióxidos). Puede pensarse, sin embargo, que desde el punto de vista agrícola no es relevante o más aún erróneo eliminar estos componentes. Así dependiendo del propósito del estudio, todos los tratamientos son considerados opcionales. En los análisis con propósitos de caracterización del suelo, la eliminación de la materia orgánica y de los carbonatos normalmente se realiza.

Equipos

Agitador recíproco.

Agitador de tamices con un juego de tamices de 1000-500-250-100-50 μm y de 20 cm de diámetro, tapa y fondo.

Tamiz de 50 μm y de 8 cm de diámetro.

Probetas de sedimentación marcadas a 1 L.

Reactivos

Agua oxigenada, H_2O_2 , 30%.

Tampón de acetato aprox. 1 M.

Disolver 680 g de $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ en aprox. 4 L de agua. Ajustar a pH 5,0 con aprox. 250 ml de ácido acético, CH_3COOH , glacial. Diluir a 5 L con agua.

Agente dispersante: pirofosfato de sodio 5%.

Disolver 50,0 g de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7\cdot 10\text{H}_2\text{O}$ en agua y diluir a 1 L. Alternativamente: hexametáfosfato de sodio 4% con Na_2CO_3 1%.

Disolver 40,0 g de $(\text{NaPO}_3)_6$ y 10 g de Na_2CO_3 en agua y diluir a 1 L. Ambos reactivos deben secarse previamente a 105°C durante la noche.

Cloruro de sodio, solución saturada.

Disolver 350 g de NaCl en 1 L de agua caliente. Enfriar.

Tampón de citrato de sodio 0,3 M y bicarbonato de sodio 0,1 M.

Disolver 88 g de citrato- $\text{Na}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y 8,4 g de NaHCO_3 en agua. Diluir a 1 L.

Ditionito de sodio.

Cloruro de sodio, NaCl, 1 M.

Disolver 58,5 g de NaCl en agua y diluir a 1 L.

Procedimiento

Determinar la presencia de carbonatos en el suelo por el método 7.1. Si el suelo contiene carbonatos continuar con I. Eliminación del carbonato, de lo contrario continuar con II. Oxidación de la materia orgánica.

I. Eliminación del carbonato

1. Pesar 20 g de suelo seco al aire en un vaso. (Si el contenido de carbonato es $> 10\%$ pesar proporcionalmente más suelo).
2. Agregar alrededor de 100 ml de tampón de acetato, cubrir con un vidrio reloj y calentar en un baño de agua. Una vez que la efervescencia ha cesado, agregar porciones de 25 ml de tampón de acetato hasta que no se produzca efervescencia con una nueva adición de tampón. En suelos con contenidos muy altos de carbonato puede reemplazarse el tampón por incrementos de 5 ml de ácido acético glacial. En este caso debe monitorearse el pH con papel indicador.
3. Centrifugar y decantar o, alternativamente, dejar reposar durante la noche y sifonear la solución sobrenadante.
4. Dependiendo del procedimiento elegido en el punto anterior, agregar 250 ó 500 ml de agua respectivamente y repetir el punto 3. Si ocurre peptización agregar algunos ml de solución saturada de NaCl.
Nota: el objetivo de este lavado es eliminar el acetato de calcio de la suspensión porque puede transformarse en oxalato de calcio insoluble durante la oxidación siguiente.
5. Proseguir con el punto 2 de la Sección II.

II. Oxidación de la materia orgánica

1. Pesar 20 g de suelo en un vaso.
2. Agregar 15 ml de agua y 15 ml de H_2O_2 30% (si se ha pretratado la muestra con tampón no es necesario agregar agua). Cubrir con un vidrio de reloj. Si la producción de espuma es muy violenta, colocar el vaso en un recipiente con agua fría. También puede disminuirse la espuma agregando antiespumante o algunas gotas de etanol.
3. Dejar reposar durante la noche.
4. Colocar el vaso en un baño de agua a aprox. $80^\circ C$ y agregar regularmente porciones de 5-10 ml de H_2O_2 30% hasta que se complete la descomposición de la materia orgánica (generalmente se reconoce por un sobrenadante claro).
5. Agregar agua hasta aprox. 300 ml.
6. Colocar en una plancha calefactora y hervir cuidadosamente por 1 hora para eliminar el H_2O_2 remanente. Enfriar.

