

No. 101

Métodos de Análisis de Suelos

CANTALICIO PAREDES B.
TAKANORI IGARASHI
MORIO CHIBA

MINISTERIO DE AGRICULTURA Y GANADERIA
CENTRO REGIONAL DE INVESTIGACIÓN AGRÍCOLA

1986

PUBLICADO POR LA
AGENCIA DE COOPERACIÓN INTERNACIONAL DEL JAPÓN

A D T
J R
86 - 6



Métodos de Análisis de Suelos

**CANTALICIO PAREDES B
TAKANORI IGARASHI
MORIO CHIBA**

**MINISTERIO DE AGRICULTURA Y GANADERIA
CENTRO REGIONAL DE INVESTIGACIÓN AGRICOLA**

1986

**PUBLICADO POR LA
AGENCIA DE COOPERACIÓN INTERNACIONAL DEL JAPÓN**

JICA LIBRARY



1034666[6]

国際協力事業団		
受入 月日	'87. 1. 20	708
登録 No.	15836	82.5
		APT

PREFACIO

El Proyecto "Desarrollo Integral Agrícola y Forestal de la zona sur del Paraguay" inició en Marzo de 1979 con el propósito de contribuir al desarrollo agro-forestal en esta region de "Terra Roza" principalmente en el departamento de Itapuá.

Este libro sobre análisis del suelo se elaboró en español por el Ing. Takanori Igarashi, Lider, e Ing. Morio Chiba, especialista de suelo y fertilizante en el programa "El Fortalecimiento de la organización y otros aspectos del Centro Regional de Investigación Agrícola (CRIA)" con la colaboración del Ing. Cantalicio Paredes B., contraparte del Proyecto, al fin de desarrollar las actividades del experimento y difusión del Proyecto.

Aprovecho la oportunidad para agradecer a los ingenieros, Igarashi, Chiba, y Paredes por su labor y colaboración, deseo que el libro sea util no sólo en el proyecto, sino también en los países del idioma español.

Ing. Takashi Tauchi
Director del departamento de Cooperacion
para desarrollo agricola,
Agencia de Cooperacion Internacional
del Japón

PROLOGO

Mediante un acuerdo de cooperación técnica entre los gobiernos del Paraguay y del Japón, firmado en Asunción el 9 de febrero de 1979, se da inicio al Proyecto de Desarrollo Agrícola y Forestal de la Zona Sur del Paraguay. Dicho proyecto contempla tres sub-proyectos, la creación del Centro de Mecanización Agrícola (CEMAO), Centro de Desarrollo Forestal (CEDEFO) y Fortalecimiento del Centro Regional de Investigación Agrícola (CRIA).

Dentro del marco del sub-proyecto CRIA, se dotó al Centro de la infraestructura necesaria para su desenvolvimiento, se promovió la asistencia técnica y se formentó las actividades de investigación. Nuevos métodos de análisis de suelos y plantas también fueron introducidos.

En conexión al desarrollo del proyecto, el autor fue asignado a la Estación Agrícola Experimental de Kyushu, particularmente para estudiar los modernos métodos de análisis de suelos utilizados en el Japón. Dicho curso fue desarrollado desde el 3 de Octubre de 1979 al 3 de Octubre de 1980. Los análisis de suelos fueron iniciados al año siguiente bajo el asesoramiento del Dr. Morio Chiba, especialista de suelos.

Para llenar la necesidad de contar con métodos establecidos de análisis de suelos para el CRIA, el autor ha tratado de compilar los métodos desarrollados por los expertos japoneses los cuales en su mayoría están basados en métodos que comunmente se utilizan en el Japón, incluyendo otros que fueron considerados importantes para completar los métodos de análisis de suelos que aparecen en esta publicación.

El autor desea expresar su agradecimiento al Ing. Agr. Hernando Bertoni, Ministro de Agricultura y Ganadería, por su constante apoyo y estímulo, al Ing. Agr. Luis Albevo Alvarez, Director de la Dirección de Investigación Agropecuaria y Forestal, por sus numerosas y valiosas orientaciones, al Agr. Sinforiano Paniagua, Director del Centro Regional de Investigación Agrícola, por su decidido apoyo para la concreción de éste manual. Así mismo expresa especial reconocimiento al Dr. Teikichy Yoshida, coordinador del proyecto de cooperación, que le animó a escribir los métodos de análisis de suelos, al Dr. Takanori Igarashi asesor líder de los expertos del CRIA, quien amablemente leyó el manuscrito e hizo observaciones sobre partes del mismo y el Dr. Morio Chiba, asesor del laboratorio de suelos, quien le proporcionó una amplia visión acerca del campo de los suelos y la química del suelo. Expresa su reconocimiento al Dr. Kaoru Seino, al Dr. Yoshiya Uchida, al Dr. Yutaka Akiyama, al Dr. Kenzo Wakimoto, quienes fueron

los que le iniciaron en el estudio de la ciencia del suelo. Por último expresa sus agradecimientos a los compañeros de trabajo Ing. Agr. Daniel Bordón, Agr, Julian Altamirano y a muchos otros colaboradores que le animaron a completar esta obra.

El autor espera que los métodos presentados en éste manual sirva para apoyar y acelerar las actividades de investigación en el CRIA, sea útil a los técnicos que tengan que ver con la ciencia del suelo, y sea como un punto de partida de nuevos y mejorados métodos de análisis de suelos en el CRIA.

CONTENIDO

	Página
PREFACIO	
CONTENIDO	
Preparación de La Muestra de Suelos	1
Determinación del Contenido de Humedad	3
Determinación de La Densidad Aparente	5
Metodo de Core	5
Densidad Aparente Usando Suelo Seco Fino	6
Determinación del pH del Suelo	8
Determinación De La Conductividad Electrica	10
Determinación Del Tamaño De Partículas	12
Determinación Del Carbón	18
La Determinación Del Carbón Orgánico Total Por El Método De Tyurin	18
La Determinación Del Carbón Orgánico e Inorgánico Total Por El Método de Kosaka	23
La Determinación Del Carbón y Nitrógeno Con El Analizado C-N Corder	27
Determinación Del Nitrógeno Orgánico Por el Método Semi-Micro Kjeldah	29
Determinación Del Nitrógeno Inorgánico	33
La Determinación Del Amonio Nitrógeno	33
La Determinación Del Nitrato Nitrógeno	34
La Determinación Del Amonio y Nitrato Cambiable Por el Método De Microdifusión de Conway	37
Determinación Del Fósforo	42
La Determinación Del Fósforo Total	42
La Determinación Del Fósforo Soluble En Bicarbonato De Sodio 0.5M (Método De Olsen)	44
La Determinación del Fósforo Soluble En La Solución Extractante De Bray (Bray I y II)	48
La Determinación del Fósforo Soluble En H ₂ SO ₄ 0.002N (Método de Truog)	50
La Determinación Del Fósforo Soluble En Acido Clorhidrico y Sulfúrico Diluido (Método de Carolina Del Morte)	51
Determinación del Coeficiente de Absorción de Fósforo y Amonio	53

	Página
Determinación de la Capacidad de Intercambio Catiónico y Porcentaje de Saturación de Bases	57
Principio	57
La Determinación del Amonio en el Lixiviado	60
La Determinación del Calcio y Magnesio en el Lixiviado por el Método de Absorción Atómica	61
La Determinación del Na y K en el Lixiviado por el Método del Fotómetro a Llama	62
Determinación del Potasio Disponible y del Na, Ca, Mg, Cambiable (Método de Rutina)	62
La Determinación del Potasio y Sodio Intercambiable (Solución Normal de Acetato de Amonio de pH 7.0)	62
La Determinación del Ca y Mg Intercambiable (Solución) Normal de Acetato de Amonio de pH 7.0)	65
La Determinación del Potasio Soluble en Acido Nitrico Caliente	67
La Determinación del Potasio Soluble en la Solución Extractante de Bray	68
La Determinación del Potasio Soluble en Bicarbonato de Sodio (Método de Olsen)	69
Exámen del Suelo (Soil Testing)	70
Principio	70
La Determinación del Potasio y Sodio	71
La Determinación del Calcio y Magnesio	71
La Determinación del Manganeso Extractable por el Método Calorimétrico	72
La Determinación del Manganeso por el Espectrofotómetro de Absorción Atómica	73
La Determinación del Aluminio Extractable por el Método del Aluminón	74
La Determinación del Cobre y Zinc	78
La Determinación del Fósforo por el Método Modificado del Molibdeno Azul	80
La Determinación del Azufre	80
La Determinación del Nitrato	81
La Determinación del Cloro	82
Determinación del Hierro Disponible	83
La Determinación del Hierro Intercambiable	83

	Página
La Determinación del Hierro Extractable	85
La Determinación del Hierro Activo	87
La Determinación de Oxidos de Hierro Libre	88
Determinación del Manganeso Facilmente Reducible	92
Determinación del Hidrógeno y Alumino Intercambiable por el Método de Valoración	94
Determinación del Azufre Soluble en Acido Perclórico	97
Determinación de Requerimiento de Calcareo	99
La Determinación del Requerimiento de Calcareo por el Método del pH	99
La Determinación del Requerimiento de Calcareo con la Solución Buffer SMP (Shoemaker Mc. Lean y Pratt, 19861)	100
La Determinación del Requerimiento de Cal Basado en el Contenido de Aluminio Intercambiable del Suelo	101
La Determinación del Índice de Neutralización	103
Referencias	105

PREPARACION DE LA MUESTRA DE SUELOS

Los métodos de muestreo y preparación de muestras de suelos difieren de acuerdo al propósito de su estudio.

Para los estudios de clasificación, el suelo es profundamente excavado (alrededor de 1 a 1.5 metros) y la muestra extraída es separada conforme a sus horizontes.

Muchas determinaciones de nutrientes disponibles son más confiables utilizando muestras húmedas inmediatamente después de tomarlas especialmente para los estudios sobre dinámica de suelos. En este caso se deberá desarrollar técnicas especiales. Para conocer más acerca de los métodos de muestreo de suelo, se recomienda otros materiales de consulta tales como "The Soil Survey Manual (USDA)" y otros libros concernientes a métodos de muestreo de suelos.

La preparación de las muestras de suelo en éste libro comienza después del registro de las muestras de suelo.

APARATOS

1. Habitación para la desecación, con dispositivo para asegurar la circulación de aire.
2. Frascos y bolsitas de polietileno.
3. Bandejas de plástico y hojas de hule.
4. Estantes secadores.
5. Balanza.
6. Molino especial para la preparación de muestra.
7. Morteros de agar con su mano.
8. Tamices con un diámetro de 0.5 mm.
9. Rodillo de madera.
10. Etiquetas.

PROCEDIMIENTO

Preparación de muestra fresca

1. Si es requerido análisis de muestras de suelo fresco recién tomadas, el primer paso es asegurarse de que esas muestras sean de tamaño uniforme a un consistente estado de humedad, libre de piedras y de materiales orgánicos frescos.

2. Tome una porción de muestra de suelo con la humedad de campo y mezclela a fondo en una bolsita de polietileno. Elimine los materiales orgánicos frescos. Tamice el suelo con un tamiz de acero inoxidable de 2 mm.
3. Este suelo fino es la muestra para el análisis. Suelos arcillosos que contienen terrones duros deben ser desmenzados con rodillos de madera o plástico para que pase a través del tamiz de 2 mm.
4. Si el análisis no se realiza inmediatamente después de la preparación de la muestra, se debe guardar en un lugar oscuro y fresco o en un refrigerador en frascos de plástico herméticamente cerrado.
5. El contenido de humedad se determina durante el análisis siguiendo las indicaciones de PROCEDIMIENTOS de la página 3.

Preparación de muestra secada al aire

1. Para preparar la muestra de suelo, extraiga el suelo de la bolsita de plástico o del contenedor de muestra, disperse finamente sobre una hoja de hule contenido en una caja de madera y colóquelo en un estante secador de suelo.
2. Guarde el estante secador de suelo por varios días en un cuarto limpio evitando los rayos directos del sol y mézclelo de cuando en cuando.
3. Cuando estén secos, pese el suelo junto con la caja de madera. Continúe con el secado al aire y repita el pesado cada 2 o 3 días.
4. Cuando el peso sea constante, muele el suelo con un molino especial para suelo con lo cual se logrará triturar los materiales para que pase a través del tamiz de 2 mm.
5. Después del tamizado, mezcle el suelo y triture una porción de la muestra obtenida al azar en mortero de agar, hasta conseguir que las partículas pasen a través de un tamiz de 0.5 mm. Esta muestra es usada para la determinación de carbón, fósforo total y otros análisis que requieren menos de tres gramos de suelo.
6. Muestras para análisis de elementos menores (Cu, Zn, Mn, Mo, etc.) deben ser triturados en un mortero de agar y tamizado con tamices de acero inoxidable.
7. Si la muestra no es suficientemente grande para moler con un molino, triture con un rodillo de madera y realice el tamizado con tamiz de acero inoxidable.
8. Guarde el suelo fino (2.0 mm y 0.5 mm de diámetro) en botellas de plástico o bolsitas de polietileno y coloque una etiqueta con el "número del laboratorio".

DETERMINACION DEL CONTENIDO DE HUMEDAD

PRINCIPIO

Las informaciones de los resultados de los análisis físico-químicos del suelo generalmente están basados sobre peso de muestras secadas en estufa.

La muestra secada en estufa se define como la masa de muestra de suelo que alcanza un peso constante en una estufa entre los 100°C y 110°C.

El procedimiento para la determinación del contenido de agua se realiza por el método gravimétrico y envuelve el peso de la muestra secada al aire, la remoción del agua en la estufa y el repeso de la muestra hasta lograr el peso constante a la temperatura mencionada anteriormente.

APARATOS

1. Pesafiltros.
2. Estufa con regulador de temperatura.
3. Balanza analítica.
4. Desecador.

PROCEDIMIENTO

1. Coloque el pesafiltro en una estufa y séquelo por más de 2 horas. Después del secado, transfiera a un desecador alrededor de 20 minutos y pese.
2. Transfiera 5 g de suelo fino (cernido a través de tamices de 2.0 mm y 0.5 mm de diámetro) en un pesafiltro, colóquelo en una estufa con la tapa abierta y déjelo secar hasta un peso constante.
3. Luego, tape el pesafiltro y transfiera a un desecador. Después de 20 minutos, vuelva a pesar.

CALCULOS

1. Materia seca (%) = $\frac{W - w}{5} \times 100$
2. Contenido de humedad (%) = 100% - % de materia seca.

W = Peso de suelo + Peso del pesafiltro.

w = Peso del pesafiltro.

Notas

1. Generalmente es necesario 24 horas para alcanzar peso constante de una muestra ordinaria de suelo.
2. Tenga cuidado de adicionar muestras húmedas durante la última mitad del período de secado, un tiempo adicional deberá ser añadido cuando la estufa esté sobrecargada.

DETERMINACION DEL DENSIDAD APARENTE

PRINCIPIO

La densidad de volúmen o densidad aparente es la relación de la masa al volúmen macroscópico ocupado por las partículas del suelo más el espacio poroso. - Este valor es usado para calcular porosidad, convertir porcentaje de agua por peso o contenido por volúmen. Es también frecuentemente utilizado como una medida de la estructura del suelo.

Muchos métodos han sido propuestos para determinar la densidad de volúmen y la mayoría de ellos consiste esencialmente en el secado y pesado a un volúmen conocido de suelo, la diferencia principal radica en la manera que la muestra de suelo es obtenida. En éste procedimiento ambos: el método de Core (3) y un método especial usando suelo fino (5) son descriptos. Ambos métodos son muy utilizados en el Japón.

METODO DE CORE (3)

APARATOS

1. Muestreador de Core (un cilindro hecho de metal con tapas en ambos lados (Fig 1).
2. Zapapico o piqueta.
3. Machete.
4. Martillo.
5. Láminas de aluminio.
6. Balanza con 10 mg de precisión.

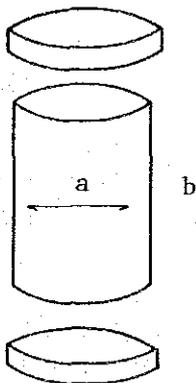
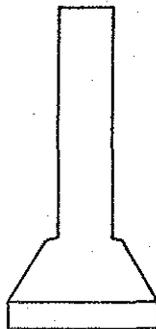


Figura 1. Muestreador Core



Aparato para presionar el muestreador Core.

Figure 2. Saido-hojoki

PROCEDIMIENTO

1. Determine un lugar representativo para el muestreo, y cave el suelo.
2. Presione el cilindro en una superficie vertical u horizontal del suelo utilizando "saido-hojoki" (Fig. 2) y un martillo hasta que se introduzca totalmente en el suelo y luego extraiga.
3. Elimine el suelo de alrededor del cilindro y saque fuera el cilindro que contiene el suelo.
4. Ajuste el suelo en cada extremidad del cilindro con un filoso cuchillo. El volumen de la muestra es aquella establecida por el volumen del cilindro.
5. Elimine todo el suelo de la parte exterior del cilindro y pese el cilindro con el suelo.
6. Tome 15 g de suelo del cilindro y determine el contenido de humedad, usando hoja metálica o de aluminio.

CALCULO

$$\text{Densidad de volumen (g/ml)} = \frac{(W - w) \times (100 - c)}{100 \times 100}$$

donde: W es el peso del cilindro con el suelo (g).

w es el peso del cilindro.

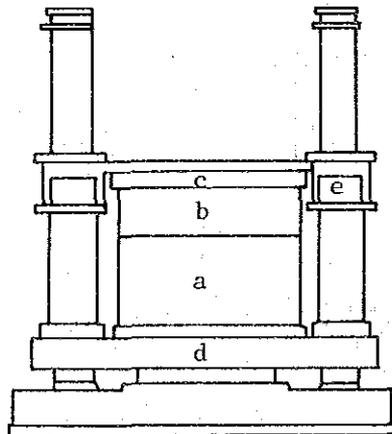
c es el porcentaje de humedad.

Notas

El método de CORE generalmente no es satisfactorio si ocasionalmente se encuentra piedra en el suelo.

DENSIDAD APARENTE USANDO SUELO SECO FINO (5)

APARATO



- a. cilindro medidor (100 ml).
- b. cilindro fijo.
- c. tapa de a y b.
- d. base para el cilindro.
- e. anillo para sujetar el cilindro.

Figura 3. Aparatos para medir densidad aparente usando suelo fino seco.

PROCEDIMIENTO

1. Coloque b y a, adicione la muestra de suelo secado al aire poco a poco en el cilindro excediendo un poco su capacidad, elimine el exceso de suelo en forma plana sin presionar el extremo superior de b, y coloque la tapa c.
2. Con e, sujete a y b con la base del recipiente (d). Sostenga el recipiente con las dos manos, alce arriba a 5 cm de altura y deje caer. Repita 5 veces la operación.
3. Extraiga el cilindro del aparato, remueva c y b y corte la superficie del suelo en el extremo superior de a, luego pese a con el suelo en su interior.

CALCULO

$$\text{Peso de volúmen (g/100ml)} = \frac{(W - w) \times (100 - c)}{100}$$

donde: W es el peso de a y el suelo (g).

w es el peso de a (g).

c porcentaje de humedad.

$$\text{Densidad de volúmen (g/ml)} = \frac{\text{Peso de volúmen}}{100}$$

DETERMINACION DEL pH DEL SUELO

PRINCIPIO

El pH se define como el logaritmo de la concentración de iones de hidrógeno. Una solución con pH menor que 7 será ácida. Si el pH es superior a 7 recibe el nombre de básica. Un pH = 7 corresponde a la neutralidad.

Cuando el concepto de pH se aplica a un sistema coloidal tal como el suelo, la fracción de hidrógeno disociado es menor que la unidad y varía según el tipo de arcilla y materia orgánica, por lo que generalmente no es posible determinar la acidez total de un suelo a partir de su pH.

El pH del suelo es una propiedad química importante, por lo que puede indicar a veces algo de su porcentaje de saturación de bases, dependiendo de la arcilla predominante. También puede indicar algo sobre el grado de disociación de iones H procedentes de lugares de intercambio o la extensión de la formación de iones H por hidrólisis del Al. Ya que muchos nutrientes tienen la máxima solubilidad a pH de 6-7, decreciendo por encima y por debajo de tal rango, éste es una indicación relativa de la disponibilidad de los nutrientes para las plantas.

La medida más exacta del pH es realizada mediante el método electrométrico utilizando el potenciómetro.

Para suelos inundados, la medida del pH puede ser hecha directamente con el potenciómetro en una suspensión de suelo obtenida de una muestra representativa.

En el laboratorio, el suelo es sometido a un proceso de rehumedecimiento - con agua o con una solución de sal, luego es agitado por un cierto período y el pH es directamente medido con el potenciómetro.

La relación suelo:agua en que se efectúa la medida del pH influye también en el valor numérico de éste. En este procedimiento se utiliza la relación 1 : - 2.5.

APARATOS

1. Balanza (0.5 g de precisión).
2. Probetas, 50 ml.
3. Botellas de plástico, 100 ml.
4. Potenciómetro.
5. Electrodo de vidrio.
6. Matríz aforado, 1 L.
7. Agitador mecánico.

REACTIVOS

1. Cloruro de potasio 1 N.

Disuelva 74.56 g de KCl puro con agua destilada y diluya a 1000 ml con agua destilada.