7. Centrifugar y decantar o, alternativamente, dejar sedimentar y sifonear.
8. Agregar 300 ml de agua. Repetir los puntos 7 y 8 hasta que ocurra la peptización. Si esto requiere más de 4 lavados, agregar algunos ml de solución saturada de NaCl. Nota: En los suelos yesíferos a veces se necesitan varios lavados para disolver todo el yeso.

III. Desferrización (opcional)

Este tratamiento normalmente se aplica después de los pretratamientos I y II y antes de la dispersión.

1. A 20 g de suelo agregar 200 ml de tampón citrato/bicarbonato.
2. Calentar en un baño de agua a aprox. 75°C. Precaución: no exceder de 80°C porque precipita azufre elemental.
3. Agregar aprox. 1 g de ditionito de sodio y agitar constantemente por alrededor de 1 minuto y luego ocasionalmente por 5 minutos.
4. Repetir el punto 3 dos veces más.
5. Centrifugar y decantar o, alternativamente, dejar sedimentar y sifonear.
6. En las muestras que contienen más de 5 % de Fe₂O₃ extraíble, repetir el procedimiento una o dos veces: un color marrón o rojizo de la muestra puede indicar una desferrización aún incompleta.
7. Lavar con 250 o 500 ml de NaCl 1 M.
8. Proseguir según II.8.

IV. Dispersión

1. Transferir la suspensión cuantitativamente a un frasco de plástico de 1 L (si no se pretrata la muestra pesar 20 g de suelo en el frasco).
2. Agregar 20,00 ml de agente dispersante, diluir a aprox. 400 ml con agua y tapar el frasco.
3. Agitar durante la noche (16 horas) en un agitador recíproco a 125 golpes/minuto.

V. Separación de las fracciones

1. Pasar la suspensión a través de un tamiz de 50 µm colocado en un embudo sobre una probeta de sedimentación. Usar una bagueta de goma ancha (3 cm).
2. Diluir a 1 L con agua. Nota: Incluir un blanco (una probeta con agua) para la determinación de la temperatura.
3. Transferir la fracción de arena retenida en el tamiz cuantitativamente, con ayuda de agua, a una cápsula de porcelana. Evaporar en un baño de agua y secar a 105°C por alrededor de 1 hora.
4. Si solamente se desea conocer el contenido total de arena pesar con exactitud 0,01 g (peso neto T g) y proseguir con VII. En cambio, si se desea determinar las fracciones de arena proseguir con VI.

VI. Determinación de las fracciones de arena

1. Transferir la arena seca de V.3. al primero de una serie de tamices de 1000-500-250-100-50 μm y fondo.
2. Tamizar por 10 minutos en el agitador de tamices, con una frecuencia de 3000 x minuto y una amplitud de aprox. 2 mm por períodos de 4 segundos interrumpidos por 1/2 segundo.
3. Vaciar cada tamiz en una cápsula tarada, golpéandolo invertido sobre un embudo de metal colocado sobre la cápsula. Pesarse las fracciones individuales de arena con exactitud 0,01 g (pesos netos A, B, C, D y E respectivamente).
4. Si se colecta material en el fondo ($< 50 \mu\text{m}$), transferirlo a la suspensión de la probeta de sedimentación de V.2.

VII. Determinación de limo y arcilla

Fracción $< 50 \mu\text{m}$

1. Después de agregar el material $< 50 \mu\text{m}$ posiblemente colectado en VI.4., tapar la probeta de sedimentación con un tapón de goma y agitar bien.
2. Colocar la probeta en el mesón, sacar el tapón e inmediatamente pipetear 20 ml del centro de la probeta.
3. Transferir la alícuota a un recipiente para humedad tarado, evaporar en un baño de agua y secar durante la noche a 105°C .
4. Sacar de la estufa, tapar y enfriar en desecador. Pesarse con exactitud 0,001 g (peso neto F para la fracción $< 50 \mu\text{m}$).

Fracción $< 20 \mu\text{m}$

5. Tapar la probeta y agitar bien.
6. Colocar la probeta en el mesón bajo el soporte de la pipeta.
7. Después de exactamente 5 minutos pipetear 20 ml a la profundidad indicada en la Tabla 18.1.
8. Transferir la alícuota a un recipiente para humedad tarado, evaporar en un baño de agua y secar durante la noche a 105°C .
9. Sacar de la estufa, tapar y enfriar en desecador. Pesarse con exactitud 0,001 g (peso neto G para la fracción $< 20 \mu\text{m}$).

Fracción $< 2 \mu\text{m}$

10. Después de 5 1/2 horas pipetear 20 ml a la profundidad indicada en la Tabla 18.1.
11. Transferir la alícuota a un recipiente para humedad tarado, evaporar en un baño de agua y secar durante la noche a 105°C .
12. Sacar de la estufa, tapar y enfriar en un desecador. Pesarse con exactitud 0,001 g (peso neto H para la fracción $< 2 \mu\text{m}$).

Nota: Si se desea determinar solamente la fracción arcilla proceder según los puntos 1, 6, 10, 11 y 12.

TABLA 18.1. Profundidad en cm a la cual se pipetea las fracciones < 20 μm y < 2 μm en función de la temperatura y después del tiempo de sedimentación indicado.

Temp. °C	5 min. < 20 μm	5 1/2 hrs. < 2 μm	Temp °C	5 min. < 20 μm	5 1/2 hrs. < 2 μm
15	9,6	6,2	26	12,4	8,2
16	9,8	6,4	27	12,7	8,4
17	10,1	6,6	28	13,0	8,6
18	10,3	6,7	29	13,3	8,8
19	10,5	6,9	30	13,6	9,0
20	10,8	7,1	31	13,9	9,1
21	11,0	7,2	32	14,2	9,3
22	11,3	7,4	33	14,4	9,5
23	11,6	7,6	34	14,8	9,7
24	11,9	7,8	35	15,1	9,9
25	12,1	8,0	36	15,4	10,1

Cálculos

$$\text{Arcilla (< 2 } \mu\text{m)} = (H \times 50) - 1,000^* \quad (\text{peso K})$$

$$\text{Limo (2-20 } \mu\text{m)} = (G \times 50) - 1,000 - K \quad (\text{peso L})$$

$$\text{Limo (20-50 } \mu\text{m)} = (F \times 50) - 1,000 - K - L \quad (\text{peso M})$$

$$\text{Arena (50-2000 } \mu\text{m)} = T = A + B + C + D + E \quad (\text{peso N})$$

*Corrección por el agente dispersante.

$$\text{Peso de la muestra} = K + L + M + N \quad (\text{todos los pesos en g})$$

La proporción (en %) de las fracciones es:

$$\% \text{ arcilla (< 2 } \mu\text{m)} = \frac{K}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

$$\% \text{ limo (2-20 } \mu\text{m)} = \frac{L}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

$$\% \text{ limo (20-50 } \mu\text{m)} = \frac{M}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

$$\% \text{ arena (1000-2000 } \mu\text{m)} = \frac{A}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

$$\% \text{ arena (500-1000 } \mu\text{m)} = \frac{B}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

$$\% \text{ arena (250-500 } \mu\text{m)} = \frac{C}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

$$\% \text{ arena (100-250 } \mu\text{m)} = \frac{D}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

$$\% \text{ arena (50-100 } \mu\text{m)} = \frac{E}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

Nota: Con estos cálculos se obtienen los porcentajes de arcilla y las fracciones de limo y arcilla en el suelo < 2 mm (sin carbonato y sin materia orgánica, los cuales fueron eliminados). La fracción > 2 mm, si está presente, se informa como porcentaje del suelo total (ver 1.1.1.). Si se necesita que las fracciones sean informadas en base al suelo total, se pueden convertir los valores como sigue:

$$\% \text{ arcilla, limo y arena del suelo total} = \frac{100 - \% (\text{fracción} > 2 \text{ mm} + \text{carbonato} + \text{materia orgánica})}{100} \times \% \text{ arcilla, limo y arena en el suelo} < 2 \text{ mm}$$

Si se ha desferrizado la muestra debe incluirse el porcentaje de “óxido de hierro” (ver 12.1. ó 12.2.) entre los paréntesis.

VIII. Determinación de la arcilla fina (< 0,2 μm)

Principio

Debido a la lenta velocidad de sedimentación de estas partículas pequeñas, la sedimentación en probeta no es adecuada para la determinación de esta fracción. Para aumentar la fuerza de gravedad se usa centrifugación.

Procedimiento

1. Después de pipetear la fracción < 2 μm (VII.10.), tapar la probeta y agitar bien.
2. Dejar reposar por alrededor de 1 hora y transferir aprox. 200 ml de la suspensión a un frasco centrifugable. La distancia entre la superficie de la suspensión y el centro de la centrífuga debe ser 16 cm durante la centrifugación.