2. Solución buffer con pH de 6.86 y 4.01.

PROCEDIMIENTO

Pese 10 g de suelo tamizado que pasó a través de un tamíz de 2 mm de diámetro y coloque en una botella de plástico. Adicione 25 ml de agua destilada y agite - por 30 minutos. Después de agitar, mida el pH con el potenciómetro el cual ha sido ajustado por medio de las soluciones buffer de pH 6.86 y 4.01. El mismo procedimiento es utilizado para la medida con la solución 1 N de KCl.

Notas

Antes de la medida, ajuste el potenciómetro usando solución buffer pH 6.86 y pH 4.01, controle la temperatura de la solución y corrija el valor del pH a esa temperatura.

DETERMINACION DE LA CONDUCTIVIDAD ELECTRICA

PRINCIPIO

La conductividad eléctrica de un suelo es la conductividad específica a 25°C de un extracto de agua obtenida de una mezcla de suelo y agua de una proporción definida.

El valor es útil porque provee información sobre la cantidad total de sales solubles en agua presente en el suelo o sea el grado de salinidad.

La conductividad se mide con el conductómetro y se expresa en micro mho/cm o en ohm/cm como resistencia específica.

APARATOS

1. Aparatos apropiados para hacer una suspensión de suelo mencionados en la página 8.
2. Conductómetro con piezas de repuesto.

REACTIVOS

1. Solución patrón de 0.01 N KCl. Disuelva 0.7456 g de KCl p.a. en 500 ml de agua destilada y diluya exactamente a 1000 ml. Calibre el conductómetro usando 0.01 N de solución de KCl teniendo 1411.8×10^{-6} mho/cm a 25°C. Utilice la Tabla 1 para convertir el valor de la conductividad a 25°C.

Table 1. Valores de conversion de la conductividad a 25°C.

Temperatura en °C	Factor
15	1.25
16	1.22
17	1.19
18	1.16
19	1.14
20	1.11
21	1.09
22	1.06
23	1.04
24	1.00
25	1.00
26	0.98
27	0.96
28	0.94
29	0.93
30	0.91
31	0.89
32	0.87
33	0.86
34	0.84
35	0.83

Reference

DEWIS, J. and F. Freitas Physical and chemical method of soil and Water analysis.

Appendix 8. F.A.O of the United Nations, Rome, 1970.

DETERMINACION DE LA DISTRIBUCION DEL TAMANO DE LA PARTICULA

PRINCIPIO

El tamaño de las partículas del suelo es un parámetro que expresa las dimensiones de las partículas de un suelo. La proporción está representada por los números - relativos de partículas entre las clases de tamaño establecido y por el peso relativo de tales clases.

La utilidad del análisis del tamaño de las partículas en agricultura práctica ha sido extensiva y es utilizada como base de la clasificación textural. Uno de los principales propósitos es obviamente evaluar un bosquejo de las propiedades físicas del suelo tales como capilaridad del agua, cohesión del suelo, etc., por lo que su determinación es comunmente denominada "análisis mecánico".

El tamaño de las partículas del suelo es generalmente dividido como arena - gruesa, arena fina, limo y arcilla. En un análisis total la totalidad de la muestra de suelo tales como piedras y gravas deben ser examinadas, pero en el procedimiento que se describe más abajo solamente incluye el análisis de los materiales menores a 2 mm de diámetro. El sistema y el método de análisis utilizado en este procedimiento se limita al sistema Internacional y al uso del método de la pipeta.

De acuerdo al sistema de clasificación internacional las partículas son clasificadas en arena gruesa cuyo diámetro varia de 2.0 a 0.2 mm, arena fina 0.2 a 0.02 mm, limo 0.02 a 0.002 mm y arcilla menor que 0.002 mm (9).

El procedimiento para la determinación del tamaño de las partículas pueden ser reunidos en dos fases principales:

1. Remoción o inactivación de los agentes cementantes (principalmente materia orgánica e ión de calcio incluyendo hierro coloidal o óxidos de aluminio en algunos suelos). En esta fase, la materia orgánica es oxidada por calentamiento con H_2O_2 , y el exceso de peróxido es eliminado por ebullición.
2. La separación de las fracciones en la muestra, dispersada por el método de la pipeta, es dividido en tres fases; separación de la fracción limo-arcilla, separación de la fracción arcilla y determinación de la fracción arena fina del residuo por tamizado.

Principalmente el método de la pipeta está basado en la ley de Stokes el - cual sugiere la relación entre el tamaño de partículas y su velocidad de caída en el seno de un líquido. Prácticamente 1 L de suspensión en un cilindro, es bien mezclado y dejado en reposo a una temperatura razonablemente constante. Las

partículas de suelo que caen a través de un líquido a diferentes velocidades dependen del tamaño de las partículas. En diferente tiempo de sedimentación y a una profundidad definida las fracciones arena, limo y arcilla pueden ser separadas con la pipeta.

Después de la separación de las fracciones se pesa y se calcula el porcentaje.

APARATOS

1. Balanza analítica y balanza con 10 mg de precisión.
2. Vaso de berlín alto, 500 ml.
3. Vidrio de reloj.
4. Dispositivo para baño María.
5. Centrífuga de 1000 - 3000 rpm.
6. Botellas de sedimentación de 500 ml.
7. Agitador mecánico recíproco.
8. Pipetas de goma.
9. Pipetas volumétricas.
10. Equipo especial para el pipeteo de las fracciones de limo y arcilla.
11. Cápsulas de porcelana, 30 ml y 50 ml de capacidad.
12. Desecador.
13. Cronómetro.
14. Tamiz con un diámetro de 0.021 mm (70 mesh).
15. Termómetro.
16. Agitador eléctrico.

REACTIVOS

1. Peróxido de hidrógeno.
2. Bisulfito de sodio, polvo.
3. Calgón, de 0.4 N.

Pese 40.8 g de hexametáfosfato de sodio tritúrelo si es necesario hasta conseguir un polvo fino, y disuelva gradualmente con 750 ml de agua destilada.

Agite bien durante la adición, luego diluya a un litro.

PROCEDIMIENTO

Pretratamiento

1. Transfiera 10 g de suelo fino (cernido a través de un tamiz de 2 mm de diámetro) a un vaso de berlín alto de 500 ml. Añada 30 - 50 ml de agua oxigenada al 6% y cubra el vaso con vidrio de reloj.
2. Caliente en baño María por aproximadamente 3-6 horas agitando ocasionalmente con la mano. Si el suelo tiene un alto contenido de humus. Añada 10-20 ml de H₂O₂ concentrado. (Vea nota 1 página 14).
3. Después de enfriar, transfiera cuantitativamente en un tubo de centrifuga. Centrifugue a 2.700 rpm por aproximadamente 10 minutos y deseche el exceso de líquido.
4. Transfiera cuantitativamente el sólido en una botella de sedimentación y adicione 250 ml de agua destilada.
5. Añada 25 cc de solución calgón 0.4 N en la suspensión, tape la botella con un tapón de goma y agite la suspensión por dos horas.

Método de la pipeta para la fracción limo y arcilla

1. Después del agitado, adicione agua destilada hasta los 500 ml. Mida la temperatura de la suspensión y decida: la profundidad de la suspensión a ser pipeteado y el tiempo de sedimentación para limo y arcilla, usando la Table 1 (Pag. 15). Si la temperatura indica 25°C, el tiempo de sedimentación es de 4 minutos 16 segundos para el limo y 7 horas 6 minutos para la arcilla a 10 cm de profundidad, o 2 minutos 8 segundos y 3 horas 33 minutos a una profundidad de 5 cm.
2. Agite con la mano la suspensión por un minuto, abra la tapa de goma y baje verticalmente la pipeta con el extremo superior cerrado en la suspensión a la profundidad requerida (ésta operación comienza aproximadamente 20 segundos antes que se cumpla el tiempo de sedimentación). Tome 20 ml de la suspensión y deposite en un vaso apropiado para evaporación. Lave la pipeta 2 veces con agua sobre el vaso de evaporación de manera que el agua caiga dentro del mismo.
3. Evapore la suspensión hasta sequedad en baño María, seque el residuo en horno a 105 C por 16-18 horas, enfríe en un desecador y pese como la fracción limo + arcilla (= Ag).

4. Agite el contenido de la botella de sedimentación por un minuto y deje reposar por el tiempo de sedimentación de arcilla (Table 1). Tome la suspensión a una profundidad de 5 cm debajo del nivel de la nueva superficie. El peso del residuo es la fracción arcilla (= Bg).
5. Después del muestreo de la fracción arcilla, deseche el líquido flotante y transfiera la suspensión a un cilindro especial que viene con el equipo semi-automático).
6. Instale el cilindro en el Equipo. La suspensión es agitada automáticamente. Deje en reposo por el tiempo de sedimentación del limo y deseche la suspensión después de la sedimentación de la arena.
7. Llene otra vez hasta la marca y repita el proceso hasta obtener una suspensión clara.
8. Pare el aparato, transfiera el residuo cuantitativamente en una cápsula de evaporar, evapore hasta sequedad en baño María. Continúe el secado en un horno. Pese como la fracción arena fina y arena gruesa (= Cg).
9. Después de pesar, tamice la arena fina con un tamiz de 0.021 mm de diámetro. Pese la fracción de arena fina (= D).

CALCULOS

$$\% \text{ arcilla} = 250 \times (B - b)$$

$$\% \text{ limo} = 250 \times (A - B)$$

$$\% \text{ arena fina} = 10 \times D$$

$$\% \text{ arena gruesa} = 10 \times (C - D)$$

A = Peso de la fracción arcilla y limo en gramos.

B = Peso de la fracción arcilla en gramos.

C = Peso de la fracción arena fina y gruesa en gramos.

D = Peso de la fracción arena fina en gramos.

b = Peso del blanco en gramos (ver nota 3).

Notas

1. Si se añade agua oxigenada al suelo y se produce una vigorosa reacción, dada la destrucción y solubilización de la materia orgánica humificada el color de la solución se vuelve más clara. Si tal indicación no ocurre, deje enfriar y repita el tratamiento con 10-30 ml de H_2O_2 concentrado hasta que la reacción sea completa y no haya más cambio de color, luego hierva en forma continua para reducir el H_2O_2 .
2. Si la efervescencia es enérgica inmediatamente después de la adición de H_2O_2 indica que el suelo tiene una considerable cantidad de MnO_2 . En tales casos, adicione 0.2-0.5 g de $NaHSO_3$ para reducir MnO_2 , y hierva en forma continua hasta sequedad. Después de enfriar repita el tratamiento como en la nota 1.
3. El blanco contiene 250 ml de agua destilada y 25 ml de solución de Calgón y es tratado de la misma forma que la suspensión de suelo.
4. Si no se cuenta con el aparato semiautomático, use una agitadora eléctrica para agitar la suspensión y una pipeta conectada a un tubo de goma para derramar el líquido supernatant como se mencionó en la página 13, punto 6 y 7.

Table 2. Tiempo de sedimentación
de limo y Arcilla.
(para 10 cm)

Temp	0.02 mm. (Limo)		0.002 mm. (Arena)		0.05 mm.		0.01 mm.	
	min.	seq.	hrs	min	min	seq	min	seq
0	8	32	14	14	1	22	34	08
1	8	14	13	44	1	19	32	57
2	7	58	3	16	1	16	31	51
3	7	42	12	50	1	14	30	48
4	7	28	12	62	1	12	29	50
5	7	14	12	03	1	09	28	54
6	7	00	11	41	1	07	28	02
7	6	48	11	20	1	05	27	12
8	6	36	11	00	1	03	26	24
9	6	26	10	41	1	02	25	39
10	6	14	10	23	1	00	24	56
11	6	04	10	06		58	24	14
12	5	53	9	49		57	23	33
13	5	44	9	34		55	22	57
14	5	35	9	19		54	22	22
15	5	27	9	05		52	21	47
16	5	19	8	51		51	21	14
17	5	11	8	33		50	20	42
18	5	02	8	24		48	20	10
19	4	55	8	12		47	19	41
20	4	48	8	00		46	19	12
21	4	41	7	48		45	18	43
22	4	34	7	37		44	18	17
23	4	28	7	26		43	17	51
24	4	22	7	16		42	17	26
25	4	16	7	06		41	17	02
26	4	10	6	56		40	16	39
27	4	04	6	47		39	16	16
28	3	59	6	38		38	15	54
29	3	53	6	29		37	15	34
30	3	48	6	21		37	15	14
31	3	43	5	12		36	14	54
32	3	39	6	05		35	14	36
33	3	34	6	57		34	14	17
34	3	30	5	50		34	14	00
35	3	26	5	43		33	13	43

DETERMINACION DE CARBON

La importancia del rol del carbón en el suelo es su forma como material orgánica. La forma más resistente de materia orgánica es denominada "humus" o mantillo y es considerada como la "sangre" del suelo (8). Tiene una gran influencia sobre las propiedades químicas, físicas y biológicas del suelo. Un buen abastecimiento de materia orgánica mejorará el nivel de nutrientes, la condición estructural de los suelos, incrementará la capacidad de retención de agua de los suelos arenosos y estimulará la actividad de los microorganismos (8, 13, 17).

El contenido de materia orgánica es estimado a partir del contenido total de carbono orgánico del suelo, el cual es determinado principalmente por dos métodos (19).

1. Método cuantitativo de combustión, donde el C es determinado como CO₂ gravimétricamente o volumétricamente.
2. Oxidación de la materia orgánica con ácido crómico, donde el residuo del oxidante es determinado por valoración.

Para suelos ricos en carbonatos y ácido carbónico, es necesario un pretratamiento antes de la determinación para eliminar ambos constituyentes.

Usualmente el carbonato y ácido carbónico se los determina separadamente o bien se los destruye con ácidos antes de la combustión.

En este manual se presentan tres métodos, método de combustión húmede desarrollado por valoración (Método TYURIN), método de combustión húmeda desarrollado por absorción de CO₂ con carbonato de calcio (Método de KOSAKA) y la determinación simultánea de carbono y nitrógeno con el analizador automático CORDER.

DETERMINACION DE CARBONO ORGANICO TOTAL

(Método de TYURIN)

PRINCIPIO

La determinación del carbono por el método de TYURIN es una de las modificaciones de la determinación volumétrica e implica la oxidación de la materia orgánica con ácido crómico. Este método puede ser llevado a cabo sin la previa remoción del carbonato porque el CO₂ despedido no es medido. La reacción de oxidación se produce de acuerdo a la siguiente ecuación (2).



La cantidad de oxígeno para la oxidación del carbón se calcula por la diferencia entre la cantidad de ácido crómico aplicado y la cantidad sobrante después de la oxidación.

Esta cantidad es determinada por valoración con una solución de Mohor 0.1 N usando Difenil - amina como indicador. El contenido de carbono orgánico del suelo puede expresarse como tanto por ciento de carbono o ser calculado en forma de materia orgánica mediante la multiplicación por un factor. El factor convencional para pasar de carbono a materia orgánica es 1.724 y se basa en la hipótesis de que la materia orgánica del suelo tiene un 58% de carbono.

APARATOS

1. Balanza analítica.
2. Placa eléctrica con temperatura regulable.
3. Baño de arena.
4. Buretas, de 25 a 50 ml.
5. Termómetro hasta los 200°C.
6. Frascos erlenmeyer.
7. Pipetas.
8. Probetas.
9. Embudo y matraces aforados.

REACTIVOS

1. Polvo de Ag_2SO_4 .
2. Cristales de cuarzo.
3. Disolución de dicromato de potasio 0.4 N.

Disuelva exactamente 19.61 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ en 500 ml de agua destilada, filtre si es necesario (=Solución A). Añada gradualmente 500 ml de H_2SO_4 (Sp.gr.1.84) a la solución A agitando y enfriando el frasco con agua de canilla. Mantenga la solución a temperatura ambiente para evitar excesiva evolución de calor. Si la disolución presenta una coloración negruzca debe ser desechada porque indica que hubo sobrecalentamiento durante la mezcla.

Después de enfriar deje reposar la solución en un frasco con tapón pulido y estandarize con la solución de Mohor.

4. Disolución de sulfato ferroso amónico 0.1 normal (Solución de Mohor)
 Disuelva exactamente 40 g de sal de Mohor en 300 ml de agua destilada en un matraz ofora do de 1 L, filtre si es necesario (Solución = A). Mezcle 20 ml de H_2SO_4 concentrado con 500 ml de agua destilada (Solución B). Mezcle las soluciones A y B y diluya a 1 L con agua destilada. Valore la solución con $KMnO_4$ N/30 y guarde en una botella de color marrón. Esta solución debe ser verificada con la solución de $K_2Cr_2O_7$ 0.4 N antes de cada serie de determinaciones.
5. Disolución de permanganato de potasio 0.1 Normal.
 Disuelva 3.3 g en 900 cc de agua destilada. Caliente en baño María a $50^\circ C$ por 2 horas agitando con la mano ocasionalmente y deje en reposo una noche. Filtre con un filtro de vidrio y diluya a 1000 ml con agua destilada. Valore con oxalato de sodio.
6. Disolución de oxalato de sodio 0.1 N.
 Pese 0.6700 g de oxalato de sodio en una balanza analítica y disuelva en 50 ml de agua destilada usando un matraz aforado de 100 ml. Después de disolver, diluya con agua destilada hasta la marca. La disolución es usada para valorar la solución de 0.1 N $KMnO_4$.
7. Acido orto-fosfórico (diluido dos veces).
8. Solución indicadora de ácido p-phenyl anthranílico.
 Disuelva 0.2 g de Na_2CO_3 en 100 ml de agua destilada. Triture 0.2 g de ácido fenil antranílico y humedézcalo con una pequeña cantidad de solución Na_2CO_3 hasta obtener una pasta líquida, utilizando una barilla de vidrio y una cápsula de porcelana. Luego añada gradualmente la solución remanente de Na_2CO_3 revolviendo cuidadosamente. Guarde la solución en una botella especial para indicador.

PROCEDIMIENTO

1. Muela el suelo para pasar a través de un tamiz de 0.5 mm en mortero de agar y pese en una balanza analítica. El peso de la muestra depende del contenido de humus del suelo que se guarda (Vea página 19, punto 1).
2. Transfiera la muestra pesada en un erlenmeyer de 100 ml y añada 0.5 g de Ag_2SO_4 (use la punta de una espátula).

3. Añada 10 ml de la solución de $K_2Cr_2O_7$, y revuelva el frasco cuidadosamente. Inserte un embudo de 4 cm de diámetro en el cuello del frasco, y coloque sobre una placa caliente o baño de arena.
4. Caliente la suspensión hasta el punto de ebullición y hierva exactamente por 5 minutos (use el cronómetro). Retire el frasco y enfríe inmediatamente en un recipiente con agua corriente. Transfiera el frasco dentro de láminas de asbestos y deje reposar alrededor de 30 minutos.
5. Añada 5 ml de solución de ácido fosfórico. Lave el interior y el sobrefaz del embudo, el cuello y las paredes del matrás erlenmeyer, con 10 ml de agua destilada.
6. Adicione 2 o 3 gotas de ácido phenylanthranílico y mezcle bien.
7. Valore con la solución de la sal de Mohor. La titulación termina cuando una gota de la solución de la sal de Mohor cambia el color de la solución valorada de violeta cereza a verde brillante.
8. Haga la determinación del blanco de la misma manera, que la muestra de suelo pero adicione cristales de cuarzo para asegurar una ebullición estable del líquido y para proteger la descomposición de la mezcla del dicromato.

CALCULO

$$\text{Contenido de C (\%)} = \frac{3 (b - t) f}{w \times \% \text{ suelo secado en estufa}}$$

$$\text{Contenido de humus} = C (\%) \times 1.724$$

b = ml de solución de sal de Mohor usado en la valoración del blanco.

t = ml de solución de sal de Mohor usado en la valoración de la muestra.

w = peso de muestra en gramos.

1 ml de 0.1 N de solución de Mohor = 0.0003 g de C.

f = factor de corrección de la normalidad de la solución de Mohor.

Notas

1. El peso de la muestra para la determinación del carbón depende del contenido de humus esperado en la muestra. El peso de la muestra recomendado es como sigue:

Contenido de humus (%)	Peso muestra (g)
10 - 15	0.05
7 - 10	0.1
4 - 7	0.2
2 - 4	0.3
2	1.0

- Para suelos arenosos con bajo contenido de humus, el peso de la muestra puede ser incrementado a 1 g. Si el contenido de humus es superior al 15%, éste método no arroja resultado confiable porque no es posible oxidar completamente la gran cantidad de carbono orgánico presente.
- El color del líquido después de completar la oxidación debe ser amarillo-anaranjado o marrón verdoso. Un color verdoso del líquido indica un insuficiente agente oxidante y la determinación debe ser repetida con una muestra más pequeña.
- Un resultado confiable se obtiene cuando la valoración no es mayor que 20 ml de 0.1 de solución de sal de mohór. Si no es así, la determinación debe ser repetida con una muestra más pequeña.

DETERMINACION DEL CARBONO TOTAL

(Método de KOSAKA)

PRINCIPIO

Un método rápido y preciso fué desarrollado por KOSAKA y colaboradores (21) y es considerado apropiado para la determinación del carbón orgánico e inorgánico en un corto tiempo.

El principio es modificado del método de combustión húmeda fijado oficialmente por la sociedad científica de Agricultura del Japón.

La muestra es oxidada por $K_2Cr_2O_7$ en una mezcla de H_2SO_4 y H_3PO_4 . El CO_2 desarrollado es medido por absorción en un tubo de absorción lleno con una mezcla de cal y soda cáustica. Luego el contenido de carbón es determinado por el incremento que se produce en el peso del tubo.

Para determinar el contenido de carbonato, el carbonato es removido por ebullición de la muestra de suelo en una solución conteniendo 5% de H_2SO_4 y 5% de $FeSO_4$ previo a la oxidación, así el carbono orgánico es determinado separadamente y el carbono del carbonato es calculado por diferencia.

APARATOS

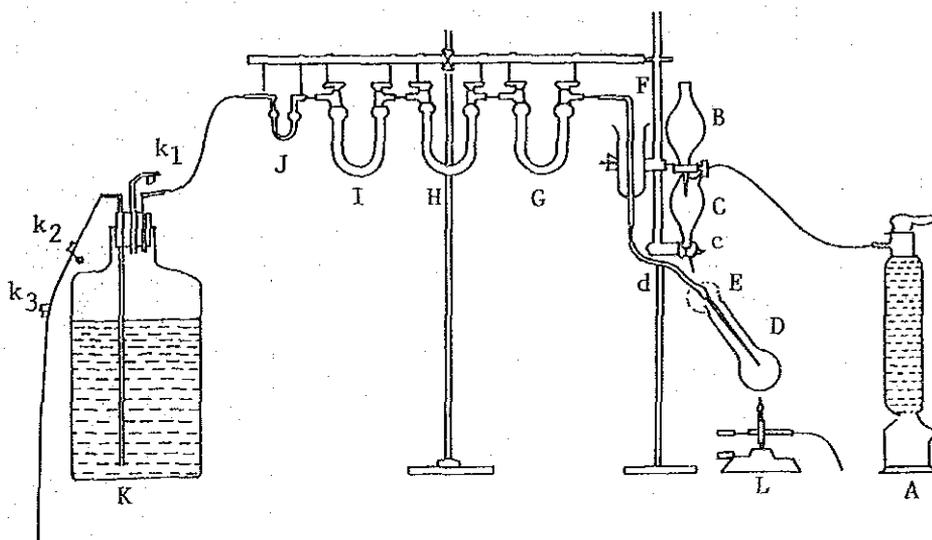


Figura 4. Nuevo aparato para determinación de C del Suelo.

- A. Torre de absorción, 40 cm de altura lleno con una mezcla de cal y soda cáustica para absorber el CO_2 y la humedad del aire exterior.
- a. Tapón de algodón.
- B. Embudo cuentagotas, alrededor de 50 ml.
- b. Tubo de entrada.
- C. Parte glovular, alrededor de 50 ml.
- c. Extremo puntiagudo, alrededor de 25 cm de largo unido por un tapón de goma con la parte de digestión.
- D. Frasco de digestión, 50 ml.
- d. Tubo conducto.
- E. Punto de unión con gancho y resorte.
- e. Reservorio de agua.
- F. Tubo de vidrio de conceción, diámetro exterior 9mm.
- G. Tubo con cloruro de calcio para absorber el agua formada. (Fig. 5)
- H. Tubo con la mezcla de cal y soda cáustica para absorber el CO_2 con una sección final de CaCl_2 para mantener la misma condición del gas a la salida como a la entrada. (Fig. 6).
- I. Tubo de guardia, con CaCl_2 en la primera media sección y mezcla de cal y soda cáustica en la segunda media sección, para proteger el tubo H del CO_2 y de la humedad del aire exterior.
- J. Contador de burbuja, trabaja como un indicador de la velocidad de digestión.
- K. Aspirador lleno con agua. 5 L.
- k. Abrazadera a tornillo para ajustar la corriente de agua a la velocidad de 50 ml por segundo.
- L. Mechero.

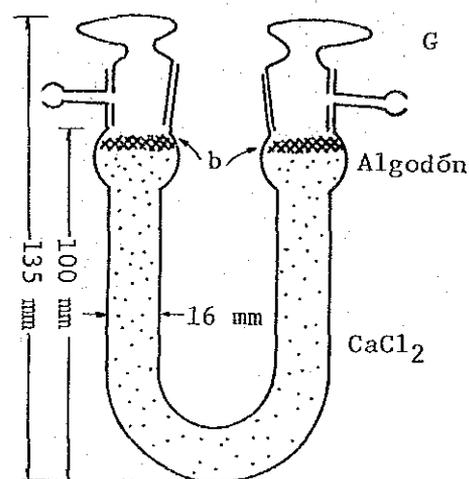


Figura 5. Tubo de CaCl_2

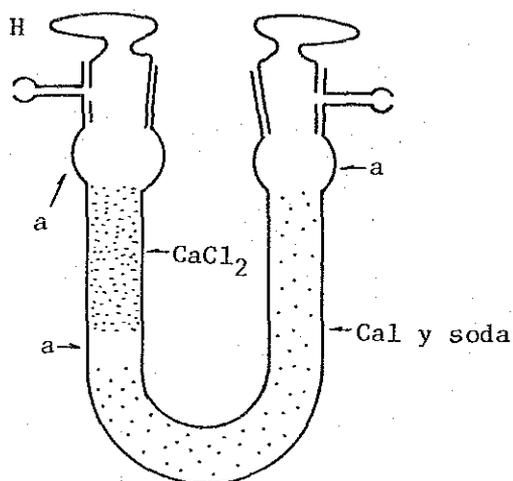


Figura 6. Tubo de cal y soda cáustica.

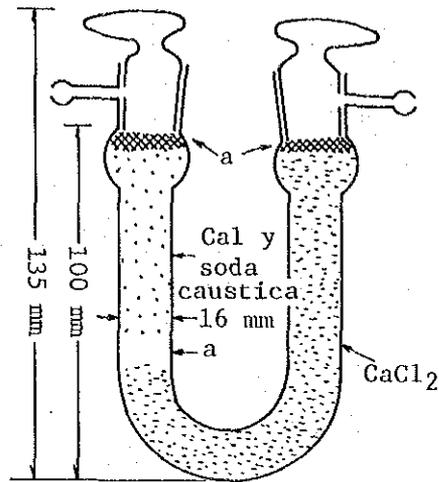


Figura 7. Tubo guardia.

REACTIVOS

1. Dicromato de potasio en polvo.
2. Mezcla ácida.
Mezcle 180 ml de H_2SO_4 concentrado con 120 ml de 85% H_3PO_4 .
3. Acido sulfúrico conteniendo sulfato ferroso.
Añada 5.1 ml de H_2SO_4 concentrado a 43.0 ml de agua destilada. Disuelva 9.1 g de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ en 42.8 ml de agua destilada. Mezcle ambas soluciones.
4. Mezcla acida conteniendo $K_2Cr_2O_7$.
Disuelva 8g de $K_2Cr_2O_7$ en 100 ml de la mezcla ácida preparado en el punto 2.
5. Carbón patrón, 4000 ppm C.
Disuelva 10.0090g de dextrosa en 700 ml de agua destilada en un frasco volumétrico de 1 L, luego enrase con agua destilada.

PROCEDIMIENTO

1. Inspeccione todas las abrazaderas para formar un sistema cerrado.
2. Desconete y limpie el tubo H que contiene la mezcla de cal y soda cáustica usando un pedazo de franela y pese en una balanza de precisión, colóquelo en la serie.
3. Pese 0.1 a 2g de suelo fino (triturado en un mortero de agar que pase a través de un tamiz de 0.1 mm de diámetro), y coloque en el frasco de digestión D (use balanza analítica).

4. Añada 1 a 2 g de $K_2Cr_2O_7$ triturado usando una espátula en el frasco de digestión, lave con 3 ml de agua destilada y conecte el frasco al aparato inmediatamente.
5. Añada 5 ml de la mezcla ácida conteniendo $K_2Cr_2O_7$ preparado en REACTIVOS punto 4, página 22, en el embudo cuenta gotas B, abra las llaves del embudo eventa gotas B, tubo de $CaCl_2$, tubo con la mezcla de cal y soda cáustica y la abrazadera K_1 .
6. Cierre la llave del embudo cuentagotas B inmediatamente después de la adición de la mezcla ácida. Caliente la base del frasco de digestión con el micro-mechero con una llama de aproximadamente 4 cm de largo hasta que el agua en el contador de burbujas se vuelva casi inmóvil (en la mayoría de los casos 10 a 20 minutos de calentamiento es suficiente).
7. Pore la digestión abriendo la abrazadera K_2 y cerrando la abrazadera K_1 , abra la llave en la torre de absorción A. Haga fluir una pequeña corriente de aire libre de CO_2 por 10 minutos a través de todo el aparato. La corriente de aire libre de CO_2 puede ser ajustado mediante la abrazadera K_3 .
8. Cierre la abrazadera K_2 , desconecte el tubo de la mezcla de cal y soda cáustica de la serie, y cierre todas las llaves.
9. Pese la mezcla de cal y soda cáustica después de limpiar con una franela.
10. Determine la muestra patrón antes que las muestras de suelo. Para ella utilice 5 ml de la solución de 4.000 ppm de C, preparado en REACTIVOS punto 5, página 22. Siga el mismo procedimientos indicado para la muestra.
11. Determine el C del carbonato. Para éllo pese 0.1 a 2 g de suelo, coloque en el frasco de digestión D. Añada 3 ml de H_2SO_4 conteniendo $FeSO_4$ preparado en REACTIVOS punto 3, página 22. Hieva por 1 minuto y deje enfriar. Añada 25 ml de la mezcla ácida conteniendo $K_2Cr_2O_7$. Continúe con el mismo procedimiento indicado para la muestra.

CALCULO

$$\text{Carbón total (\%)} = \frac{(B - A) \times 27.3}{C} \times \frac{100}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$$

A = Peso de la mezcla de calcio y soda cáustica antes de absorber el CO_2 .

B = Peso de la mezcla de calcio y soda cáustica después de absorber CO_2 .

C = Peso de la muestra en gramos.

Carbón del carbonato = % carbón total - % carbón después del tratamiento.

Notas

1. La muestra debe ser mezclada antes del pesado y contener de 10 a 30 mg de carbón (PROCEDIMIENTO 3).
2. Si el agua en el contador de burbujas no muestra ningún movimiento podría ser debido a algún estrangulamiento en la serie de tubos U. Es necesario inspeccionar la serie y abrirlo completamente (PROCEDIMIENTO 6).

DETERMINACION DE CARBON Y NITROGENO CON EL ANALIZADOR AUTOMATICO C-N CORDER

PRINCIPIO

El nuevo analizador automático-simultáneo de carbono y nitrógeno ha sido propuesto para la determinación del contenido total de carbono y nitrógeno del suelo, la ventaja de este instrumento es que puede analizar rápida y automáticamente en una misma muestra y simultaneamente el contenido total de carbono y nitrógeno del suelo.

El contenido de C del suelo debe estar dentro de los límites de 1 a 20%. La muestra es pesada y mezclada con 3 g de un oxidante (Co_2O_3 o CuO) con el objeto de completar la combustión y colocado en un depósito de muestra.

El depósito de muestra es instalado en un tubo de combustión y automáticamente calentado sobre los 95°C e incinerado.

El gas de la combustión pasa a través de capas de óxido de cobre lo reduciendo las partículas de cobre a alta temperatura y luego es convertido a bióxido de carbono, agua y nitrógeno libre. El exceso de oxígeno, agua, halógeno y sulfuro producidos en la muestra, son removidos con el cobre reducido, anhídrido y sulfuro. El bióxido de carbono y el nitrógeno son luego arrastrados por un gas transportador (He) dentro de un detector donde son automáticamente registrados.

El ácido hipúrico es usado para las series patrones de 20, 40 y 60 mg las que son tratadas de la misma manera que las muestras de suelo y son equivalentes a 12, 24 y 36 mg de carbón. El contenido de carbón puede ser calculado del pico de la curva patrón.

El instrumento puede ser conseguido en YANAGIMOTO MFG: CO: LTD: Mayores detalles acerca del analizador de carbón-nitrógeno con cronómetro y registro automático, el lector podrá conseguir en el manual de instrucción del fabricante. 1/

1/ YANAGIMOTO C-N CORDER. Manual de instrucción. Publicado por YANAGIMOTO MFG: Co. Ltd., Tokio, Japón.

DETERMINACION DEL NITROGENO ORGANICO POR EL METODO SEMI-MICRO KJELDAHL

PRINCIPIO

La determinación del nitrógeno total del suelo es muy importante para el diagnóstico de la fertilidad y otros estudios de suelo. Su importantísima función y sus efectos sobre las plantas son generalmente muy marcadas y rápidas.

Dos métodos han sido propuestos para la determinación del N-total, el método de KJELDAHL, que es esencialmente un procedimiento de oxidación húmeda y el método de DUMAS, el cual es fundamentalmente una técnica de oxidación seca.

En el método de KJELDAHL el nitrógeno de la muestra es convertido a amonio (NH_4^+) por digestión con H_2SO_4 concentrado conteniendo una mezcla de sal catalizadora, el amonio es determinado a partir de la cantidad de amoniaco liberado por destilación de la muestra.

El método ordinario de Kjeldahl usando solo ácido sulfúrico para completar la digestión toma un tiempo de 3 a 4 horas. El método rápido semi-micro Kjeldahl usando una mezcla de ácido sulfúrico y ácido forfórico (1:2) introducido por HONDA, C(18) es incluido en este manual y toma alrededor de 30 minutos para la digestión completa.

APARATOS

1. Frasco de Kjeldahl, 100 ml.
2. Aparato de digestión semi-micro.
3. Unidad de destilación de Kjeldahl.
4. Bureta de 10 ml, con subdivisiones de 0.02 ml.
5. Pipetas.
6. Balanza analítica.
7. Cronómetro.
8. Probetas.

REACTIVOS

1. Acido sulfúrico concentrado.
2. Mezcla de ácido sulfúrico-fosfórico (1:2).
Mezcle 100 ml de ácido sulfúrico concentrado con 200 ml de H_3PO_4 concentrado.
3. Mezcla de sal-catalizador.
Triture 10 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ y 90 g de K_2SO_4 en una cápsula de porcelana.
4. Cristales de cuarzo.

5. Solución de NaOH, 40%.
Disuelva 450 g de NaOH en 550 ml de agua destilada.
6. Solución indicadora de ácido bórico (9).
Disuelva 20 g de ácido bórico en 700 ml de agua destilada, caliente en baño María hasta los 50 C. Después de enfriar añada 200 ml de ethanol al 95% y 20 ml del indicador mixto.
7. Indicador mixto
Disuelva 0.330 g de bromocresol verde y 0.165 g de rojo de metilo en 500 ml de ethanol. Después de mezclar el contenido del frasco (REACTIVO no 6) añada aproximadamente 0.05N de NaOH hasta un cambio de color de rojo a verde palido. Luego diluya la solución a exactamente 1000 ml con agua destilada y mécle bien.
8. Solución patrón de HCl., 0.02 N
Transfiera 8.7 ml de HCl concentrado (Sp. gr.) en un matríz aforado de 100 ml y diluya hasta la marca con agua destilada. (Esta solución contiene 0.1 N de HCl). Valore con solución patrón de 0.1 N de Na₂CO₃ (1.060 g Na₂CO₃. reactivo puro, es disuelto en 200 ml de agua destilada). Diluya 200 ml de 0.1N HCl a 1000 ml con agua destilada. (solucion 0.02 N de HCl).

PROCEDIMIENTO

Preparación y digestión de la muestra

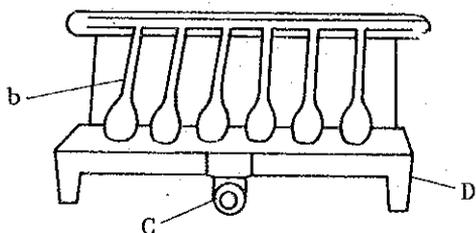


Figura 8. Aparato de digestión Semi-micro Kjeldahl.

1. Pese 0.1 - 0.5g de suelo fino cernido a través de un tamiz de 0.5mm de diámetro (conteniendo 0.3-0.5 mg N) y transfiera a un frasco de kjeldahl de 100 ml.
2. Añada 3g de la mezcla de sal-catalizador y 4 ml de H₂SO₄ concentrado o 4 ml de la mezcla ácido sulfúrico-fosfórico (método rápido) y mezcle cuidadosamente.
3. Coloque el aparato de digestión de Kjeldahl y caliente suavemente por 1 minuto. Controle el espumeo ajustando la calefacción. Después de 1 minuto, continúe hirviendo por 2-7 minutos imprimiendo al matríz movimientos de giro con la mano. -

Continúe la digestión por cerca de 10 minutos. Para H_2SO_2 solo, toma alrededor de 3 horas para la digestión completa.

- Después de la digestión, deje reposar la mezcla y una vez enfriado transfiera a un matríz aforado de 100 ml, arrastrando toda la mezcla con agua destilada, luego enrase hasta la marca con agua destilada. 1/

Destilación del amoniaco sobre ácido bórico y operación del equipo de destilación.

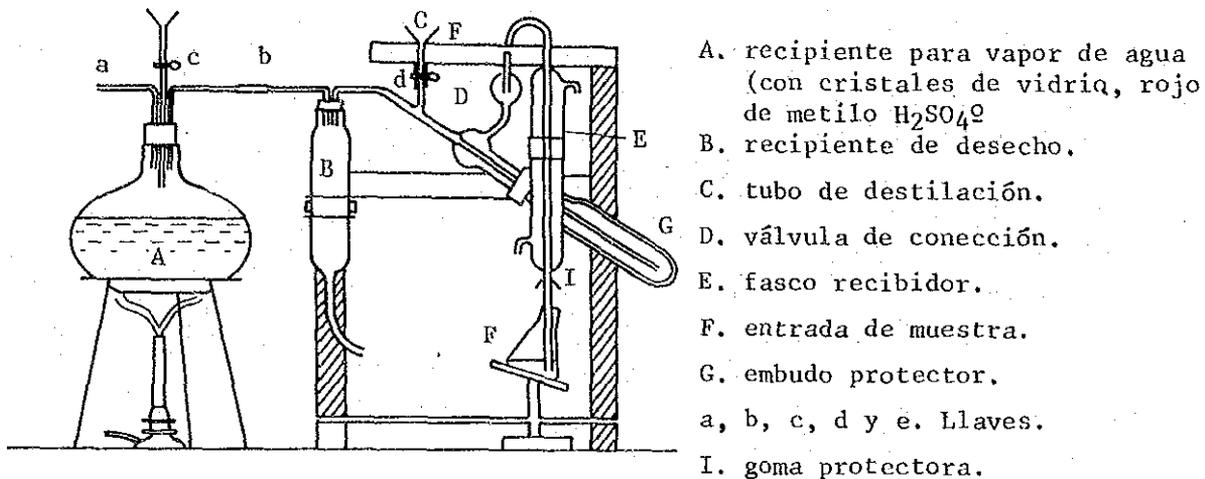


Figura 9. Unidad de destilación de Kjeldahl.

- Encienda el mechero, abra el paso de agua que actúa como refrigerante. Realice esto con la llave (a) abierto, las llaves (b) y (c) cerradas. Deje que hierva el agua.
 - Coloque un frasco erlenmeyer conteniendo 5 ml de ácido bórico indicador (frasco receptor F), bajo el extremo del condensador de la unidad de destilación.
 - Transfiera una alícuota de 20 ml de la muestra al tubo de destilación G abriendo la llave (d). Añada 20 ml de hidróxido de sodio al 40% enjugando con agua.
 - Después abra (b) y cierre la llave (a). Destile alrededor de 6 minutos o basta que se haya destilado unos 35 ml. La velocidad de destilación debe ser ajustada previamente a cerca de 6 ml por minuto. Enjague la punta del condensador con agua destilada.
 - Terminada la destilación abra la llave (a) y cierre la (b). la muestra destilada en C pasa automáticamente a B y se elimina abriendo la llave (c).
- 1/ Si se usa el destilador convencional, después de la digestión deje enfriar, y agregue 10 ml de agua destilada y la muestra ya está preparada para la directa destilación.

Valoración con ácido clorhídrico 0.02 normal.

1. Después de enfriar valore lo destilado con HCl 0,02 N.
2. El punto final de la valoración será momento en que justamente desaparesca el color azul.
3. Haga la determinación de un blanco, siguiendo el mismo proceso que la muestra, utilizando cristales de cuarzo.

CALCULOS

$$\% N = (T - B) \times N \times \frac{1,4}{S}$$

T = ml de HCl gastado en la valoración de la muestra.

B ml de HCl gastado en la valoración del blanco.

N = normalidad del patrón HCl.

S = peso de la muestra en gramos.

Notas

1. Si el contenido de nitrógeno es mayor que 0.5% el peso de la muestra debe ser menor que 0.1 g, en este caso el suelo deberá ser triturado finamente para que a través de un tamiz de 0.15 mm.
2. Para suelos con estiércol o de turba, los cuales pueden contener hasta 3 o 4% N, pueden ser mejor analizados por macrodigestión seguido de destilación semi-micro.
3. El nitrógeno presente como nitrato o nitrito se pierde durante la digestión por conversión a óxido de nitrógeno volátil. Pero la cantidad de nitratos y nitritos en el suelo son usualmente muy pequeños en relación al nitrógeno total por lo que son despreciados en este procedimiento.