3. Centrifugar a 1800 rpm o 2500 rpm durante el tiempo indicado en la Tabla 18.2. (excluyendo el tiempo de partida y de detención).
4. Parar la centrífuga sin usar freno.
5. Suavemente sacar los frascos de la centrífuga y colocarlos bajo la pipeta.
6. Pipetear una alícuota de 20 ml a 4,5 cm de profundidad.
7. Transferir la alícuota a un recipiente para humedad tarado, evaporar en un baño de agua y secar durante la noche a 105°C.
8. Sacar de la estufa, tapar y enfriar en desecador. Pesar con exactitud 0,001 g (peso neto P).

Cálculos

$$\% \text{ arcilla fina } (< 0,2 \mu\text{m}) = \frac{(P \times 50) - 0,75}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

donde:

“peso de la muestra” es el mismo de VII.

TABLA 18.2. Velocidad y tiempo de centrifugación en función de la temperatura para la determinación de la fracción de arcilla fina < 0,2 μm .

Temp. °C	1800 rpm min.	2500 rpm min.
20	32,0	16,5
21	31,0	16,1
22	30,0	15,7
23	29,5	15,3
24	29,0	15,0
25	28,0	14,6
26	27,5	14,2
27	27,0	14,0
28	26,5	13,5
29	26,0	13,3
30	25,0	13,0
31	24,5	12,8
32	24,0	12,5
33	23,5	12,3
34	23,0	12,0
35	22,5	11,8
36	22,0	11,5
37	22,0	11,3
38	21,5	11,1
39	21,0	10,9
40	20,5	10,6

IX. Arcilla dispersable con agua

Principio

Esto es el contenido de arcilla encontrado en la muestra sin pretratamientos y sin adición de agente dispersante antes de agitar con agua.

Procedimiento

1. Pesar 10 g de suelo (exactitud 0,01 g) en un frasco de plástico.
2. Agregar aprox. 400 ml de agua y agitar durante la noche en un agitador recíproco a 125 golpes/minuto.
3. Transferir a una probeta de sedimentación y diluir a 1 L con agua.
4. Pipetear una alícuota de 20 ml después de 5 1/2 horas a la profundidad indicada en la Tabla 18.1.
5. Transferir la alícuota a un recipiente para humedad tarado, evaporar en un baño de agua y secar durante la noche a 105°C.
6. Sacar de la estufa, tapar y enfriar en un desecador. Pesar con exactitud 0,001 g (peso neto Q g).

Cálculos

$$\% \text{ arcilla} = \frac{50 \times Q}{s} \times 100 \times fh$$

donde:

s = peso en g de la muestra seca al aire
fh = factor de corrección por humedad.

Referencias

van Reeuwijk (1986).
USDA (1972, 1982).

19. RELACIONES Y ESTIMACIONES

19.1. SATURACION BASICA

19.1.1. BASES Y CIC

Dividir la suma de las bases intercambiables (10.1. ó 10.2.2. ó 10.3.) multiplicadas por 100 por la CIC (9.1. ó 9.2. ó 9.3. ó 9.4.1. ó 9.5.).

$$\text{Saturación básica (\%)} = \frac{(\text{Ca} + \text{Mg} + \text{K} + \text{Na}) \text{ interc.}}{\text{CIC}} \times 100$$

19.2. SATURACION DE SODIO

19.2.1. Na DE INTERCAMBIO Y CIC

Dividir el Na de intercambio (10.1. ó 10.2.2. ó 10.3.) multiplicado por 100 por la CIC (9.1. ó 9.2 ó 9.3. ó 9.4.1. ó 9.5.).

$$\text{Saturación de sodio (PSS) (\%)} = \frac{\text{Na intercambio}}{\text{CIC}} \times 100$$

19.2.2. Na, Ca Y Mg SOLUBLES

$$\text{Saturación de sodio (PSS) (\%)} = \frac{100 (-0,0126 + 0,01475 \text{ RAS})}{1 + (-0,0126 + 0,01475 \text{ RAS})}$$

donde:

RAS = relación de adsorción de sodio (19.3.)

Referencias

Richards (1954).

19.3. RELACION DE ADSORCION DE SODIO (RAS)

19.3.1. EXTRACTO DE SATURACION

$$A) \text{ RAS} = \frac{\text{Na}}{[(\text{Ca} + \text{Mg})/2]^{1/2}}$$

donde:

Na, Ca, Mg = mmol(+)/L de Na, Ca y Mg en el extracto de saturación (13.1.4.1 y 13.1.3.1).

$$B) \text{ RAS} = \frac{\text{Na} \times 31,6 \times \text{PS}}{(\text{Ca} + \text{Mg})^{1/2}}$$

donde:

Na, Ca, Mg = cmol(+)/kg de suelo de Na, Ca y Mg en el extracto de saturación (13.1.4.1. y 13.1.3.1.)

PS = porcentaje de saturación de agua.

19.3.2. EXTRACTO 1:5

$$A) \text{ RAS} = \frac{\text{Na}}{[(\text{Ca} + \text{Mg})/2]^{1/2}}$$

donde:

Na, Ca, Mg = mmol(+)/L de Na, Ca, Mg en el extracto 1:5 (13.2.4.1. y 13.2.3.1.)

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

donde:

Na, Ca, Mg = cmol(+)/kg de suelo de Na, Ca, Mg en el extracto 1:5 (13.2.4.1. y 13.2.3.1.)

19.4. SALES TOTALES ESTIMADAS

$$\log (\text{sales totales en el suelo}) (\text{mg/kg}) = 0,81 + 1,08 \log \text{CE} + \log \text{PS}$$

$$\text{Sales totales en el suelo (\%)} = \text{sales totales (mg/kg)} / 10.000$$

donde:

CE = conductividad eléctrica en dS/m (13.1.2.)

PS = porcentaje de saturación de agua (3.2.).

Esta ecuación es adecuada para extracto de saturación con conductividades eléctricas menores de 20 dS/m.

Referencias

USDA (1982).

19.5. SATURACION DE ALUMINIO

19.5.1. ALUMINIO Y CIC EFECTIVA

Dividir el Al intercambiable (11.1.) multiplicado por 100 por la capacidad de intercambio de cationes efectiva (CICE) (9.4.2.).

$$\text{Saturación de Al (\%)} = \frac{\text{Al intercambiable}}{\text{CICE}} \times 100$$

19.6. CONTENIDO DE ALOFAN

19.6.1. SILICIO OXALATO

Se estima del Si extraíble con oxalato (12.3.). Incluye imogolita y componentes para-alofánicos.

$$\text{Alofán (\%)} = \frac{\text{Si oxalato (\%)}}{14} \times 100$$

Referencias

Parfitt (1983).

REFERENCIAS

- Cottenie, A. 1984. Los análisis de suelos y de plantas como base para formular recomendaciones sobre fertilizantes. Boletín de Suelos de la FAO N° 38/2, Roma, Italia.
- Dewis, J. and F. Freitas. 1970. Physical and chemical methods of soil and water analysis. FAO Soil Bulletin N° 10, Rome, Italy.
- Houba, V.J.G., J.J. van der Lee, I. Novozamsky and I. Walinga. 1988. Soil and plant analysis. Part 5: Soil analysis procedures. Dept. of Soil and Plant Nutr., Agric. Univ. Wageningen, The Netherlands.
- ISRIC. 1987/1988/1989. The laboratory methods and data exchange programme. LABEX procedures for soil analysis. International Soil Reference and Information Centre, Wageningen, The Netherlands.
- Page, A.L. (ed.) 1982. Methods of soil analysis. Part 2. Chemical and microbiological properties. 2nd ed. Agronomy Series 9, ASA, SSSA, Madison, Wis., USA.
- Parfitt, R.L. 1983. Identification of allophane in Inceptisols and Spodosols. Soil Taxonomy News 5:11-18.
- Richards, L.A. (ed.) 1954. Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. U.S. Salinity Laboratory, U.S. Dept. Agr. Hbk 60.
- Salinas, J.G. y R. García. 1984. Métodos químicos para el análisis de suelos ácidos y plantas forrajeras. Centro Internacional de Agricultura Tropical, Cali, Colombia.
- USDA, Soil Conservation Service. 1972, revised ed. 1982. Soil survey laboratory methods and procedures for collecting soil samples. Soil Survey Investigations Report N° 1.
- Van Reeuwijk, L.P. 1986. Procedures for soil analysis. International Soil Reference and Information Centre (ISRIC). Technical Paper 9. Wageningen, The Netherlands.

APENDICE 1

Propiedades, cuidado y usos del material de platino

Propiedades

- El platino funde a 1770°C.
- El platino resiste la acción de la mayoría de las sales.
- El platino es endurecido con una aleación que contiene iridio y/o rodio. Esta aleación no resiste la acción de los ácidos tan bien como el platino solo. Más aún, algo de iridio se volatiliza durante la calcinación, lo cual produce pérdida de peso.