DETERMINACION DEL NITROGENO INORGANICO

La forma inorgánica del N en la mayoría de los suelos se presentan en forma de amonio (NH_4) y nitrato (NO_3^-). La cantidad de nitrato es muy pequeña comparada con el amonio o nitrato por lo cual su determinación es frecuentemente omitida.

DETERMINACION DEL AMONIO-NITROGENO

PRINCIPIO

El amonio se encuentra presente fijado en los látices de los minerales silicatos y en los constituyentes orgánicos e inorgánicos del suelo (9). En la práctica estas formas de amonio son convenientemente extraídas con una solución de 1 N de cloruro de potasio a temperatura ambiente y químicamente es definido como amonio fijado.

La extracción puede ser realizada usando muestras frescas con la humedad original o muestras secadas al aire y tamizado con un tamiz de 2.0 mm de diámetro.

APARATOS

1. Balanza, 10 mg de precisión.
2. Frascos erlenmeyer, 300 ml.
3. Agitador recíproco.
4. Embudos de vidrio.
5. Cápsulas de porcelana, 8 cm de diámetro.
6. Estufa.
7. Pipetas volumétricas, 20 ml.
8. Unidad de destilación semi-micro.
9. Buretas.

REACTIVOS

1. Cloruro de potasio, 1N.
Disuelva 74.56 g de cloruro de potasio en 1000cc de agua destilada en un matríz aforado.
2. Suspensión de carbonato de magnesio, 10%.
Ponga 100 g de MgCO_3 en 1000cc de agua destilada y mezcle cuidadosamente.
Añada 3 a 4 gotas de phenolphtaleina.

3. Acido bórico indicador, indicador mixto y solución patrón de 0.02 N de HCl, como se preparó en REACTIVOS, puntos 6-8, página 26.

PROCEDIMIENTO

1. Pese 10 g de suelo con la humedad de campo (o 10 g de suelo secado al aire) sobre un papel parafinado. Transfiera a un erlenmeyer que contiene 25 ml de KCl 1 N, agite durante 30 minutos en un agitador recíproco. Filtre con un filtro de textura fina (Toyo n°6 o Wathman n°2). Determine la humedad en una muestra paralela.
2. Coloque en un erlenmeyer de 100 ml 5 ml de ácido bórico indicador, bajo el pico del condensador de la unidad de destilación. (figura 9, página 27)
3. Tome 20 ml del extracto y deposite en el tubo de destilación, añada 20 ml de $MgCO_3$ y enjuague con agua destilada.
4. Destile por aproximadamente 6 minutos o hasta que se haya destilado 35 ml.
5. Enjuague la punta del condensador con agua destilada. Deje enfriar, y valore lo destilado con 0.02N de HCl. El punto final de la valoración será el momento en que justamente desaparezca el color azul.

CALCULO

$$\text{Amonio disponible (mg N/100 gr de suelo seco)} = (T - B) \cdot 0.28 \times \frac{100}{S}$$

T = ml de 0.02 N de HCl gastado con la muestra.

B = ml de 0.02 N de HCl gastado con el blanco.

S = peso seco de la muestra.

DETERMINACION DE NITRATO-NITROGENO

PRINCIPIO

El nitrato es extraído del suelo con una solución normal de $CuSO_4$, luego es determinado por el método del ácido fenoldisulfónico. Este método depende de la reacción entre el nitrato y el ácido fenoldisulfónico en ausencia de agua.

En este procedimiento, una alícuota del extracto es evaporada hasta sequedad después de la adición de $CaCO_3$. El precipitado de nitratos después de la evaporación es tratado con ácido fenol-disulfónico, y subsecuentemente alcalinizado con NH_4OH para desarrollar el color amarillo.

El color amarillo de la solución puede ser determinado usando el espectrofotómetro con longitud de ondas de 410 micras.

Para eludir la interferencia de Cl^- , se utiliza polvo de Ag_2SO_4 , y el exceso de Ag^+ es precipitado con $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y MgCO_3 .

APARATOS

1. Balanza, 10 mg de precisión.
2. Frascos erlenmeyer, 500ml.
3. Agitador recíproco.
4. Embudos de vidrio.
5. Cápsulas de porcelana, 8 cm de diámetro.
6. Baño María.
7. Matraces aforados, 100 ml.
8. Calorímetro.

REACTIVOS

1. Solución extractante.

Mezcle 100 ml de una solución normal de CuSO_4 (12.5 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ es disuelto en 100 ml de agua destilada) con 500 ml de una solución 0.6% de AgSO_4 (0.3 g AgSO_4 es disuelto en 500 ml de agua destilada). Diluya a 5 L con agua destilada.

2. Acido fenol disulfónico

Disuelva 25 g de fenol puro blanco en 150 ml de H_2SO_4 concentrado en un frasco erlenmeyer de 500 ml. Añada 75 ml de ácido sulfúrico fumante (13% SO_3), mezcle la solución, luego coloque el frasco flojamente tapado en agua hirviendo por dos horas.

Alternativamente, disuelva 25 g de phenol puro blanco en 225 ml de H_2SO_4 concentrado y caliente la solución en un frasco flojamente tapado en agua hirviendo por 6 horas. Guarde el producto en una botella de color ambar y tapa de vidrio.

3. Solución de amonio 1:1

Diluya 500 ml de agua de amonio concentrado con 500 ml de agua destilada.

4. Solución patrón de nitrato, 100 ppm NO_3^- .

Disuelva 0.722 g de KNO_3 en agua destilada y diluya la solución a exactamente 1 L en un matríz aforado.

5. Mezcla de polvo de Ca(OH)_2 y MgCO_3
Mezcle 20 g de Ca(OH)_2 con 20 g de MgCO_3 finamente triturado.

PROCEDIMIENTO

1. Pese 20 g de muestra de suelo recientemente extraído en frasco erlenmeyer de 500 ml conteniendo 100 ml de solución extractante. Añada 0.7 g de mezcla de Ca(OH)_2 y MgCO_3 y tape con un tapón de goma.
2. Agite por 10 minutos en un agitador recíproco. Deje que se asiente la solución por unos minutos, decante y filtre el líquido flotante a través de un filtro de textura fina (Toyo nº 6).
3. Tome una alícuota de 25 ml del extracto en una cápsula de porcelana de 8 cm. Evapore a sequedad en baño María.
4. Después de enfriar añada 2 ml de ácido fenol disulfónico con una pipeta de entrega rápida. Aplique movimiento de giro a la cápsula de manera que el ácido fenol disulfónico entre enteramente en contacto con el residuo. Deje en reposo por 10 minutos.
5. Añada 15 ml de agua destilada y revuelva con una varilla de vidrio hasta que se disuelva el residuo. Luego añada lentamente solución de NH_4OH , con una bureta dispensadora y agitando la solución hasta que la misma tenga una reacción suavemente alcalina (indicado por el desarrollo de un color amarillo). Añada 2 ml más para asegurar un exceso de éste reactivo.
6. Transfiera cuantitativamente la solución en un matríz aforado de 100 ml y diluya hasta la marca con agua destilada.
7. Para la curva patrón, tome 10 ml de 100 ppm de NO_3^- y transfiera a una cápsula de evaporación. Continúe el tratamiento con PROCEDIMIENTOS puntos 3-5. Transfiera la solución en matraces aforados de 100cc y diluya hasta la marca con agua destilada. (Esta solución contiene 10 ppm de NO_3^-). De esta solución transfiera en matraces aforados de 100 ml las siguientes alícuotas: 1, 2, 3, 4, 5, 10 ml y diluya hasta la marca.
8. Mida la absorbancia del blanco con una longitud de ondas de 410 milimicrones, conteniendo la misma cantidad de reactivo que las muestras.
9. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus la concentración y lea la concentración de las muestras a partir de la curva patrón.

CALCULO

$$\text{Contenido de nitrato (mg NO}_3\text{-N/100g de suelo seco)} = 0.4A \times \frac{100}{20 - M} M$$

donde A = ppm NO₃-N obtenido de la curva patrón.

M = ml de humedad obtenido de 20 gr de suelo fresco.

Notas

1. Realice la evaporacion en una atmosfera libre de vapor de ácido nítrico y no continúe con la evaporacion mas allá del punto de sequedad.
2. Es recomendable realizar el análisis inmediatamente después del muestreo de suelo hasta finalizar. Si no se puede el extracto debe ser guardado en heladera o en congelador.

DETERMINACION DEL AMONIO Y NITRATO CAMBLABLE POR EL METODO DE MICRODIFUSION DE CONWAY

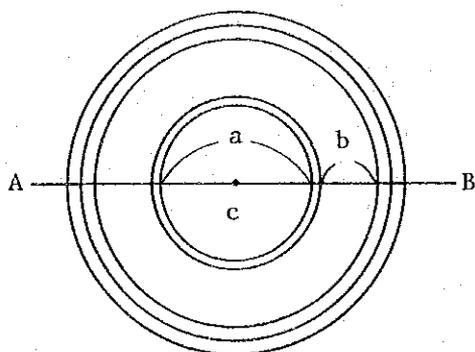
PRINCIPIO

El método de microdifusión presentando por CONWAY, 1947 (9), fué desarrollado para la determinación de amonio y nitratos en extractos que contienen sustancias que interfieren con el método calorimétrico y destilación-alkalina. El método de CONWAY es un método simple, adecuado para análisis de rutina y ademas tiene un alto grado de precisión.

El extracto de suelo obtenido con el procedimiento mencionado en la página 30, son puestos dentro de la cámara externa de las unidades de microdifusión de CONWAY: El contenido de NH₄-N en el extracto de suelo es determinado del NH₃ liberado por el tratamiento de la muestra con MgO. El nitrato-nitrógeno es determinado del NH₃ liberado por MgO después de la adición de Devarda-Alloy para reducir nitrato a amonio (9).

El NH₃ liberado es absorbido por la solución de H₃BO₃ indicador y es determinado por valoración de esta solución con HCl 0.02 N.

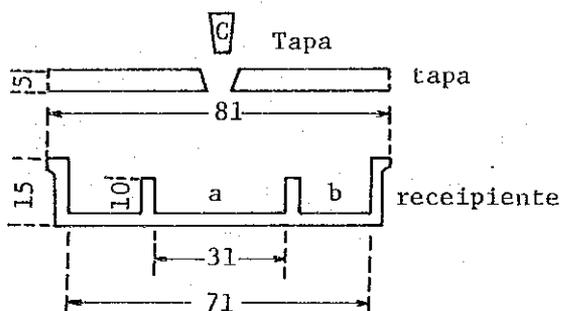
APARATOS



1. Unidad de microdifusión de Conway descritos por Bremner y Shaw (9). Figura (10).
2. Pipetas volumétricas.
3. Buretas automáticas, 20 ml.

Nota:

- a. espacio interior.
- b. espacio exterior.
- c. tapa de goma.



Sección vertical sobre la línea A-B.

Figura 10. Plan y sección de la unidad de microdifusión.

REACTIVOS

1. Oxido de magnesio, 10%.

Disuelva 50 g de magnesio en 500 ml de agua destilada.

2. Acido bórico indicador.

Prepare este reactivo como se describió en la página 26.

3. Suspensión Devarda-Alloy: Pese 1.500 mg de Devarda-Alloy en un recipiente adecuado y mezcle bien. Este reactivo debe ser preparado inmediatamente antes de usar.

4. Goma arábica.

Mezcle gradualmente 40 g de goma arábica en polvo y 60 ml de agua en una cápsula de porcelana con una varilla de vidrio. Añada gradualmente 20 ml de glicerol y 20 ml de una solución saturada de K_2CO_3 que ha sido hervido (para remover el amonio) y mezcle bien usando una varilla de vidrio. Centrifugue para remover espumas y cualquier otro material no disuelto. Decante el líquido

flotante y guarde en una pequeña botella de vidrio equipado con un pequeño pincel.

5. Acido clorhídrico (0.005 N). Diluya 50 ml 0.1 N a 1000 ml con agua destilada (vea preparación de HCL 0.1 N en REACTIVOS puntos, página 16)
6. Patrón amonio + nitrado-N solución:
Usado para el análisis de recuperación (vea nota 2). Disuelva 0.0944 g de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ y 0.1444 g de KNO_3 en agua destilada. Diluya la solución hasta un volumen de 2000 ml en un matríz aforado y mezcle bien la solución. Si es usado un reactivo puro y seco, ésta solución contiene 10mg de amonio-N y 10mg de nitrato-N por ml. Guarde la solución en una heladera.

PROCEDIMIENTO

1. Añada 1 ml de solución de H_3BO_3 indicador en la cámara interior.
2. Aplique una fina capa de goma arábica fijador entos bordes del anillo exterior de la unidad de microdifusión, por medio de un pequeño pincel.
3. Adicione una alícuota de 6 ml del extracto de suelo preparado en el PROCEDIMIENTO de la página 30, en la cámara externa de la unidad y cierre el agujero de la tapa de la unidad con un tapón de goma.
4. Adicione aproximadamente 3 ml de suspensión de MgO en la cámara exterior de la unidad usando una pipeta de descarga rápida, e inmediatamente coloque la tapa sobre la unidad y presiónelo firmemente hacia abajo con los pulgares.
5. Después de sellar la tapa firmemente a la unidad, mezcle cuidadosamente el contenido exterior de la cámara resbalando la unidad sobre la mesa con movimientos circulares y deje reposar por 24 horas a la temperatura ambiente.
6. Después de completar la difusión del amoniaco en H_3BO_3 , remueva el tapón de goma de la tapa y cuidadosamente haga resbalar la tapa de la unidad.
7. Retire la tapa y añada 1 ml de agua en la cámara central y valore el contenido de amonio-N en el H_3BO_3 con 0.005 N de HCl, hasta que el color de la solución del ácido bórico cambie de verde a un permanente rojo pálido. Use una fina varilla de vidrio para revolver la solución.
8. Proceda con la determinación del blanco en cada serie de análisis.
9. Si se determina $\text{NO}_3\text{-N}$ se lleva a cabo otra serie de análisis como se describió anteriormente, pero antes de la adición de la solución de MgO se añade 1 ml de solución Devarda-Alloy en la cámara exterior de la unidad.

10. Mezcle cuidadosamente resbalando el contenido con un movimiento circular y continúe el procedimiento como en la sección precedente.

CALCULO

Amonio-nitrógeno (mg N/100 g suelo secado en estufa) =

$$\frac{3.500 (t - b^1) - (T - b)}{6 \times \% \text{ muestra secada en estufa}} \quad 1)$$

$$\frac{7(t - b^1) - (T - b)}{6} \times \frac{100 + M}{20 - M} \quad 2)$$

Nitrato-nitrógeno

$$\frac{3.500 (T - b) - (t - b^1)}{6 \times \% \text{ muestra secada en estufa}} \quad 1)$$

$$\frac{7(T - b) - (t - b^1)}{6} \times \frac{100 + M}{20 - M} \quad 2)$$

donde T = ml 0.005 N HCl utilizado en la valoración.

t = ml 0.005 N HCl utilizado en la valoración sobre el Devarda-Alloy.

M = ml de humedad obtenido de 20 g de suelo húmedo o fresco.

b = ml 0.005 N de HCl usado en la valoración del blanco.

b¹ = ml 0.005 N de HCl usado para la valoración del blanco sobre Devarda - Alloy.

Notas

1. Para conseguir condiciones óptimas y completar la difusión del amonio dentro del ácido bórico, la unidad de microdifusión es colocada en una cámara a temperature constante a 25°C por un período requerido (9), ej:

24 horas para 1 a 2 ml de alícuota.

30 horas para 3 a 4 ml de alícuota.

44 horas para 5 a 6 ml de alícuota.

1) Método de cálculo si es utilizado suelo fino seco.

2) Método de cálculo si es utilizado suelo fresco con la humedad de campo.

2. Test de recuperación

Conduja una serie de determinaciones usando 2 ml, 4 ml, 6 ml, y 8 ml de solución standard preparado en REACTIVOS de la página 35, diluya cada solución a 8 ml con agua destilada y determine en amonio-N y nitrato-N recuperado por éste método.

3. La unidad modificada de microdifusión descrito en éste procedimiento son aplicables para los extractos de suelo hasta los 8 ml.

DETERMINACION DEL FOSFORO

El fósforo es uno de los macronutrientes que es importante para el crecimiento de las plantas. Como factor limitante el fósforo es más importante que el potasio. Sin embargo, solo una pequeña parte del fósforo del suelo está disponible para las plantas.

Muchos métodos, diferentes en el uso de la solución extractante, se utilizan para caracterizar el fósforo del suelo. Entre estos, cinco extractantes han sido seleccionados para incluir en este manual. El primero es una solución debilmente alcalina de bicarbonato de sodio (método de Olsen), el segundo es una mezcla de una solución de fluoruro de amonio y ácido clorhídrico (método de Bray), el tercero una solución diluída de ácido sulfúrico (método de Truog), el cuarto una mezcla diluida de ácido clorhídrico y ácido sulfúrico (método de Carolina del Norte) y el quinto es acetato de amonio pH 4.5 (método de Morgan-Venema).

DETERMINACION DEL FOSFORO TOTAL

La determinación del fósforo total es importante para caracterizar el contenido total del elemento fósforo en silicatos y otros sólidos del suelo.

La digestión con ácido perclórico y la determinación del fósforo por el método amarillo Vanadomolibdofosfórico ha sido seleccionado en este procedimiento por su simplicidad y conveniencia. La alícuota también puede ser utilizada para análisis del contenido total de azufre (vea página 89). En primer lugar, la muestra es calentada con HNO_3 concentrado especialmente en aquellos suelos con alto tenor de materia orgánica. Luego se continúa la digestión con HClO_4 concentrado y HCl . El contenido de $\text{PO}_4^{=}$ en la solución digerida es determinado por el método amarillo del complejo Vanadomolibdofosfórico.

El ión $\text{PO}_4^{=}$ con el vanado-molibdato en una solución ácida de 2 normal de ácido nítrico desarrolla un color amarillo del complejo Vanadomolibdofosfórico cuya absorbancia puede ser medida espectrofotométricamente.

APARATOS

1. Frascos de Kjeldahl, 100 ml.
2. Aparato eléctrico de digestión con control de temperatura.
3. Pipetas especiales, con succionador de goma.

4. Embudos con papel de filtro de textura fina.
5. Pipetas volumétricas.
6. Tubos graduados, 20 ml.
7. Frascos volumétricos, 200 ml.
8. Espectrofotómetro.

REACTIVOS

1. Solución concentrada de HClO_4 , HNO_3 y HCl .
2. Solución de molibdato-vanadato.
Disuelva 2.5 g de molibdato de amonio $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 50 ml de agua destilada. Disuelva 0.125 g de vanadato de amonio (NH_4VO_3) en 50 ml de 1 N de HNO_3 . Mezcle volúmenes iguales de ambas soluciones y prepare soluciones frescas cada semana.
3. HNO_3 , 2 N.
Diluya 10 ml de HNO_3 concentrado a 80 ml con agua destilada.
4. Solución patrón, 250 ppm P y 20 ppm de P.
Disuelva 0.1098 g de KH_2PO_4 en agua destilada y diluya a 100 ml con agua destilada. Esta solución contiene 250 ppm de P. Coloque 2.0 ml de esta solución en un matríz aforado de 25 ml y diluya hasta la marca con agua destilada. Esta solución contiene 20 ppm de P.

PROCEDIMIENTO

1. Pese 2 g de muestra de suelo (cernido a través de un tamiz de 0.5 mm de diámetro), transfiera en un matríz de Kjeldahl de 100 ml. Añada 6 ml de HNO_3 concentrado, agite suavemente y caliente en el aparato de digestión. Mantenga la temperatura por debajo de 80°C . Agregue un frasco de Kjeldahl que contenga 2.0 g de cuarzo como para la determinación del blanco.
2. Después que desaparezca los gases NO_2 y enfríe el frasco añada 6 ml de HClO_4 concentrado, aumente la temperatura del calentador a 120°C y agite ocasionalmente el frasco hasta obtener una solución clara.
3. Después de enfriar, añada 1 ml de ácido clorhídrico concentrado, caliente alrededor de 20 minutos y deje enfriar.
4. Después de enfriar, enjuague el cuello del frasco con agua y filtre la alícuota en un frasco de 100 ml, lave varias veces con agua destilada, diluya

hasta la marca con agua destilada y agite cuidadosamente. La alícuota puede ser utilizada para la determinación de azufre soluble en HClO_4 (vea página 89).

5. Tome una alícuota de 1 ml y transfiera en un tubo graduado de 20 ml, añada 5 ml de 2 N de HNO_3 y diluya a 15 ml con agua destilada. Añada 2 ml de la solución molibdato vanadato y diluya a 20 ml con agua destilada. Agite y deje reposar el tubo por 20 minutos. Mida la absorbancia de luz a 420 milimicrones de longitud de ondas versus el blanco conteniendo la misma cantidad de reactivos.
6. De la solución patrón de 20 ppm de P, transfiera en tubos graduados de 20 ml, las siguientes alícuotas 2, 5, 10 y 15 ml. Añada 1 ml de la "Solución Blanco" y continúe el tratamiento como se mencionó en el párrafo anterior punto 5.
7. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus la concentración y lea la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

CALCULOS

$$\text{Fósforo total (\% P)} = \frac{10A}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm de fósforo obtenido a partir de la curva patrón.