Requerimientos de calidad

- El platino no debe cambiar de color con el calentamiento.
- El crisol debe quedar libre de hierro después de un tratamiento con ácido.
- Un calentamiento de 4 horas a 1100°C no debe producir una pérdida de peso superior a 0,2 mg/hr.
- El contenido de iridio no debe exceder el 5%.

Limpieza

Para la limpieza deben realizarse los procedimientos siguientes en esa secuencia:

- Eliminar la materia orgánica con ácido crómico.
- Disolver los carbonatos y los óxidos metálicos con HCl o HNO₃ (nunca en mezcla).
- Eliminar los silicatos por fusión sobre la llama en presencia de Na₂CO₃ o Na₂B₄O₇.
- Eliminar los metales y óxidos metálicos por fusión sobre la llama en presencia de NaHSO₄ o KHSO₄.
- Finalmente calcinar cuidadosamente sobre la llama.

Cuidados y usos

- Nunca usar mezclas de HCl y HNO₃.
- Nunca usar soluciones que contengan cloro libre.
- Nunca mantener en contacto prolongado con soluciones ácidas de cloruro férrico.
- Nunca fundir hidróxidos de sodio o potasio.
- Nunca calentar con compuestos que contengan Pb, Sn, Bi, As, Sb o Zn ya que los óxidos metálicos fácilmente reducibles forman aleaciones con el platino.
- Nunca calcinar con sulfuros.
- Nunca calentar con compuestos que contengan fósforo porque la reducción con el carbón caliente de la llama forma un fosfuro de platino.

- Nunca fundir con mezclas que puedan producir halógenos en presencia de compuestos oxidantes como permanganato o cromato.
- Nunca fundir sobre la llama luminosa porque esta puede producir carburo de platino.
- Nunca colocar los crisoles de platino sobre una base metálica cuando se calientan en la mufla. Usar asbesto.
- Nunca usar con carbón, cianuros, sulfocianuros, halogenuros y arsenitos porque forman complejos con el platino.
- Usar solamente pinzas con puntas de platino.
- En la fusiones con Na_2CO_3 , usar siempre la tapa del crisol para evitar la acción del oxígeno atmosférico.
- Usar compuestos de sodio, en lugar de potasio, porque son menos corrosivos. Generalmente, la corrosión aumenta fuertemente con temperaturas sobre 700°C . En el caso de KOH , $\text{Ba}(\text{OH})_2$, peróxidos y cianuros la temperatura debe ser inferior a $500\text{-}600^\circ\text{C}$. Sobre 800°C puede permitirse para carbonatos y sales neutras.
- Enfriar cuidadosamente el material de platino para evitar la formación de minifisuras.

Referencias

Houba et al. (1988).

APENDICE 2

Almacenamiento y tratamiento del ácido perclórico

El ácido perclórico es un reactivo peligroso, sin embargo, puede usarse con seguridad si el usuario conoce sus propiedades y toma las precauciones necesarias.

Propiedades

- Bajo condiciones normales de almacenamiento el ácido perclórico es estable en concentraciones inferiores a 85%. Normalmente se vende en concentraciones de 60-72%.
- La mezcla azeotrópica con agua contiene 72,5% de ácido perclórico y hierve a 203°C. Esto significa que la evaporación de una solución acuosa del ácido nunca puede producir un ácido de concentración peligrosamente alta. La solución nunca debe evaporarse a sequedad en presencia de sales de metales porque puede producir una explosión.
- El vapor de ácido perclórico y los gases inflamables forman mezclas explosivas.
- El ácido perclórico al 60-72 % caliente es un agente fuertemente oxidante, que ataca cualquier forma de materia orgánica.
- El ácido perclórico diluido y frío pierde sus propiedades oxidantes.
- Las soluciones ácido perclórico son incoloras.

Uso y almacenamiento

- Almacenar las soluciones de ácido perclórico en frascos de vidrio tapados colocados sobre cápsulas de porcelana.
- Almacenar los frascos que contienen ácido perclórico separados de los frascos que contienen soluciones reductoras tales como alcohol, glicerol, hipofosfitos.
- Si se derrama ácido perclórico lavar abundantemente con agua.
- Si el ácido perclórico de colorea, diluirlo con agua y descartarlo.
- Si se usa ácido perclórico para digerir materia orgánica debe estar presente un exceso de ácido nítrico que ataque primero a la materia orgánica. El ácido nítrico modera la reacción porque oxida los componentes fácilmente oxidables a baja temperatura. El aceite y los productos que contienen grasas como las oleaginosas pueden causar problemas.
- Las digestiones deben realizarse bajo campanas adecuadas. La construcción de la chimenea debe permitir lavados periódicos con agua. Solamente pueden usarse ventiladores con el motor fuera del camino de los gases. Los vapores no deben tomar contacto con ninguna parte metálica ni con material fácilmente oxidable.
- Para prevenir condensación de ácido se requiere una ventilación eficiente. Una vez terminada la digestión, el ventilador debe permanecer funcionando por 1/2 a 1 hora.

Referencias

Houba et al. (1988).

APENDICE 3

Estandarización de soluciones de HCl y H₂SO₄

Principio

El ácido se estandariza por titulación de carbonato de sodio con indicador rojo de metilo-verde de bromocresol.

Reactivos

Indicador rojo de metilo-verde de bromocresol.

Disolver 0,05 g de rojo de metilo y 0,075 g de verde de bromocresol en 100 ml de etanol 96%.

Carbonato de sodio, Na₂CO₃.

Pulverizar Na₂CO₃ y calentar a 270°C por 2 hrs. en un crisol de Pt.

Procedimiento

1. Pesar exactamente alrededor de 100 mg de Na₂CO₃ y transferir a un matraz erlenmeyer de 250 ml.
2. Disolver en aprox. 50 ml de agua y agregar 2 gotas de indicador.
3. Titular con el ácido hasta que el color cambie de verde a rosado.
4. Hervir hasta la eliminación del CO₂, enfriar y titular hasta color rosado nuevamente.

Cálculos

$$M(\text{HCl}) = \frac{2 p}{105,99 \times a} \quad M(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{2}{105,99 \times a}$$

donde:

M = molaridad

p = peso en mg de Na₂CO₃

a = gasto en ml de ácido.

Referencias

Houba et al. (1988).

APENDICE 4

Estandarización de soluciones de NaOH o KOH

Principio

La base se estandariza por titulación de ácido oxálico con indicador rojo de metilo.

Reactivos

Indicador rojo de metilo 0,1%.

Disolver 0,1 g de rojo de metilo en 100 ml de etanol 96 %.

Acido oxálico, $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Cloruro de calcio

Disolver 20 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 100 ml de agua. Neutralizar con respecto al rojo de metilo.

Procedimiento

1. Pesar exactamente alrededor de 100 mg de ácido oxálico y transferir a un matraz erlenmeyer de 250 ml.
2. Disolver en aprox. 50 ml de agua libre de CO_2 y agregar 2 gotas de indicador.
3. Titular con la base hasta color amarillo.
4. Agregar 10 ml de cloruro de calcio y proseguir la titulación hasta color amarillo nuevamente.

Cálculos

$$M = \frac{p}{62,99 \times a}$$

donde:

M = molaridad de la solución de NaOH o KOH

p = peso en mg del ácido oxálico

a = gasto en ml de la solución de NaOH o KOH.

Referencias

Houba et al. (1988).

APENDICE 5

Preparación de soluciones estándares

La preparación de soluciones estándares requiere que los reactivos y los ácidos usados en la disolución sean de alta pureza. La Tabla siguiente puede usarse para preparar soluciones que contengan 1000 mg/L de un elemento.

TABLA. Preparación de soluciones estándares¹.