Notas

1. Tome una alícuota conveniente para conseguir una lectura apropiada. Haga diluciones si es necesario.
2. El método Vanadomolibdofosfórico tiene una sensibilidad de 1 a 20 ppm. El color es estable, libre de interferencias por parte de un gran número de especies iónicas hasta concentraciones de 1000 ppm y adaptables a los sistemas de HNO_3 , HCl , H_2SO_4 o HClO_4 .

DETERMINACION DEL FOSFORO SOLUBLE EN BICARBONATO DE SODIO 0.5 M (METODO DE OLSEN)

Este método es el más efectivo para suelos con altas capacidades de cambio o carbonato libre en donde predominan las formas P-Ca. La solución puede reprimir la concentración de calcio en el suelo a través de la precipitación en forma de CaCO_3 y del Al^{+++} y Fe^{+++} en forma de hidróxidos.

De este modo es incrementado la concentración del ión fosfato y el fosfato "disponible" puede ser extraído agitando la muestra de suelo en una solución alcalina de bicarbonato de sodio y filtrando.

Para evitar la interferencia de color debido a la materia orgánica disuelta en el extractante debe ser utilizado carbón activado libre de fosfatos como absorbente.

El contenido de fosfato en la alícuota es determinado por el método modificado de molibdeno azul. Este procedimiento en el cual la formación y reducción del ácido fosfomolibdico es llevado a cabo mediante una solución de molibdato ácido, tiene un número de ventajas sobre métodos que utilizan cloruro estannoso. En particular, el color del molibdeno azul es estable por un largo período y la corrección del error de la sal es mucho menor. Además este método es muy sensitivo y puede ser usado para determinaciones de fósforo de hasta los 0.05 ppm.

Antes de la coloración, debe ser acidificado para expeler las burbujas de dióxido de carbono el cual puede interferir en la determinación calorimétrica.

APARATOS

1. Balanza con 10 mg de precisión.
2. Agitador recíproco.
3. Frasco erlenmeyer con tapón de goma.
4. Pipetas volumétricas.
5. Embudos con papel de filtro de poro fino. Toyo n° 6 o Whatman n° 42.
6. Tubos graduados de 50 ml.
7. Espectrofotómetro.

REACTIVOS

1. Solución extractante, 0.5 M de NaHCO_3 pH 8.5.
Disuelva 42 g de NaHCO_3 en un litro de agua destilada, ajuste la solución a pH 8.5 con NaOH 5 N (ordinariamente se necesita alrededor de 4.5 ml de la solución NaOH 5 N).
2. Carbón activado, purificado.
Agite la solución stock de carbón con la solución extractante, filtre y lave varias veces con agua destilada. Seque al horno y triture. Analice el polvo para establecer la ausencia de fósforo por el mismo método reseñado en éste procedimiento.

3. Acido sulfúrico 5 N.
Diluya 70 ml de H_2SO_4 concentrado en 500 ml de agua destilada.
4. Molibdato de amonio.
Disuelva 20 g de $(NH_4)_6 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ en agua destilada y diluya a 500 ml.
Guarde la solución en una botella de vidrio Pyrex.
5. Acido ascórbico (0.1 M).
Disuelva 1.32 g de $C_6H_8O_6$ en 75 ml de agua destilada. Esta solución debe ser preparada todos los días debido a que el ácido ascórbico es fácilmente oxidado.
6. Tartrato de potasio antimónico (1 mg Sb/ml).
Disuelva 0.2743 g de $COOKCH(OH)CH(OH)COO(SbO) \cdot 1/2 H_2O$ en agua destilada y diluya a 100 ml.
7. Reactivo mixto.
Mezcle cuidadosamente 125 ml de H_2SO_4 5 N y 37.5 ml de molibdato de amonio. Agregue 75 ml de la solución de ácido ascórbico y 12,5 ml de la solución $COOKCH(OH)CH(OH)COO(SbO) \cdot 1/2 H_2O$. Este reactivo debe prepararse solamente lo necesario y no debe ser utilizado más de 24 horas.
8. Acido sulfúrico 1.12 N.
Diluya 30 ml de H_2SO_4 concentrado hasta 1 L con agua destilada.
9. Solución patrón de P, 250 ppm P, 20 ppm P como se indicó en REACTIVOS punto 4 página 38.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 2.5 g de suelo secado al aire (cernido a través de un tamiz de 2 mm de diámetro) en un erlenmeyer de 100 ml conteniendo 50 ml de solución extractante y una punta de espátula de carbón activo. Agite mecánicamente durante 30 minutos.
2. Después de agitar, filtre la suspensión a través de un papel de filtro de poro fino (desprecie la primera parte del filtrado y guarde el filtrado claro).
3. Transfiera una alícuota de 10 ml del filtrado claro en un matríz aforado de 50 ml. Reduzca el pH a un valor de 4-5, lo que se conseguirá con la adición de 5 ml de H_2SO_4 1.12 N.
4. Agregue 8 ml del reactivo mixto, mézclelo bien y diluya a 50 ml.

5. Después de 5 minutos lea la absorbancia o la transmitancia de luz a 888 milimicrones. El color es estable hasta 24 horas.
6. Transfiera en matraces aforados de 50 ml las siguientes alícuotas 0, 0.5, 1.0, 2.0, 8.0 ml de una solución de 20 ppm de P, como se indicó en REACTIVOS punto 4, pagina 38. Añada una cantidad de NaHCO_3 igual a la alícuota utilizada para la determinación del P en la muestra. Siga el mismo procedimiento utilizado para la muestra.
7. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus concentración y lea la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

CALCULO

$$\text{ppm de P en el suelo} = \text{ppm en la disolución} \times \frac{50}{10} \times \frac{50}{2.5}$$

donde:

50 = Volumen total de la disolución ensayada, ml.

10 = Volumen de la alícuota extraída para el desarrollo del color, ml.

50 = Volumen del extractante utilizado para la extracción, ml.

2.5 = Peso de la muestra, g.

Notas

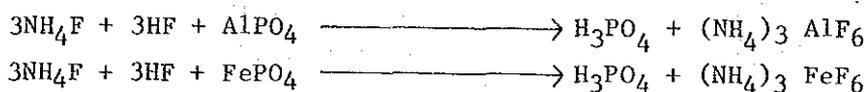
1. Si el color es muy fuerte o muy débil, tome alícuotas hasta obtener una lectura apropiada.

DETERMINACION DEL FOSFORO SOLUBLE (BRAY I y II)

PRINCIPIO

Este método es adecuado para suelo con baja a media capacidad de cambio y en climas húmedo y sub-húmedo. Aunque tolera pequeñas cantidades de P generalmente no es recomendable para suelo arcilloso o con carbonato libre.

El ión F^- tiene la propiedad de formar complejos con los iones Al^{+++} y Fe^{+++} , con la consecuente liberación del fósforo retenido en los suelos por estos cationes trivalentes. La reacción puede presentarse en disolución ácida de la siguiente forma (19).



La solución de NH_4F ha sido introducida por BRAY y KURTZ como el extractante para el índice de fósforo disponible en los suelos. El extractante ha sido ampliamente utilizado en la mayoría de los tipos de suelos, y han dado resultados que se correlacionan con la respuesta de los cultivos a la fertilización fosfatada.

Se dividen en dos de acuerdo a la acidez el extractante de 0.03 N NH_4F en 0.025 N HCl conocido como BRAY I y 0.03 N NH_4F en 0.10 N HCl como BRAY II.

Se afirma que BRAY I remueve el fósforo adsorbido y que BRAY II remueve ambos fósforo adsorbido y el fósforo soluble en ácido (19).

El contenido de fósforo en la alícuota es convenientemente determinado por el método modificado de molibdeno azul, descrito anteriormente en el método de OLSEN, página 40.

APARATOS

Aparato adecuado para la determinación de fósforo disponible como ya se mencionó en la página 40.

REACTIVOS

1. Solución N de fluoruro de amonio.

Disuelva 37.04 g de NH_4F en agua destilada, luego diluya a 1000 ml, guarde en una botella de plástico.

2. Solución de ácido clorhídrico, 5 N.

Diluya 202 ml de HCl concentrado a un volumen de 500 ml usando agua destilada.

3. Solución extractante (Bray N° 1).
Diluya 30.0 ml de NH_4F y 5.0 ml de HCL 5 N a 1 L utilizando agua destilada.
4. Solución extractante (Bray N° 2).
Diluya 30 ml de NH_4F 1 N y 20 ml de HCL 5 N a 1 L usando agua destilada.
5. Acido bórico 0.8 M.
Disuelva 49.5 g de ácido bórico en un poco de agua destilada. Caliente hasta los 50°C , lleve a 1000 ml.
6. Los mismos reactivos expuestos en los puntos 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 9 en el método de OLSEN página 41.

PROCEDIMIENTO

1. Pese 2.85 g de suelo triturado y cernido sobre un papel parafinado y deposite dentro de un frasco erlenmeyer que contenga 20 ml de solución extractante. Tapone el frasco con un tapón de goma. Agite exactamente 1 minuto y filtre a través de un filtro de poro fino (TOYO N° 6 o WHATMAN N° 2). El filtrado debe ser claro, de no ser así, la disolución se revierte rápidamente a través del mismo filtro.
2. Al mismo tiempo, pese 10g de la muestra de suelo húmedo o fresco sobre un papel parafinado. Deposite en un frasco apropiado para secar muestra y sométalo a 105°C durante 24 horas en una estufa. Después de alcanzar un peso constante, vuelva a pesar la muestra y calcule el contenido de humedad.
3. Transfiera una alícuota de 10 ml en un matrás aforado de 50 ml. Añada 15 ml de ácido bórico y mezcle bien. Adicione 8 ml del reactivo mixto como se indicó en el punto 7, página 41, del método de OLSEN; diluya a 50 ml con agua destilada y mezcle bien.
4. Después de 5 minutos lea la absorbancia de luz a 888 milimicrones.
5. De la solución patrón de 20 ppm de P preparado en REACTIVOS punto 4, página 38, tome las siguientes alícuotas 0, 2, 5, 10 ml y transfiera en matraces aforados de 50 ml. Añada a cada matrás 15 ml de ácido bórico. Añada 8 ml del reactivo mixto, diluya a 50 ml y mezcle bien. Lea la absorbancia de estas soluciones.
6. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus la concentración y mida la concentración de P en la disolución ensayada a partir de la curva patrón.

CALCULO

$$\text{ppm de P en el suelo} = \text{ppm en la disolución} \times \frac{50}{10} \times \frac{20}{2.85}$$

donde:

50 = Volumen total de la disolución, ml.

10 = Volumen de alícuota extraída para desarrollo del color, ml.

20 = Volumen del extractante utilizado para la extracción, ml.

2.85 = Peso de la muestra, g.

DETERMINACION DEL FOSFORO SOLUBLE EN H₂SO₄ 0.002 N (METODO DE TRUOG)

PRINCIPIO

La solución extractante de H₂SO₄ 0.002 N sigue siendo ampliamente utilizado para caracterizar el fósforo disponible del suelo. Este método arroja buenos resultados con suelos de poca capacidad de cambio y pequeña cantidad de P-Ca. Los suelos con capacidades de cambio grande y alto porcentaje de saturación de bases o carbonato libre, no dan buenas correlaciones. Los suelos con óxido de hierro y arcilla dan valores bajos ya que también neutralizan parte de la acidez.

En éste método el fósforo disponible es extraído agitando la muestra de suelo con la solución diluída de H₂SO₄ y filtrando. El contenido de fósforo en la alícuota es luego determinado por el método modificado de molibdeno azul.

APARATOS

Aparatos y materiales de vidrio apropiados para la determinación de fósforo disponible mencionados en la página 40.

REACTIVOS

1. Solución extractante (H₂SO₄ 0.002 N pH.3).
Prepare una disolución almacén de H₂SO₄ extractante 0.1 N por valoración con un alcali patrón. Diluya un volumen adecuado de esta disolución para formar otra de 0.002 N y regula el pH adicionando 3 g de (NH₄)₂SO₄ o K₂SO₄ por litro para obtener un pH.3 en la disolución final.
2. Los mismos reactivos expuestos en los puntos 3, 4, 5, 6, 7, 8, y 9 en el método de OLSEN; página 38.

PROCEDIMIENTO

1. Pese 1 g de suelo seco en un frasco erlenmeyer de 500 ml que contenga 200 ml de solución extractante. Tape el frasco con un tapón de goma. Agite la suspensión durante 30 minutos en un agitador recíproco.
2. Filtre inmediatamente la suspensión de suelo a través de un filtro de poro fino (TOYO N° 6 o WHATMAN N° 2 libre de fósforo. Desprecie las primeras gotas del filtrado y guarde el filtrado claro.
3. Transfiera una alícuota de 50 ml del filtrado transparente en un matríz aforado de 100 cc. Añada 8 ml de reactivo mixto como se indicó en el punto 7, página 41 del método de OLSEN y diluya a 100 ml con agua destilada y mezcle bien.
4. Después de 5 minutos lea la absorbancia de luz a 888 milimicrones.
5. De la solución patrón de 20 ppm preparado en REACTIVOS punto 4 página 38, tome las siguientes alícuotas 0, 4, 10 y 20 ml y transfiera en matraces aforados de 100 cc. Añada 50 cc del extractante H_2SO_4 a cada matríz. Adicione 8 ml del reactivo mixto, diluya a 100 ml y mezcle bien. Lea la absorbancia de estas soluciones.
6. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus la concentración y mida la concentración de P en la disolución ensayada a partir de la curva patrón.

CALCULO

$$\text{ppm ppm de P en el suelo} = \text{ppm de P en la disolución} \times \frac{100}{50} \times \frac{200}{1}$$

donde:

100 = Volumen total de la disolución ensayada, ml.

50 = Volumen de alícuota extraída para desarrollo de color, ml.

200 = Volumen total de extractante utilizado.

1 = Peso de la muestra, g.

DETERMINACION DEL FOSFORO EN ACIDO CLORHIDRICO Y SULFURICO DILUIDO

PRINCIPIO

Un método ampliamente utilizado para medir el fósforo disponible en los suelos ácidos y neutros es el método conocido con el nombre de CAROLINA DEL NORTE y que utiliza como extractante una mezcla formada por ácido clorhídrico y sulfúrico diluido.

En este procedimiento el fósforo es extraído agitando la muestra de suelo con la mezcla de ácido diluido y filtrando. El contenido de fósforo en la alícuota, obtenida después de la extracción, es determinado por el método del color amarillo del complejo vanadomolibdofósforico descrito en la página 38.

APARATOS

A paratos adecuados y materiales de vidrio para determinar fósforo como ya se mencionó en la página 40.

REACTIVOS

1. Una mezcla diluida de 0.05 N HCl y 0.025 N H₂SO₄. Añada 1.2 ml de H₂SO₄ concentrado y 7.3 ml de HCl concentrado a 1.5 L de agua destilada.
2. Molibdato-vanadato y solución patrón de fósforo como se preparó en la página 38.
3. Carbón activado, libre de fósforo.

PROCEDIMIENTO

1. Pese 5 g de suelo secado al aire tamizado y cernido a través de un tamiz de 2.0 mm. Transfiera en un frasco erlenmeyer de 50 ml conteniendo 20 ml de solución extractante. Añada 0.25 g de carbón activado. Tres frascos erlenmeyer que contienen 0.25 g de carbón activado son utilizados como blanco.
2. Agite la suspensión por 5 minutos y filtre a través de un filtro de textura fina (TOYO N° 6 o WHATMAN N° 2). Determine el fósforo de 4 ml de alícuota de la misma manera como se describió en PROCEDIMIENTO, punto 5 página 39.
3. Añada 4 ml de la solución del "blanco" a cada una de la solución patrón, y continúe la medida como se indicó en PROCEDIMIENTO, punto 5 de la página 39.

CALCULO

$$\text{ppm de P en el suelo} = \text{ppm de P en la disolución} \times \frac{20}{4} \times \frac{20}{5}$$

donde:

20 = Volumen total de la disolución ensayada, ml.

4 = Volumen de alícuota extraída para desarrollo del calor, ml.

20 = Volumen del extractante utilizado para la extracción, ml.

5 = Peso de la muestra, g.

DETERMINACION DEL COEFICIENTE DE ABSORCION DEL SUELO PARA FOSFORO Y AMONIO

PRINCIPIO

Cuando fuentes solubles de amonio y fósforo son aplicados a los suelos en forma de fertilizantes pueden ser absorbidos o fijados por minerales de arcilla y por óxidos e hidróxidos de hierro y aluminio en forma de fosfatos insolubles, no disponible para las plantas (26).

para las plantas (26).

Esto significa que la absorción puede afectar la eficiencia de los fertilizantes amoniacales y fosfáticos. En general la cantidad de amonio o fósforo absorbido varía con los tipos de suelo. Para evaluar la fertilidad del suelo en amonio o fósforo es importante determinar la cantidad de amonio o fosfato fijados por el suelo.

En este manual se presenta el método de determinación adoptado es del "OLL SURVEY AND ANALISIS" editado por el Ministerio de Agricultura y Forestal del Japón (5).

Cuando el suelo es mezclado con una solución de iones amonio y fosfato en una cierta concentración, los iones de fósforo y amonio son absorbidos por el suelo y como consecuencia se tiene una solución menos concentrada la que es equilibrada por los iones de amonio y fósforo absorbido. La cantidad de amonio y fósforo absorbido de la solución inicial es denominado como el Coeficiente de Absorción del suelo para fósforo y amonio, y es expresado en mg N y P₂O₅ absorbido por 100 g de suelo seco.

APARATOS

1. Balanza (10 mg precisión).
2. Frascos erlenmeyer, 200 ml.
3. Embudos de vidrio.
4. Papel de filtro, Whatman N° 2 o Toyo N° 6.
5. Matraces aforados, 250 ml y 50 ml.
6. Pipetas volumétricas.
7. Espectrofotómetro.
8. Frascos de Kjeldahl, 200 ml.
9. Equipo de destilación de nitrógeno.

REACTIVOS

1. Solución de metafosfato de Amonio, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, conteniendo aproximadamente 1350 mg P_2O_5 por 100 ml, a pH 7.0.
Disuelva 22 g de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ en un litro de agua destilada, ajuste el pH de esta solución a pH 7.0 por adición de H_3PO_4 (1 : 1). Usualmente una adición de H_3PO_4 es necesario para el ajuste. Determine la concentración de fósforo y amonio de la solución.
2. Solución indicadora de ácido bórico (vea REACTIVOS en la página 26).
3. Indicador mixto (vea REACTIVOS en la página 26).
4. Suspensión de óxido de magnesio (vea REACTIVOS en la página 34).
5. Solución de HCl 0.01 N (vea REACTIVOS en la página 26).
6. Reactivo mixto de una solución de HNO_3 -vanadato-molibdato.
Solución A: Disuelva 25 g de molibdato de amonio en 400 ml de agua destilada.
Solución B: Disuelva 1.25 g de metavanadato de amonio en 300 ml de agua destilada hervida, después de enfriar añada 250 ml de HNO_3 y enfríe nuevamente a temperatura ambiente. Finalmente vierta la solución A dentro de B y diluya la mezcla a 1 L.
7. Solución patrón de fósforo, 100 ppm como P_2O_5 .
Disuelva exactamente 191.7 g de KH_2PO_4 (reactivo grado especial) en 800 ml de agua destilada en un frasco volumétrico de 1 L, luego diluya hasta la marca.

PROCEDIMIENTO

Pre análisis

1. Pese 50 g de suelo fino (triturado y cernido a travéz de un tamiz de 2 mm), en un frasco de 200 ml y añada 200ml de solución de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (reactivo 1). Tape el frasco con topón de goma y deje reposar por 24 horas. Durante ere periodo agite ocasionalmente con la mano.
2. Filtre la solución en un frasco erlenmeyer, descomdo las primeros gotes del filtrado. Utilize papel de filtro de textura fina.
3. Transfiere 5 ml del filtrado claro a un matráz aforado de 250 ml y diluya con agua destilada hasta la marca.
4. Para determinar la concentración de la solución patrón de NH_4HPO_4 , transfiere 5 ml de dicha solución a un matroz afore do de 250 ml y diluya hasta la marca con oagua destilada. Haga el mismo trotomiento que se indica a cartinuocion fara el filtrado de la muestra.

Determinación del amonio

1. Añada 5 ml de indicador mixto de ácido bórico (2%), preparado en REACTIVOS punto 7, página 26.1 en un erlenmeyer de 100 ml. boloque debajo de la punta de la unidad de destilación de Kjeldahl (figura 9, página 27).
2. Transfiera 10 ml de la solución preparada en el punto 3 de pre-análisis al tubo de destilación de la unidad de destilación de Kjeldahl (figura 9, página 27), Anoda aproximadamente. 10 ml de MgO preparado en REACTIVOS punto 1, página 34. Enjuague la boca de entrada del tubo de destilación con agua destilada.
3. Opere el aparato y destíle alrededor de 5 a 7 minutos hasta obtener un volumen en el receptor de 35 ml.
4. Enjuague la punta del condensador con agua destilada y retire el fresco. Deje enfriar y valore lo destilado con HCl 0.01 N. Al mismo tiempo realice la determinación del nitrato.

Determinación del fósforo.

1. Transfiera 3 ml de la solución preparada en el punto 3 de pre-análisis en un matraz aforado de 50 ml. Añada agua destilada hasta aproximadamente 30 ml y 10 ml del reactivos mixto nitrato-molibdeno preparado en REACTIVOS punto 6 página 49. Diluya con agua destilada hasta la marca y lea la absorbancia de 420 milimicrones, después de 5 minutos.
2. De la solución patrón de 100 ppm de fósforo, tome las alícuotas 0, 2, 5 y 10 ml transfiera a matraces aforados de 50 ml y continúe con el procedimiento indicado en el protocolo anterior.
3. Prepare una curva patrón de la absorbancia versus la concentración y lea la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

CALCULOS

Coefficiente de absorción de amonio: (mg N/100 g suelo secado en estufa) =

$$(A - B) \times \frac{10,000}{X} \times 14 \times N \text{ HCl} \times \frac{100}{\% \text{ de suelo secado en estufa}}$$

$$\text{mg N en 200 ml de solución } (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4 = A \times \frac{10,000}{X} \times 14 \times N \text{ HCl}$$

$$\text{mg de N remanente, si 200 ml de solución } (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4 \text{ es adicionada a 100 g de suelo fino} = B \times \frac{10,000}{X} \times 14 \times N \text{ HCl}$$

donde: A = ml de HCl gastado en la valoración de la solución de NH_4HPO_4 , (corregido con el HCl utilizado en la valoración del blanco).

B = ml de HCl utilizado para la valoración de la solución remanente después de la absorción (corregido con el HCl utilizado en la valoración de blanco).

X = ml de solución extraída para la destilación.

Coefficiente de absorción de fósforo (mg P_2O_5 por 100 g de suelo secado en estufa) =

$$166.7 \times (A - B) \times \frac{100}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$$

mg P_2O_5 en 200 ml de solución de $(\text{NH}_4)\text{HPO}_4 = 166.7 A$.

donde: A = ppm de la solución obtenida de la curva patrón.

mg P_2O_5 remanente, si 200 ml de $(\text{NH}_4)\text{HPO}_4$ es añadido a 100 g de suelo fino = 166.7 B.

donde: B es el ppm de la muestra obtenida a partir de la curva patrón.

Notas

1. Para suelos con alto contenido de materia orgánica, algunas veces es difícil obtener el filtrado o el supernatant de la suspensión cuando el peso de la muestra es 50 g. Por esta razón utilice 100 g de suelo fino con 200 ml de solución de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ o increméntelo, pero el ratio de la muestra de suelo y la solución $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ debe ser mantenida en 1:2.
2. Si la absorbancia de la muestra se encuentra sobre el rango de absorbancia del patrón tome una alícuota apropiada para la coloración (vea en PROCEDIMIENTO del punto 8, página 50).

DETERMINACION DE LA CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO Y PORCENTAJE DE SATURACION DE BASES

PRINCIPIO

Los coloides del suelo son generalmente conocidos por poseer cargas eléctricas negativas. La presencia de estas cargas atraen a los iones (cationes) de cargas positivas sobre la superficie coloidal. Este fenómeno explica la capacidad de los coloides para adsorber cationes y esta capacidad de adsorción es conocido con el nombre de "Capacidad de Intercambio Catiónico (C I C) del suelo (8, 9, 10, 11, 26).

Los cationes adsorbidos pueden ser reemplazados por otros cationes presentes en la solución del suelo, de ahí que también son denominados "Cationes de Cambio".

Los cationes intercambiables constituyen la fuente más importante de nutrientes rápidamente disponibles para las plantas, de ahí que su determinación es importante para evaluar la fertilidad o realizar otros estudios de suelo.

Muchos métodos han sido propuestos para determinar la capacidad de intercambio catiónico del suelo, proveídos con diferentes combinaciones de soluciones de lixiviación, cationes o sales, técnicas de lixiviado y métodos para la determinación de cationes. En este procedimiento un aparato especial es utilizado para la lixiviación (figura 11, poigina 52), con una solución normal de acetato de pamonio pH 7.0 como solución de reemplazo (método de Scholenberger).

Existen tres procesos básicos para la determinación de los cationes de cambio del suelo. Primeramente, el complejo coloidal del suelo es lixiviado con una solución normal de acetato de amonio de pH 7.0 hasta que todos los cationes de cambio sean desplazados por el ión amonio. La segunda etapa comprende el lavado del exceso de cationes lixiviados (ión amonio), con un solvente electrolítico tal como alcohol o metanol. En la última etapa, el catión lixiviado (el ión amonio en el complejo coloidal), es desplazado con cloruro de potasio o sodio. El amonio desplazado es finalmente medido destilando la solución alcalinizada sobre ácido bórico y valorando con un ácido patrón.

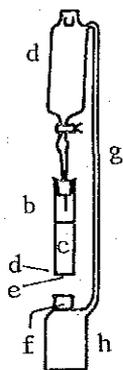
El lixiviado obtenido en la primera etapa se utiliza para determinar el total de bases intercambiables. El calcio y el magnesio es determinado utilizando el espectrofotómetro de absorción atómica y el potasio y sodio con el fotómetro a llama. La cantidad de cationes de cambio del suelo es expresado en términos de miligramos equivalentes (abreviados m.e.) por 100 g de suelo secado en estufa y referido a la suma de Ca, Mg, K y Na canjeable. La capacidad de cambio es expresado

en m.e. por 100 g de suelo. El porcentaje de saturación de bases es el porcentaje de C I C ocupado por las bases de cambio.

METODO DE LIXIVIACION POR PERCOLADOR

APARATOS

1. Balanza (10 mg de precisión).
2. Aparato percolador.
3. Matraces aforados, 200 ml.
4. Embudos de vidrio.
5. Botellas succionadoras.
6. Aspirador.



- a. contenedor de la solución lixivante (100 ml en volúmen).
- b. percolador (diámetro interior, altura del cuerpo 12 cm, con un extremo de 4 cm de largo, 0.3 cm de diámetro interior).
- c. muestra de suelo.
- d. celulosa, 5 mm de espesor.
- e. algodón.
- f. goma conectada al contenedor de la solución lixivante con tubos de vidrio para formar un sistema cerrado.
- g. tubos de vidrio.
- h. frasco de succión

Figura 11. Percolador semi-micro para C I C.

REACTIVOS

1. Solución normal de acetato de amonio pH 7.0.
Diluya 114 ml de ácido acético glacial (99.5%) con agua destilada, a un volumen de aproximadamente 1 L. Luego añada 138 ml de NH_4OH concentrado y agua destilada hasta obtener un volumen aproximado de 1980 ml. Ajuste el pH con NH_4OH o ácido acético diluido a pH 7.0 y diluya a 2 L con agua destilada.
2. Ethanol, 80%, o metanol 80%.
Diluya ethanol a 80% por volumen con agua destilada y neutralice con una solución de NH_4OH usando indicador de bromotimol azul.

3. Solución de KCl o NaCl, 10%.

Diluya 100 g de KCl o NaCl en 1 L de agua destilada.

4. Suspensión de celulosa.

Añada una porción de agua destilada a polvo de celulosa para hacer una suspensión de celulosa.

PROCEDIMIENTO

1. Coloque el percolador (b) dentro del cuello de la botella de succión (h) y conéctelo a un aspirador.
2. Introduzca una pequeña masa de algodón en la extre midad inferior del percolador utilizando una boquilla de vidrio y lave gradualmente con agua destilada.
3. Coloque una suspensión de celulosa dentro del percolador, deje lixiviar a travéz del algodón para que se forme una almoadilla plana de 5 mm de espesor (use el aspirador).
4. Traslade el percolador sobre un erlenmeyer, cierre la punta del percolador utilizando un trozo de tubo de goma taponando suextremo inferioa.
5. Vierta 100 ml de solución de acetato de amonio dentro del frasco (a) y deje gotear la solución dentro del percolador no más que la mitad de la porción del percolador.
6. Pese 6 g de suelo fino que pasó a travéz de un tamiz de 2 mm y vierta gradualmente dentro del percolador.
7. Retire el percolador del erlenmeyer, quite el tapón de tubo de goma y conecte dl aparato para formar un sistema carrado; comience el lixiviado. El tiempo de lixiviación no debe ser menor que 4 horas y mayor que 24 horas.
8. Después de pasar totalmente la solución de lixiviación a travéz del suelo, desconecte el aparato. Transfiera el lixiviado cuantitativamente en un matráz aforado de 200 ml y diluya hasta la merca con agua destilada. Esta solución es utilizada para la determinación de cationes intercambiables (Ca, Mg, K y Na).
9. Traslade el percolador al otro set de tubos de lixiviación y conecte para formar un sistema cerrado. Lixivie 50 ml de ethanol o metanol en por lo menos 2 horas.

10. Después del lixiviado con el alcohol, retire el percolador y conecte al otro set de tubos de lixiviación conteniendo 100 ml de una solución de 10% de KCl o NaCl y comience la lixiviación.
11. El ión amonio extraído con esta última lixiviación es determinado por el método de destilación semi-micro.

DETERMINACION DEL AMONIO EN EL LIXIVIADO

APARATOS

1. Erlenmeyer, 100 ml.
2. Pipetas, 10 ml.
3. Aparato de destilación de Kjeldahl (semi-micro).
4. Buretas.

REACTIVOS

Reactivos para la determinación de amonio ya mencionado en REACTIVOS página 30.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera el lixiviado que contiene el ión amonio reemplazado por 10% de KCl dentro de un matríz aforado de 200 ml. Diluya hasta la marca con agua destilada y agite bien.
2. Determine el contenido de amonio de 10 ml de alicuota utilizando el método descrito en PROCEDIMIENTO página 30.

CALCULOS

CEC (me/100 g suelo secado en estufa) =

$$(T - B) \times N \times \frac{2000}{6} \times \frac{100}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$$

donde: T = ml de solución patrón de HCl utilizado para la valoración.

N = Normalidad del HCl patrón.

B = ml de solución patrón de HCl utilizado para la valoración del blanco.

DETERMINACION DE Ca Y Mg EN EL LIXIVIADO CON EL ESPECTROFOTOMETRO DE ABSORCION ATOMICA

APARATOS

1. Matraces aforados, 100 ml.
2. Espectrofotómetro de absorción atómica.

REACTIVOS

1. Patrón de Ca, 100 ppm.
Disuelva 0.2497 g de CaCO_3 en 1 L de agua destilada conteniendo 3 ml de HCl (1 : 2).
2. Patrón de Mg, 100 ppm.
Disuelva 1.01407 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en 1 L de agua destilada.
3. Solución SrCl_2 (2% de Sr).
Disuelva 18.1 g de SrCl_2 en 500 ml de agua destilada.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 5, 10, 15, 20 ml de 100 ppm de solución patrón de Ca en frascos volumétricos de 100 ml. Añada a cada frasco 5 ml de 1 N de acetato de amonio pH 7.0 y 5 ml de solución de SrCl_2 . Diluya con agua destilada hasta la marca. Para el patrón de Mg, transfiera 1, 2, 3, 4, 6 ml de 100 ppm de la solución patrón de Mg en matraces aforados de 100 ml y realice el mismo tratamiento que para el patrón de calcio.
2. Diluya 10 ml de la muestra en un matríz aforado de 100 ml, añada 5 ml de solución de SrCl_2 , diluya con agua destilada hasta la marca.
3. Lea la absorbancia del patrón y del lixiviado usando el espectrofotómetro de absorción atómica, siguiendo cuidadosamente las instrucciones del manual del fabricante.
4. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus concentración y lea la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

CALCULOS

$$\text{me Ca/100 g suelo secado en estufa} = \frac{100 \times A}{6 \times \% \text{ suelo secado en estufa.}}$$

$$\text{me Mg/100 g suelo secado en estufa} = \frac{10.000 \times A}{3 \times 12.16 \times \% \text{ suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm obtenido a partir de la curva patrón.

DETERMINACION DE Na Y K EN EL LIXIVIADO CON EL FOTOMETRO A LLAMA

APARATOS

1. Matraces aforados, 100 ml.
2. Fotómetro a llama.

REACTIVOS

1. Solución patrón de Na, 100 ppm.
Disuelva 2.5421 g de NaCl grado especial en 1 L de agua destilada, diluya 10 ml de esta solución con agua destilada hasta alcanzar un volumen de 100 ml.
2. Solución patrón de K, 100 ppm.
Disuelva 1.9067 g de KCl grado especial en 1 L de agua destilada. Diluya 10 ml de esta solución con agua destilada hasta alcanzar un volumen de 100 ml.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera alícuotas de 2, 4, 6, 8, 10 ml de 100 ppm de Na/K en matraces aforados de 100 ml. Añada a cada matríz 50 ml de 1 N de acetato de amonio de pH 7.0 y diluya hasta la marca.
2. Lea la emisión del patrón y del lixiviado con el fotómetro a llama siguiendo cuidadosamente las instrucciones del manual del fabricante.
3. Prepare la curva patrón de la emisión versus la concentración y lea la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

CALCULOS

$$\text{me Na/100 g suelo secado en estufa} = \frac{A \times 1000}{69 \times \% \text{ suelo secado en estufa}}$$

$$\text{me K/100 g suelo secado en estufa} = \frac{A \times 1000}{117.3 \times \% \text{ suelo secado en estufa}}$$

$$\text{Total de bases (me/100 g suelo secado en estufa)} = \text{me Ca} + \text{me Mg} + \text{me Na} \\ + \text{me K.}$$

$$\text{Saturación de bases} = \frac{\text{Total de base}}{\text{CIC}} \times 100$$

Notas

1. Se recomienda usar tres sets de un montaje consistente de 3-6 aparatos, un set para cada solución con el objeto de prevenir contaminaciones.
2. La solución de $\text{N-CH}_3\text{COOHNH}_4$ debe ser preparada en su exacta concentración y reacción, ya que la capacidad de cambio de bases es influenciada en gran medida por la concentración y reacción de la solución de $\text{CH}_3\text{COOHNH}_4$, principalmente en los suelos ricos en humus.
3. En vez de suspensión de celulosa puede utilizarse papel de filtro picado y hervido por varias horas.

DETERMINACION DE POTASIO DISPONIBLE Y Na, Ca, Mg CAMBIABLE (Metodo de Rutina)

La disponibilidad del potasio en el suelo puede ser dividido en tres formas (28).

1. Forma rápidamente disponible, que es intercambiable y soluble en agua.
2. Forma moderadamente disponible, que es el potasio fijado en micas y biotitas hidratadas.
3. Forma lenta o difícilmente disponible, es el potasio que se presenta como una parte de la estructura cristalina de minerales primarios y secundarios tales como micas y feldespatos.

Como un índice de la disponibilidad del elemento, la forma de potasio rápidamente disponible ha sido el más ampliamente utilizado. Este es el total de potasio extraído por una solución neutral de 1.0 N de acetato de amonio (método de SCHOLENBERGER).

Muchos otros investigadores han estado utilizando la solución de BRAY Y KURTZ, solución de bicarbonato de sodio de OLSEN y una solución buffer de acetato de amonio de pH 4.8 como extractantes para estimar el potasio disponible. Todos los extractantes mencionados son incluidos en este manual.

DETERMINACION DE POTASIO Y SODIO INTERCAMBIABLE (Solución normal de acetato de amonio pH 7.0)

PRINCIPIO

Aunque la determinación de K, Ca, Mg y Na extractable en una solución neutral de acetato de amonio 1 N por el método de percolación ya ha sido descrito en la página 54, el método de rutina, extraído por agitación es más práctico y también suficientemente preciso para nuestro propósito.

APARATOS

1. Balanza, con 10 mg de precisión.
2. Frascos erlenmeyer con tapones de goma.
3. Matraces aforados.
4. Pipetas volumétricas.
5. Embudos con papel de filtro Toyo n° 6 o Whatman n° 2.

6. Agitador recíproco.
7. Tubos graduados, 50 ml.
8. Espectrofotómetro de absorción atómica.
9. Fotómetro a llama.

REACTIVOS

Solución normal de acetato de amonio pH 7.0, solución patrón de K, Ca, Mg, Na y cloruro de estronio preparados en REACTIVOS páginas 53 y 55.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 5 g de suelo secado al aire (tamizado y cernido a través de un tamiz de 2 mm), en un frasco erlenmeyer, añada 50 ml de 1 N de NH_4OAc , agite en un agitador recíproco por 30 minutos y filtre.
2. Tome 20 ml de alícuota en un matríz aforado de 50 ml, diluya hasta la marca con agua destilada y agite con la mano.
3. Después del agitado lea la emisión de esta solución en el fotómetro a llama siguiendo cuidadosamente las instrucciones del fabricante.
4. Coloque 0.5, 10, 20, 30 ml de 100 ppm de solución patrón de K o Na en matraces aforados de 50 ml. Añada a cada uno 20 ml de la solución extractante, diluya a 50 ml con agua destilada. Lea la emisión de la solución en el fotómetro a llama.
5. Prepare la curva patrón de la emisión versus la concentración y lea la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

DETERMINACION DE Ca Y Mg CAMBIABLE

(1 normal de acetato de amonio de pH 7.0)

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 2 ml de alícuotas en un tubo graduado de 20 ml, para la determinación de Ca, añada 1 ml de SrCl_2 y diluya hasta la marca con agua destilada. Determine la concentración con el espectrofotómetro de absorción atómica siguiendo cuidadosamente las instrucciones del manual del fabricante.
2. Transfiera 5 ml de alícuota en un tubo graduado de 20 ml, para la determinación de Mg, añada 1 ml de solución de SrCl_2 y diluya hasta la marca con agua

destilada. Determine la concentración con el espectrofotómetro de absorción atómica.

3. Curva patrón de Ca.

Transfiera 1, 2, 3, 4 ml de 100 ppm de la solución patrón de Ca en tubos graduados de 20 ml. Añada en cada uno 2 ml de solución extractante de NH_4OAc , 1 ml de solución SrCl_2 , diluya hasta la marca con agua destilada y lea la absorbancia de estas soluciones.

4. Transfiera 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 ml de solución patrón de 100 ppm de Mg, en tubos graduados de 20 ml, añada a cada tubo 5 ml de solución normal de NH_4OAc y luego proceda de la misma forma que para la curva patrón de Ca.

5. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus la concentración y lea la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

CALCULO

K intercambiable

$$(\text{me K}/100 \text{ g suelo secado en estufa}) = \frac{250 A}{39.1 \times \% \text{ suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm de K obtenido de la curva patrón.

Na intercambiable

$$(\text{me Na}/100 \text{ g suelo secado en estufa}) = \frac{250 A}{22.991 \times \% \text{ suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm de Na obtenido a partir de la curva patrón.

Ca intercambiable

$$(\text{me Ca}/100 \text{ g suelo secado en estufa}) = \frac{1000 A}{20 \times \% \text{ suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm de Ca obtenido a partir de la curva patrón.

Mg intercambiable

$$(\text{me Mg}/100 \text{ g de suelo secado al aire}) = \frac{100}{12.16 \times \% \text{ suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm de Mg obtenido a partir de la curva patrón.

Notas

La misma alícuota también puede utilizarse como Manganeso intercambiable.

El contenido de Mn^{++} en la alícuota es determinado por el método descrito en PROCEDIMIENTO de la página 66 y 67.

DETERMINACION DEL POTASIO SOLUBLE EN ACIDO NITRICO CALIENTE

PRINCIPIO

El potasio moderadamente disponible es estimado por extracción del suelo con ácido nítrico caliente. Este método ha sido utilizado con buen resultado por muchos investigadores como un significado del potasio remanente de la forma no intercambiable (19).

APARATOS

1. Balanza con 10 mg de precisión.
2. Frasco erlenmeyer.
3. Embudos.
4. Placa caliente con regulador de temperatura.
5. Matríz aforado, 100 ml.
6. Fotómetro a llama.

REACTIVOS

1. Solución 1 N de HNO_3 .
Transfiera 65 ml de ácido nítrico concentrado en un matríz aforado de 1 L conteniendo 800 ml de agua destilada, mezcle bien y diluya hasta la marca con agua destilada.
2. Solución 0,1 N de HNO_3 .
Diluya 1 N de HNO_3 exactamente 10 veces.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 2.5 g de suelo fino (tamizado y cernido a travéz de un tamíz de 2mm), en un frasco erlenmeyer de 100 ml, añada 25 ml de 1 N de HNO_3 , cubra el frasco con un embudo de 5 cm y hierva cuidadosamente en la placa caliente por 10 minutos.
2. Después de hervir, enjuague el embudo con una porción de agua destilada y filtre la suspensión mientras todavía esté caliente en un matríz aforado de 100 ml.
3. Lave el residuo con 15 ml de 0.1 N HNO_3 caliente repetidamente. Después de enjuagar, diluya hasta la marca con una solución 0.1 N HNO_3 .

4. Solución Blanco.
Pese 2.5 g de arena de cuarso y siga el mismo procedimiento indicado para la muestra de suelo. Repítalo hasta obtener 300 ml de la solución del blanco.
5. Determine el contenido de potasio de 10 ml de alícuota con el fotómetro a llama como se describió en la página 56.
6. Transfiera 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 2.5 ml de la solución patrón de 1000 ppm de K en matrâces aforados de 50 ml. Diluya hasta la marca con el blanco. Lea la emisión de cada solución con el fotómetro a llama sigulendo cuidadosamente las instrucciones del manual del fabricante.

CALCULOS

$$\text{K moderadamente disponible (mg k/100 g suelo secado en estufa)} = \frac{400A}{\% \text{ de suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm k obtenido a partir de la curva patrón.