Elemento	Compuesto	Peso, g	Disolvente
Al	Al	1,0000	25 ml de HCl 6M
	AlCl ₃ ·6H ₂ O	8,9481	25 ml de HCl 1 M
Ag	Ag	1,0000	100 ml de HNO ₃ 4 M
	Ag ₂ O	1,0742	100 ml de HNO ₃ 4 M
As	As	1,0000	100 ml de HNO ₃ 4 M
	As ₂ O ₃	1,3203	100 ml de HCl 4 M
B	B	1,0000	100 ml de HNO ₃ 4 M
	H ₃ BO ₃	5,7195	agua
Ba	Ba(NO ₃) ₂	1,9029	agua
Be	Be	1,0000	100 ml de HCl 0,5 M
Bi	Bi	1,0000	100 ml de HNO ₃ 4 M
	Bi ₂ O ₃	1,1149	100 ml de HNO ₃ 4 M
	Bi(NO ₃) ₃ ·5H ₂ O	2,3211	100 ml de HNO ₃ 1 M
Ca	CaCO ₃	2,4972	25 ml de HCl 6 M
Cd	Cd	1,0000	50 ml de HCl 6 M
	CdO	1,1423	100 ml de HCl 6 M
Co	Co	1,0000	100 ml de HCl 4 M
	CoCl ₂ ·6H ₂ O	4,0373	agua
Cr	Cr	1,0000	100 ml de HCl 4 M
	CrCl ₃ ·6H ₂ O	5,1244	agua
	K ₂ Cr ₂ O ₇	2,8282	agua
Cu	Cu	1,0000	100 ml de HNO ₃ 4 M
	CuO	1,2518	100 ml de HNO ₃ 4 M
Fe	Fe	1,0000	100 ml de HCl 4 M
	Fe ₂ O ₃	1,4297	100 ml de HCl 4 M
Hg	HgCl ₂	1,3535	agua + 1 g de (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈
K	KCl	1,9067	agua
	K ₂ CO ₃	1,7673	100 ml de HCl 1 M
Li	Li ₂ CO ₃	5,8241	100 ml de HCl 1 M
	LiCl	6,1092	agua
Mg	MgO	1,6581	100 ml de HCl 0,5 M
Mn	Mn	1,0000	100 ml de HNO ₃ 4 M
	MnO ₂	1,5825	100 ml de HNO ₃ 4
	MnSO ₄ ·H ₂ O	3,0760	agua + 1,5 ml de HNO ₃ conc.
Mo	Mo	1,0000	agua regia ²
	MoO ₃	1,5003	agua regia ²
Na	NaCl	2,5421	agua

Continuación Tabla.

Elemento	Compuesto	Peso, g	Disolvente
Na	Na ₂ CO ₃	2,3051	100 ml de HCl 1 M
Ni	Ni	1,0000	100 ml de HCl 4 M
	NiO	1,2725	100 ml de HCl 4 M
	NiCl ₂ ·6H ₂ O	4,0489	agua
P	NaH ₂ PO ₄	3,8735	agua
	KH ₂ PO ₄	4,3930	agua
	NH ₄ H ₂ PO ₄	3,7137	agua
Pb	Pb	1,0000	100 ml de HNO ₃ 4 M
	PbO	1,0771	100 ml de HNO ₃ 4 M
	Pb(NO ₃) ₂	2,6758	agua
S	K ₂ SO ₄	5,4340	agua
Se	Se	1,0000	40 ml de HNO ₃ concentrado
	SeO ₂	1,4053	agua
Si	Na ₂ SiO ₃ ·9H ₂ O	10,1190	agua
Sn	Sn	1,0000	100 ml de HCl 4 M
	SnCl ₂ ·2H ₂ O	1,9010	100 ml de HCl 4 M
Sr	SrCO ₃	1,6849	100 ml de HNO ₃ 1 M
	Sr(NO ₃) ₂	2,4152	agua
Te	TeO ₂	1,2508	100 ml de HCl 4 M
Ti	Ti	1,0000	100 ml de HCl 4 M
Tl	Tl ₂ O ₃	1,1174	100 ml de HCl 4 M
V	V	1,0000	100 ml de HNO ₃ 4 M
Zn	Zn	1,0000	50 ml de HCl 6 M
	ZnO	1,2448	50 ml de HCl 6 M
	Zn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	4,5506	agua

1. Disolver el compuesto con la cantidad indicada de disolvente y diluir a 1 L con agua para obtener una concentración de 1000 mg/L del elemento.
2. Agua regia: mezclar 3 volúmenes de HCl concentrado y 1 volumen de HNO₃ concentrado inmediatamente antes del uso.

Referencias

Page (1982).

APENDICE 6**Valores aproximados de ácidos concentrados y amoníaco**

Solución	% (en peso)	Densidad g/ml	Molaridad	ml requeridos para preparar 1 L de solución 1 M
Acido acético	99,5	1,05	17,4	58
Acido clorhídrico	37	1,18	11,6	87
Acido fluorhídrico	48	1,15	27,6	36
Acido nítrico	70	1,41	15,7	63
Acido perclórico	70	1,66	11,6	86
Acido fosfórico	85	1,69	14,7	68
Acido sulfúrico	96	1,84	17,8	56
Amoníaco	55	0,90	14,3	71