DETERMINACION DE POTASIO SOLUBLE EN LA SOLUCION EXTRACTANTE DE BRAY

APARATOS: Iden página 40

REACTIVOS: Iden página 43

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2 ml de la solución patrón de 100 ppm de K en tubos graduados de 20 ml. Añada 10 ml de solución extractante (BRAY I o BRAY II) y diluya hasta la marca.
2. Transfiera 10 ml de la alícuota preparada en PROCEDIMIENTO de la página 43, en un tubo graduado de 20 ml, diluya hasta la marca con agua destilada y determine el contenido de potasio usando el fotómetro a llama como se describió en PROCEDIMIENTO de la página 52. Use la solución patrón anterior para la curva patrón. Tome la lectura de cada solución en el fotómetro a llama utilizando el filtro de potasio, siguiendo cuidadosamente las instrucciones del manual del fabricante.

CALCULO

K disponible (mg K/100 g suelo secado en estufa) obtenido de muestra de suelo húmedo o fresco = $0,2A \frac{30 + M}{6 - M}$

donde: A = ppm de K obtenido a partir de la curva patrón.

M = ml de humedad obtenida de 6 g de muestra de suelo húmedo o fresco.

K disponible (mg K/100 g suelo secado en estufa) obtenido de suelo secado al aire = $\frac{200 A}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$

donde : A = ppm de K obtenido a partir de la curva patrón.

DETERMINACION DEL POTASIO SOLUBLE EN BICARBONATO (Método de Olsen)

APARATOS : Iden página 40

REACTIVOS : Iden página 40

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 10 ml de alícuota preparada en PROCEDIMIENTO de la página 41, en tubos graduados de 20 ml, diluya hasta la marca con agua destilada y determine el contenido de potasio como se describió en PROCEDIMIENTO de la página 57.

2. Curva patrón

Transfiera 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2 ml de solución patrón de 100 ppm de K en tubos graduados de 20 ml. Añada 10 ml de solución extractante y diluya cada uno hasta la marca. Haga la lectura de esta solución en el fotómetro a llama.

CALCULO

K disponible (mg K/100 g suelo secado en estufa) = $\frac{400 A}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$

donde : A = ppm de K obtenido a partir de la curva patrón.

ANALISIS RAPIDO (SOIL TESTING)

PRINCIPIO

La solución buffer de acetato de amonio de pH 4.8, solución de MORGAN-VENEMA ha sido seleccionado en este procedimiento como un extractante de "propósito general" para estimar el índice de disponibilidad de nutrientes del suelo. El uso de un extractante simple para varios elementos es frecuentemente práctico y eficiente, no insume mucho tiempo y la representación de los datos pueden producir figuras útiles para un estudio de suelos.

Suelo secado al aire, como también muestras de suelo con la humedad de campo son extractados con solución acetato de amonio de pH 4.8 en una proporción de 1:5 agitando en un agitador mecánico por exactamente 30 minutos y posterior filtrado. Después de la extracción, la alícuota es utilizada para la determinación de K, Na, Ca, Mg, Mn, Fe, Al, Cl, SO₄, PO₄ y NO₃.

Para el índice de disponibilidad del Cu y Zn se utiliza como extractantes 1 y 0.1 N de HCl con 0.01 molar EDTA de pH 4.8.

APARATOS

1. Balanza, 10 mg de precisión.
2. Frasco erlenmeyer, 250 ml.
3. Agitador recíproco.
4. Embudos con papel de filtro Toyo n° 6 o Whatman n° 2.
5. Papel parafinado.
6. Estufa con temperatura regulable.

REACTIVOS

1. Solución buffer de 1 N de acetato de amonio, pH 4.8.
Disuelva 385.5 g de acetato de amonio en 2500 ml de agua destilada conteniendo 150 ml de ácido acético concentrado. Diluya la solución a 5000 ml utilizando un matríz aforado. Ajuste el pH a 4.8 utilizando ácido acético concentrado.

2. Carbón activo purificado.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 20 g de suelo secado al aire en un frasco erlenmeyer, añada 100 ml de solución de acetato de amonio, cierre el frasco con un tapón de goma y agite en un agitador recíproco por exactamente 30 minutos. La alícuota es utilizada para la determinación de K, Na, Ca, Mg y Mn.
2. Para la determinación de SO_4^{2-} , NO_3^- , Cl^- , PO_4^{3-} y Fe, por el método colorimétrico, la descolorización es necesaria para alícuotas coloreadas. Añada 0.25 g de carbón activado a la alícuota, agite exactamente 5 minutos y filtre a través de un papel de filtro Toyo n° 6 o Whatman n° 2.
3. Para muestras frescas con la humedad de campo prepare como en PROCEDIMIENTO de la página 1, pese 20g de muestra de suelo sobre papel parafinado, coloque dentro de un frasco erlenmeyer, añada 10 ml de solución extractante y continúe con el procedimiento ya descrito anteriormente.
4. Al mismo tiempo, determine el contenido de humedad de la muestra como ya se describió en PROCEDIMIENTO punto 5, página 2.

DETERMINACION DE POTASIO Y SODIO

1. Transfiera 20 ml de alícuota preparado en PROCEDIMIENTO de la página 64 y 65, en tubos graduados de 25 ml y diluya hasta la marca con agua destilada.
2. Transfiera 0, 0.25, 0.5, 1.0, 5 ml de 100 ppm de K o 100 ppm de Na en tubos graduados de 25 ml. Añada 20 ml de solución extractante de NH_4OAC y diluya hasta la marca con agua destilada.
3. Determine el contenido de K y Na de la solución con el fotómetro a llama por el método descrito en PROCEDIMIENTO de la página 56.

CALCULO

$$\text{K o Na disponible (ppm)} = \frac{A \times 62.5}{\% \text{ de suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm K o Na obtenido a partir de la curva patrón.

DETERMINACION DE CALCIO Y MAGNESIO

Determine el contenido de Ca y Mg de la alícuota por el método descrito en PROCEDIMIENTO de la página 55.

CALCULO

$$\text{Ca disponible (ppm Ca)} = \frac{500A}{\% \text{ de suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm Ca obtenido a partir de la curva patrón.

$$\text{Mg disponible (ppm Mg)} = \frac{500A}{\% \text{ de suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm Mg obtenido a partir de la curva patrón.

DETERMINACION DEL MANGANESO EXTRACTABLE POR EL METODO COLORIMETRICO

APARATOS

1. Frascos de Kjendahl, 100 ml.
2. Baño Maria con temperatura regulable.
3. Espectrofotómetro.

REACTIVOS

1. Solución extractante de acetato de amonio pH 4.8 como se mencionó en la página 64.
2. H_2SO_4 concentrado.
3. HNO_3 concentrado.
4. Solución patrón, 100 ppm Mn^{++} .
Disuelva 0.2877 g de KMnO_4 (grado especial) en 100 ml de agua destilada en un vaso de berlin de 300 ml. Añada 7 ml de solución de ácido sulfúrico (1:1) y caliente sobre una placa. Añada gradualmente 10 ml de ácido oxálico durante el calentamiento hasta que el color del permanganato de potasio desaparezca completamente. Esto lleva cerca de 5 ml de la solución de ácido oxálico. Después de enfriar a temperatura ambiente, diluya la disolución a 1000 ml con agua destilada utilizando un matríz aforado.
5. HPO_4 concentrado.
6. KIO_4 polvo.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 20 ml de la alícuota preparada en PROCEDIMIENTO de las página 64 y 65 en un frasco de Kjeldahl de 100 ml. Añada 5 ml de H_2SO_4 concentrado y 21 ml de HNO_3 concentrado, caliente hasta el punto de ebullición en baño Maria o bien en el equipo de digestión de Kjeldahl para descomponer la materia orgánica

(Evapore suavemente a baja temperatura para evitar precipitado, luego aumente gradualmente la temperatura).

2. Después de la descomposición, añada una pequeña cantidad de agua y caliente por un tiempo hasta eliminar el remanente del ácido nítrico.
3. Después de enfriar, añada 1-2 ml de H_3PO_4 concentrado, lave con 40 ml de agua destilada y añada 0.2-0.3 g KIO_4 . Caliente hasta el punto de ebullición por un minuto y mantenga ligeramente debajo del punto de ebullición por varios minutos hasta completar la colorización.
4. Después de enfriar, transfiera la solución en un matraz aforado de 100 ml y diluya hasta la marca con agua destilada y mezcle bien.
5. Para el patrón Mn^{++} , transfiera 1, 2, 5, 10 ml de solución patrón de 100 ppm de Mn^{++} a un matraz aforado de 100 ml. Añada 5 ml de H_2SO_4 concentrado, 2 ml de HNO_3 concentrado y caliente hasta el punto de ebullición sobre el estante del equipo de digestión de Kjeldahl. Continúe con el mismo tratamiento realizado con la solución de la muestra. (PROCEDIMIENTO 2-4)
6. Después de 30 minutos lea la absorbancia o la transmitancia de luz a 525 milimicrones de longitud de ondas de las soluciones patrones y de la muestra contra el blanco conteniendo la misma cantidad de reactivos.
7. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus la concentración y lea la concentración de la muestra de la curva patrón.

CALCULO

$$\text{Extractable Mn (mg Mn/100 g suelo secado en estufa)} = \frac{250 A}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm Mn obtenido a partir de la curva patrón.

DETERMINACION DEL MANGANESO POR EL ESPECTROFOTOMETRO DE ABSORCION ATOMICA

APARATOS

1. Tubos graduados, 20 ml.
2. Espectrofotómetro de absorción atómica.

REACTIVOS

1. Solución buffer de acetato de amonio pH 4.8, como se mencionó en la página 64.
2. Solución patrón, 100 ppm de Mn.
Disuelva 0.2878 g de KMnO_4 en 250 ml de agua destilada. Añada 7 ml de solución de ácido sulfúrico (1:1) y coloque sobre una placa, caliente. Añada gradualmente 10 % de ácido oxálico durante el calentamiento hasta que desaparezca totalmente el color del KMnO_4 . Esto lleva alrededor de 5 ml de ácido oxálico. Después de enfriar a la temperatura ambiente, diluya a 1000 ml con agua destilada en un matraz aforado.
3. Solución de cloruro de estroncio como se preparó en REACTIVOS del punto 3 página 55.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 10 ml de alícuota preparada en PROCEDIMIENTO de las páginas 64 y 65 en tubos graduados de 20 ml, añada 1 ml de solución de cloruro de estroncio y diluya a 20 ml con agua destilada.
2. De la solución patrón de 100 ppm de Mn, transfiera en tubos graduados de 20 ml 0.2, 0.5, 1.0, 1.5 ml, añada a cada tubo 10 ml de solución de acetato de amonio pH 4.8, 1 ml de solución de cloruro de estroncio y diluya con agua destilada.
3. Después de agitar, determine la absorbancia de luz de la solución con el espectrofotómetro de absorción atómica. Prepare la curva patrón de la absorbancia y lea la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

CALCULO

$$\text{Extractable Mn (mg/100 g suelo secado en estufa)} = \frac{100 A}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm Mn obtenido a partir de la curva patrón.

DETERMINACION DE ALUMINIO EXTRACTABLE POR EL METODO DEL ALUMINON:

PRINCIPIO

El aluminio extractable es el obtenido mediante el tratamiento de la muestra de suelo con una solución normal de acetato de amonio ajustado a pH 4.8 (9). El valor es útil como índice del grado de intemperización y del potencial de fijación del fósforo.

El Al extractado con este procedimiento es determinado calorimétricamente empleando aluminón. El aluminón, ácido aurin tricarboxílico forma una laca-roja con una solución buffer de acetato de amonio pH 4.8 (30). Esta forma específica es muy sensitiva y precisa para la determinación del aluminio.

El hierro férrico forma un complejo rojo púrpura con aluminón bajo la misma condición de pH. Pero es posible prevenir mediante la reducción del hierro férrico con un reductante tal como hidrocloreuro de hidroxilamina para formar un complejo decolorado (30).

En este procedimiento el aluminio es extraído con una solución normal de acetato de amonio pH 4.8. Luego el contenido de aluminio en el extracto es determinado usando el método del aluminón. El aluminio extractable es expresado en mg Al_2O_3 por 100 g de suelo secado en estufa.

APARATOS

1. Balanza analítica.
2. Frascos erlenmeyer.
3. Baso de berlín.
4. Vidrio de reloj.
5. Pipetas volumétricas.
6. Pipetas con succionador de goma.
7. Centrífuga con 2.500 r.p.m con piezas de repuesto.
8. Agitador mecánico.
9. Baño de arena.
10. Baño Maria.
11. Potenciómetro.
12. Espectrofotómetro.

REACTIVOS

1. Solución buffer de aluminio.
2. Solución de hidróxido de amonio, 4 N.
 - a. Diluya 138 ml de NH_4OH concentrado a 500 ml con agua destilada (Solución A)
 - b. Acido acético, 4 N.
Diluya 114 ml de ácido acético concentrado a 500 ml con agua destilada (Solución B).

c. Solución de aluminón 0.5%.

Disuelva exactamente 0.5000 g de aluminón en 100 ml de agua destilada.

d. Solución de goma arábica.

Disuelva 2.5 g de polvo de goma arábica en 125 ml de agua destilada gradualmente utilizando una varilla de vidrio. Si la solución no es clara es necesario la centrifugación (5-10 minutos a 2.500 r.p.m).

Mezcle 250 ml de la solución A y 250 ml de la solución B en un vaso de berlinde 1 L. Añada gradualmente 50 ml de HCl concentrado, y sucesivamente las siguientes soluciones:

100 ml de solución c y mezcle bien.

100 ml de solución d y mezcle bien.

Por último, transfiera la solución cuantitativamente en un matraz aforado de 1 L y diluya hasta la marca con agua destilada.

2. Solución de ácido clorhídrico, 2 N.

Diluya 50 ml de HCl concentrado en 300 ml de agua destilada.

3. Solución de hidróxido de amonio, 2 N.

Diluya de NH_4OH , 4N.

4. Hidrocloruro de hidroxilamina.

Disuelva 5.0 g de hidrocloruro de hidroxilamina en 100 ml de solución normal de HCl (diluya a partir de 2 N de HCl).

5. Solución buffer de 1 N de acetato de amonio pH 4.8 como se mencionó en la página 64.

6. Solución patrón de Al.

Disuelva exactamente 0.6341 g de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ en 50 ml de agua destilada en un matrâz aforado de 100 ml y diluya hasta la marca (la solución contiene 1000 ppm de Al), transfiera 50 ml de esta solución a un matrâz aforado de 1000 ml y diluya hasta la marca con agua destilada, (la solución contiene 50 ppm de Al).

PROCEDIMIENTO

1. Pese 10 g de suelo fino (triturado y cernido a travéz de un tamiz de 2 mm) en un tubo de centrífuga de 100 ml. Añada exactamente 50 ml de solución buffer acetato de amonio 1 normal pH 4.8 y agite por tres horas con un agitador recíproco.

2. Después de agitar, centrifugue por 5 minutos a 2.500 rpm (filtre la solución si es necesario) y transfiera el filtrado claro en un erlenmeyer de 100 ml.
3. Transfiera 1-3 ml del extracto en un vaso de berlín. Si la solución del extracto presenta coloración, añada 5 ml de H₂O₂ y caliente en baño María (cubierto con un vidrio de reloj). Añada 1 ml de HCl concentrado y continúe calentando hasta obtener una solución clara.
4. Para prevenir la interferencia del ión férrico, añada 4 ml de hidrocloreuro de hidroxilamina. Luego diluya con agua destilada hasta conseguir un volumen aproximado de 25 ml.
5. Añada exactamente 10 ml de la solución buffer de aluminón, ajuste el pH a exactamente 3.5 por adición de 2 N de HCl o 2 N de NH₄OH.
6. Caliente la solución en baño de arena por 5 minutos. Después de calentar, enfríe el vaso de berlín en una corriente de agua de canilla, luego transfiera el contenido en un matríz aforado de 50 ml. Diluya hasta la marca con agua destilada y mezcle bien.
7. Para la solución patrón de aluminio, tome las siguientes alícuotas 0, 5, 10, 15, 20 ml de la solución patrón de 50 ppm de aluminio. Trate de la misma manera que el extracto, como se mencionó anteriormente (PROCEDIMIENTO 3-6).
8. Después de 5 minutos, lea la absorbania o la transmitancia de la luz a 530 milimicrones de longitud de ondas. Utilize un blanco conteniendo la misma cantidad de reactivo.
9. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus la concentración y lea la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

CALCULO

Al extractable

$$(\text{mg Al}_2\text{O}_3/100 \text{ g de suelo secado en estufa}) = \frac{944.74 A}{B \times \% \text{ suelo secado en estufa}}$$

A = ppm Al obtenido a partir de la curva patrón.

B = ml del extracto de la solución utilizada.

Notas

1. Si el extracto es decolorado no es necesario el tratamiento con H_2O_2 para la descomposición de la materia orgánica soluble. En este caso, la adición de una cantidad equivalente de solución buffer de acetato de amonio es necesario para la solución patrón.
2. El método de aluminón es muy sensitivo y preciso para la determinación del aluminio en el extracto de suelo y no existe interferencias debido a Mn^{++} , Ni^{++} , Zn^{++} , Ca^{++} , Mg^{++} y Fe^{++} (30).

DETERMINACION DE COBRE Y ZINC

Muchos métodos han sido propuestos para la determinación de Cu y Zn en el suelo. Sin embargo, solamente las soluciones extractantes de HCl normal, HCl 0.1 normal y EDTA 0.01 molar de pH 4.8 han sido seleccionados para incluir en este manual.

Las tres soluciones extractantes mencionadas han sido reportadas por MINAMI, K y colaboradores (24) como las soluciones más confiables entre otros 7.

Diez g de suelo secado al aire es agitado con 25 ml del extractante durante una hora y luego filtrado. La cantidad de Cu y Zn en el filtrado son determinados con el espectrofotómetro de absorción atómica.

APARATOS

1. Balanza, 10 mg de precisión.
2. Frascos erlenmeyer, 100 ml.
3. Agitado recíproco.
4. Embudos con papel de filtro de textura fina.
5. Tubos graduados, 20 ml.
6. Espectrofotómetro de absorción atómica.

REACTIVOS

1. Solución normal de HCl.
Diluya 81.97 ml de HCl concentrado a 1 L con agua destilada. (Solución normal de HCl). Diluya 10 veces esta solución (0.1 N de HCl).
2. Etilendiamino disodium tetraacetato (EDTA) 0.01 M de pH 4.8.
Disuelva 3.725 g de EDTA en 950 ml de agua destilada, ajuste la solución a pH 4.8 con 0.1 N de ácido acético o 0.1 N de hidróxido de sodio diluya la solución a exactamente 1000 ml.

3. Solución patrón de Zn, 100 ppm.
Disuelva 0.4400 g de $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ en 1 L de agua destilada conteniendo 45 ml de H_2SO_4 concentrado en un matr az aforado de 1000 ml.
4. Soluci n patr n de Cu, 100 ppm.
Disuelva 0.3930 de $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ en 1 L de agua destilada conteniendo 45 ml de H_2SO_4 concentrado en un matr az aforado de 1000 ml.

PROCEDIMIENTO

1. Pese 10 g de suelo secado al aire (triturado y cernido a trav ez de un tamiz de 2.0 mm), transfiera a un frasco erlenmeyer, a ada 25 ml de soluci n extractante, agite en un agitador rec proco por 60 minutos y filtre.
2. Transfiera 5.0 ml de al cuota en un tubo graduado de 20 ml, diluya hasta la marca con agua destilada y mezcle bien.
3. Determine la absorbancia de la soluci n utilizando el espectrofot metro de absorci n at mica.
4. Para la curva patr n transfiera a tubos graduados de 20 ml las siguientes al cuotas: 0.2, 0.4, 0.6, 1.0 ml de 100 ppm de soluci n patr n de Cu y Zn. A ada 5.0 de soluci n extractante en cada tubo, diluya con agua destilada a 20 ml y mezcle bien.
5. Prepare la curva patr n de la absorbancia versus la concentraci n y lea la concentraci n de la muestra a partir de la curva patr n.

CALCULOS

$$\text{mg Cu o Zn/100 g suelo secado en estufa} = \frac{100 A}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm de Cu o Zn obtenido a partir de la curva patr n.

Notas

1. Si la absorbancia de la muestra est  por encima del rango de la absorbancia de la curva patr n, tome al cuotas diferentes hasta obtener una medida apropiada.

DETERMINACION DEL FOSFORO POR EL METODO MODIFICADO DE MOLIBDEMO AZUL

El contenido de fosfato puede ser determinado usando el método modificado de molibdemo azul, el mismo procedimiento descrito en PROCEDIMIENTO de las páginas 43 y 44.

Transfiera 10 ml de alícuota en un matríz aforado de 50 ml. Añada 0.25 g de carbón activado, agite por 15 minutos y filtre a través de un filtro de textura fina, determine el fósforo por el mismo procedimiento ya descrito en PROCEDIMIENTO página 44.

DETERMINACION DE AZUFRE

APARATOS

1. Tubos graduados, 10 ml.
2. Pipetas volumétricas.
3. Espectrofotómetro.

REACTIVOS

1. Solución "simiente" ácida.
Disuelva 109 mg de K_2SO_4 en aproximadamente 400 ml de agua destilada, añada 500 ml de HCl concentrado, mezcle bien y diluya la solución a exactamente 1 L.
2. Cloruro de Bario ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$), triturado y cernido a través de un tamiz de 1mm.
3. Solución patrón de sulfato, 100 ppm S.
Disuelva 0.5435 g K_2SO_4 (p.a) en NH_4OAc de pH 4.8 y diluya la solución a 1 L con el mismo reactivo.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 10 ml de alícuota preparado en PROCEDIMIENTO de la página 44, en un tubo graduado de 20 ml. Traslade 0.0, 0.5, 1.0, 1.5 y 2.0 ml de solución patrón de 100 ppm de S en tubos graduados de 20 ml.
2. Añada 1 ml de solución "simiente" en cada solución y diluya a 10 ml con NH_4Ac pH 4.8. Añada 0.25 g de $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ en polvo. Deje reposar esta mezcla por 1 minuto, luego revuelva la solución frecuentemente hasta que el polvo se disuelva. Diluya la solución a 20 ml con NH_4Ac pH 4.8.

3. Lea la absorbancia o la transmitancia de luz a 420 milimicrones de longitud de ondas de las soluciones patrones y de las muestras, utilizando un blanco conteniendo la misma cantidad de reactivos de la muestra.
4. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus la concentración y lea la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

CALCULO

$$S \text{ disponible (mg S/100 g de suelo secado en estufa)} = \frac{100 A}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm de S obtenido a partir de la curva patrón.

DETERMINACION DE NITRATO

APARATOS

1. Pipetas volumétricas.
2. Tubos graduados.
3. Espectrofotómetro.

REACTIVOS

1. Solución brucine, 2 %.
Disuelva 2 g de brucine en 70 ml de NH_4OAc de pH 4.8, diluya a 100 ml con la misma solución.
2. Acido sulfúrico concentrado.
2. Solución patrón de 100 ppm NO_3^- .
Disuelva 0.1631 g KNO_3 (p.a) y diluya a 1 L con NH_4OAc de pH 4.8.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 5 ml de la alícuota preparada en PROCEDIMIENTO de la página 64 y 65 en tubos graduados de 10 ml.
2. Coloque 0, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 ml de 100 ppm de solución patrón en tubos graduados de 10 ml, diluya a 5 ml con solución de NH_4OAc .
3. Añada a cada solución 0.5 ml de solución brucine y 5 ml de H_2SO_4 concentrado agitando cuidadosamente. Después de 30 minutos, lea la absorbancia de luz de a 432 milimicrones de longitud de ondas utilizando un blanco conteniendo la misma cantidad de reactivos.

4. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus la concentración y lea la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

CALCULO

Contenido de Nitrato ($\text{mg NO}_3^-/100 \text{ g suelo secado al aire}$) = $\frac{100 A}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$

donde: A = ppm de NO_3^- obtenido a partir de la curva patrón.

DETERMINACION DE CLORO

APARATOS

1. Pipetas volumétricas.
2. Buretas, 25 ml.
3. Tubos graduados.
4. Espectrofotómetro.

REACTIVOS

1. Solución de nitrato de plata, 0.2 N.
Disuelva 17.0 g de AgNO_3 (p.a) en 300 ml de agua destilada y diluya exactamente a 500 ml.
2. Solución Amylum, 0.5 %.
Disuelva 0.5 g de amyllum en 50 ml de agua destilada por calentamiento. Una vez disuelto, enfríe y diluya a 100 ml con agua destilada.
3. Reactivo mixto.
Mezcle bien 25 ml de HNO_3 concentrado (p.a), 100 ml de solución amyllum 0.5 % y 125 ml de solución AgNO_3 0.2 N.
4. Solución patrón, 100 ppm y 10 ppm de cloro.
Disuelva 0.4121 g Na Cl (p.a) en 500 ml NH_4OAc de pH 4.8. Diluya a exactamente 2500 ml con agua destilada (= 100 ppm de Cl). Diluya 50 ml de esta solución a 500 ml con agua destilada (= 10 ppm de Cl).

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 5 ml de la alícuota preparada en PROCEDIMIENTO de las páginas 64 y 65 en un matríz aforado de 50 ml. Transfiera 0, 1.0, 2.5 ml de solución patrón de 10 ppm de Cl^- en matraces aforados de 50 ml.

2. Diluya cada uno a alrededor de 5 ml con solución de NH_4OAc de pH 4.8. Añada 5 ml del reactivo mixto y agite bien. Diluya hasta la marca.
3. Determine la concentración de la solución, después de 10 minutos utilizando 432 milimicrones de luz incidente del espectrofotómetro.

CALCULOS

Contenido de Cloro ($\text{mg Cl}^-/100 \text{ g}$ suelo secado en estufa) = $\frac{500 A}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$
 donde: A = ppm Cl^- obtenido a partir de la curva patrón.

LA DETERMINACION DEL HIERRO DISPONIBLE

La determinación del hierro disponible es muy importante para conocer el estado de disponibilidad del elemento. La disponibilidad del hierro puede variar entre un rango excesivamente bajo a excesivamente alto (17).

El crecimiento de las plantas pueden verse dificultadas en suelos deficientes en hierro presentando síntomas de clorosis, mientras que el normal desarrollo de los vegetales también pueden verse afectadas en suelos que presentan excesiva concentración de dicho elemento.

Muchos métodos han sido propuestos para la determinación del estado de disponibilidad del Fe en el suelo. La elección del método depende del propósito de su determinación.

DETERMINACION DEL HIERRO INTERCAMBIABLE

PRINCIPIO

El hierro se comporta como un catión tales como el Ca^+ o NH_4^+ etc, parte del cual es adsorbido por los coloides del suelo y pueden ser reemplazados por otros cationes intercambiables. De ahí que, el hierro intercambiable implica el Fe que es extraído con una solución normal de NH_4OAc neutral (4).

El procedimiento usual de extracción para cationes intercambiables no extrae completamente el Fe intercambiable, debido a que es fácilmente oxidado durante el tiempo de extracción. Por esta razón el procedimiento de extracción debe ser completado entre los 5 minutos para prevenir la oxidación.

En este procedimiento, la muestra de suelo con la humedad de campo es extraída con una solución normal de acetato de amonio de pH 7.0 y rápidamente filtrado en un embudo buchner conectado a una bomba aspiradora, previamente preparada.

APARATOS

1. Balanza (10 mg de precisión).
2. Frasco erlenmeyer, 500 ml.
3. Pipetas volumétricas.
4. Embudos de buchner, 11 cm en diámetro.
5. Botella succionadora para el aspirador.
6. Papel de filtro de textura fina.
7. Vidrio de reloj.
8. Papel parafinado.
9. Estufa con regulador de temperatura.
10. Matraces aforados de 50 ml.
11. Espectrofotómetro.

REACTIVOS

1. Acetato de amonio 1 N, pH 7.0 preparado en REACTIVOS punto 1, página 64.
2. α, α -dipiridilo 0.2%.
Disuelva 0.4g α, α -dipiridilo en 200 ml de solución de ácido acético al 10%.
3. Solución patrón de hierro ferroso, 100 ppm Fe .
Disuelva 0.7022 g de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 1000 ml de agua destilada conteniendo 10 ml de H_2SO_4 (1:5).

PROCEDIMIENTO

1. Pese 25 g de suelo colectado con la humedad de campo como se preparó en la pagina 1. Coloque en un frasco erlenmeyer de 500 ml conteniendo 250 ml de NH_4OAc 1 N y tape el frasco con un tapón de goma.
2. Agite la suspensión vigorosamente con la mano por exactamente 30 segundos y filtre rápidamente a través de un embudo de buchner previamente preparado con papel de filtro para prevenir la oxidación del hierro ferroso. La extracción debe ser completada en 5 minutos o menos.
3. Pese 10 g de la misma cantidad de muestra sobre un papel parafinado y determine el contenido de humedad usando el mismo procedimiento de la página 3.
4. Transfiera 5 ml de la alícuota en un matrás aforado de 50 ml, con 3 ml de solución α, α -dipiridilo, luego diluya hasta la marca con agua destilada. Determine la concentración de la solución después de 10 minutos a 525 milimicrones de luz incidente del espectrofotómetro.

5. Para la curva patrón, transfiera 0, 0.5, 1.0, 2.5, 5.0 ml de 100 ppm de la solución patrón de Fe en matraces aforados de 50 ml. Añada 5 ml de solución buffer de pH 6.0, 3 ml de solución α , α -dipiridilo y diluya hasta la marca con agua destilada.
6. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus la concentración y lea la concentración de la muestra de la curva patrón.

CALCULO

Hierro ferroso intercambiable (mg Fe⁺⁺/100 g suelo secado al aire) = $\frac{250 + N}{25 - N}$

donde: A = ppm de Fe⁺⁺ obtenido a partir de la curva patrón.

M = ml de humedad obtenida de 25 g de suelo con humedad de campo.

Notas

Cuando el color es muy oscuro o muy claro, pruebe diferentes alícuotas hasta conseguir una coloración adecuada para la lectura.

DETERMINACION DE HIERRO EXTRACTABLE

El Hierro extractable envuelve el Fe que es extraído del suelo con solución buffer de NH₄OAc de pH 4.8. Esta solución extractante es más rápida, conveniente y efectiva para una evaluación preliminar del nivel de hierro disponible (9). Después de la extracción el Fe (II) puede ser determinado empleando el método de α , α -dipiridilo o bien el de orto-phenantrolina.

APARATOS

1. Balanza de precisión, 10 mg.
2. Frascos erlenmeyer, 100 ml con tapón de goma.
3. Pipetas volumétricas.
4. Agitador recíproco.
5. Embudos.
6. Papel de filtro de textura fina.
7. Matraces aforados, 50 ml.
8. Espectrofotómetro.

REACTIVOS

1. El reactivo para la extracción del suelo es el mismo que se preparó en REACTIVOS página 64.
2. Clorhidrato de hidroxilamina, 10%.
Añada 90 ml de agua destilada a 10 g de clorhidrato de hidroxilamina.
3. Solución de ortho-phenantrolina.
Disuelva 0.30 g de ortho-phenantrolina monohidrato en agua destilada calentando la mezcla hasta los 80 C, deje enfriar y añada agua destilada hasta obtener un volumen de 100 ml.
4. Acido clorhídrico, 6 N.
5. Solución patrón, 100 ppm Fe (II) como se preparó en PROCEDIMIENTO del punto 5 página 78.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera 10 ml de alícuota preparada en PROCEDIMIENTO de la página 77, a matraces aforados de 50 ml. Añada 2 ml de solución de ortho-phenantrolina y diluya con agua destilada hasta la marca.
2. De la solución patrón de 100 ppm de Fe (II) transfiera a matraces aforados de 50 ml las siguientes alícuotas: 0, 1, 2, 3, 4 ml. Añada a cada uno 10 ml de solución extractante, 10 % de hidroxilamina-HCl y 2 ml de ortho-phenantrolina. Diluya hasta la marca con agua destilada.
3. Determine la concentración después de 10 minutos a una longitud de ondas de 510 mμ, en el espectrofotómetro.
4. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus concentración y lea la concentración de la muestra de la curva patrón.

CALCULO

$$\text{Fe extractable (mg Fe (II)/100 g suelo secado en estufa)} = \frac{250}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$$

Notas

Si son analizados suelos calcáreos, el extractante puede ser parcialmente neutralizado en ese caso es recomendable verificar el pH de la solución extractante y si el pH está debaja de 4.8, añada 2 ml de 5 N de ácido acético., antes de la adición del hidrocioruro de hidroxilamina.

DETERMINACION DEL HIERRO ACTIVO

PRINCIPIO

Además de la determinación del Fe (II) intercambiable y extractable, para la evaluación de la disponibilidad del hierro, la determinación del hierro ferroso activo es más confiable especialmente cuando se evalúa las fluctuaciones del contenido de hierro ferroso en relación a las características de óxido-reducción de los suelos arroceros.

El extractante utilizado es la solución buffer de acetato de amonio, 1 Molar de pH 2.8. Con este extractante, se extrae el hierro ferroso más activo del suelo.

APARATOS

1. Balanza, 10 mg de precisión.
2. Frasco erlenmeyer, 250 ml.
3. Pipetas volumétricas.
4. Embudos, con papel de filtro de textura fina.
5. Papel parafinado.
6. Estufa con control de temperatura.
7. Tubos graduados, 50 ml.
8. Espectrofotómetro.

REACTIVOS

1. Solución buffer de pH 2.8.
Disuelva 136.08 g de $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ o 82.03 g de CH_3COONa -anhidro en un litro de agua destilada. Luego ajuste el pH de la solución a pH 2.8 con HCl concentrado (insume alrededor de 80 a 83 ml).
2. Solución buffer de pH 6.0.
Disuelva 570 g de acetato- $\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada. Caliente por 20 a 30 minutos y deje enfriar durante una noche. Filtre si es necesario y añada 12 ml de ácido acético glacial. Diluya hasta 1 L con agua destilada.
3. α, α -dipiridilo, 0.2 % preparado en REACTIVOS del punto 3 de la página 77.

PROCEDIMIENTO

1. Pese 2 g de muestra fresca recién colectada y preparada en PROCEDIMIENTO de la página 1, transfiera rápidamente en un frasco erlenmeyer conteniendo 50 ml de solución buffer de pH 2.8.
2. Triture bien el suelo con una varilla de vidrio. Tape el frasco con un tapón de goma y deje 2 horas en reposo, agitando ocasionalmente con la mano.
3. Después de filtrar, transfiera (2-5) ml de alícuota en un matríz aforado de 50 ml. Añada 5 ml de solución buffer de pH 6.0 y agite bien con la mano.
4. Añada 3 ml de α, α -dipiridilo, diluya hasta 1 L con agua destilada. Al mismo tiempo, determine el contenido de humedad en la forma descripta en PROCEDIMIENTO de las páginas 3 y 4.
5. Determine la concentración de las soluciones de la muestra y del patrón como en PROCEDIMIENTO del punto 4 página 78, después de 10 minutos utilizando 525 de longitud de ondas del espectrofotómetro.

CALCULO

$$\text{Hierro ferroso activo (mg Fe(II)/100 g suelo secado en estufa)} = \frac{5A}{B} \times \frac{50 + M}{2 + M}$$

donde: A = ppm de Fe(II) obtenido de la curva patrón.

M = ml de humedad de 2 g de muestra fresca húmeda.

B = ml de alícuota tomada para el desarrollo del color.

Notas

Si el color es muy oscuro o muy claro, tome alícuotas diferentes hasta conseguir una coloración apropiada para la lectura.

DETERMINACION DE OXIDOS DE HIERRO LIBRE

PRINCIPIO

La presencia de óxidos de hierro en el suelo, es generalmente considerado importante por ejercer efectos sobre sus propiedades físicas.

Su importancia en el proceso de podsolización y laterización y en la fijación del fósforo son también frecuentemente de interés en los estudios de suelos.

Muchos métodos han sido propuestos para la determinación de óxidos de hierro libre en el suelo. De entre éstos, el método de ASAMI-KUMADA (6,7) es presentado

en este manual. Principalmente, el óxido de hierro es reducido por disminución de la fuerza producida cuando el hidrosulfito de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) es oxidado a ácido sulfuroso.

El hierro ferroso reducido forman quelatos solubles con EDTA y de esta manera es extraído del suelo. Luego el hierro en el extracto es reducido con hidrocloreuro de hidroxilamina y reaccionado con ortho-phenantrolina. El color es desarrollado por sobre el pH 6.0 por medio de la solución buffer de acetato de amonio.

APARATOS

1. Balanzas de precisión, 10 mg de precisión.
2. Frasco erlenmeyer, 200 ml.
3. Pipetas volumétricas.
4. Placa caliente.
5. Frasco volumétrico, 250 ml y 50 ml.
6. Embudos de vidrio.
7. Papel para filtro de textura fina.
8. Espectrofotómetro.

REACTIVOS

1. Hidrosulfito de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$); en polvo.
2. Disodium ethilendiamino tetraacetato (EDTA), 0.02 M.
Disuelva 7.45 g de EDTA en 1 L de agua destilada.
3. NaCl, 1 %.
Disuelva 5 g de NaCl en 500 ml de agua destilada.
4. Ortho-phenantrolina, 0.1 %.
Disuelva 100 mg de Ortho-phenantrolina en 100 ml de agua destilada.
5. Hidrocloreuro de hidroxilamina, 5 %.
Disuelva 5 g de hidrocloreuro de hidroxilamina en 100 ml de agua destilada.
6. Acetato buffer.
Disuelva 172 g de CH_3COONa en agua destilada caliente y diluya a 500 ml. Después de enfriar, ajuste a pH 6.0 con ácido acético glacial.

7. Solución patrón de hierro ferroso, 25 ppm.

Disuelva 0.7022 g de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 100 ml de agua destilada conteniendo 10 ml de H_2SO_4 (1:5) (solución stock). Diluya 25 ml de solución stock a 100 ml con agua destilada. Esta solución contiene 25 ppm de Fe^{++} .

PROCEDIMIENTO

1. Pese 1 g de suelo fino (triturado y cernido a través de un tamiz de 2 mm), coloque en un frasco erlenmeyer de 200 ml. Añada 3 gotas de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ y 100 ml de 0.02 M EDTA.
2. Coloque sobre una placa caliente, mantenga la temperatura a 70°C por 15 minutos agitando ocasionalmente.
3. Después del tratamiento, filtre la solución supernatant en un frasco volumétrico de 250 ml, lave tres veces el residuo con una solución de NaCl al 1 %, diluya hasta la marca y mezcle bien.
4. Transfiera 2.5 ml de alicuota del filtrado en un matríz aforado de 50 ml. Añada 1 ml de hidrocloreuro de hidroxilamina, 2 ml de ortho-fenantrolina y 1.5 ml de acetato buffer, diluya hasta la marca y mezcle bien.
5. Para la solución patrón de Fe, transfiera en matraces aforados de 50 ml, las siguientes alícuotas: 0, 2, 4, 6, 8 y 10 ml de solución patrón de 25 ppm de Fe^{++} . Añada a cada matríz 1 ml de 5 % de hidrocloreuro de hidroxilamina, 2 ml de ortho-phenantrolina y 1.5 de acetato buffer, diluya hasta la marca y mezcle bien.
6. Después de 30 minutos, determine la concentración del patrón y de las muestras a una longitud de ondas de 508 milimicras.
7. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus la concentración y lea la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

CALCULOS

$$\text{Fe (\%)} = \frac{A}{B} \times 1.25 \times \frac{100}{\% \text{ de suelo secado en estufa.}}$$

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \% = \text{Fe (\%)} \times 1.43$$

A = ppm obtenido de la curva de calibrado.

B = ml de la solución de la muestra utilizada.

Notas

El peso de la muestra de suelo puede ser modificado de acuerdo al contenido de óxido de hierro que se estime haya en la muestra. Se recomienda utilizar de 0.5 a 2.0 g de muestra de suelo.

LA DETERMINACION DEL MANGANESO FACILMENTE REDUCIBLE

PRINCIPIO

Analíticamente el manganeso del suelo se divide en manganeso soluble en agua, intercambiable, reducible y manganeso activo (20).

La mayoría de las plantas absorben la forma intercambiable y el manganeso soluble en agua, consecuentemente estas fueron consideradas ser el mejor índice de su disponibilidad (20).

En este manual se presenta el procedimiento para la determinación del manganeso fácilmente reducible adaptado del "Soil Suvey and Analysis" publicado por el Ministerio de Agricultura y Forestal del Japón.

El manganeso es extraído tratando la muestra de suelo con acetato de amonio normal pH 7.0 conteniendo 0.2 % de hidroquinona por 6 horas. Después de la extracción, el manganeso es determinado espectrofotométricamente por el método del KIO_4 .

APARATOS

1. Balanza, 10 mg de precisión.
2. Frascos erlenmeyer de 200 ml, 100 ml.
3. Embudos de vidrio.
4. Frascos de Kjeldahl, 200 ml.
5. Pipetas con succionador de goma.
6. Stand de digestión de nitrógeno con mechero a gas.
7. Papel de filtro.
8. Espectrofotómetro de absorción atómica.

REACTIVOS

1. Solución normal de acetato de amonio, pH 7.0 Preparado en REACTIVOS del punto 1 página 53.
2. Solución de acetato de amonio conteniendo 0.2 de hidroquinona.
Disuelva 2 g de hidroquinona en 1000 ml de solución normal de acetato de amonio pH 7.0. Prepare una nueva solución para cada determinación.
3. H_2SO_4 concentrado.
4. HNO_3 concentrado.
5. Solución patrón, 100 ppm Mn^{++} preparado en REACTIVOS de la página 66.

PROCEDIMIENTO

1. Coloque 10 g de suelo fino (Triturado y cernido en un tamiz de 2mm) en un frasco erlenmeyer de 200 ml.
2. Añada 50 ml de acetato de amonio conteniendo 2% de hidroquinona, agite por 30 minutos y deje en reposo por lo menos 6 horas. Durante ese periodo agite 2 veces más por 30 minutos cada uno.
3. Filtre la solución en un frasco erlenmeyer de 100 ml. Extraiga una alícuota de 10 ml y determine el contenido de Mn por el mismo procedimiento descrito en el procedimiento del punto 3 página 67.

CALCULO

$$\text{Contenido de Mn (mg Mn}^{++}\text{/100g de suelo secado en estufa)} = \frac{500 A}{\% \text{ de suelo secado en estufa}}$$

donde A = ppm de Mn obtenido de la curva patrón.

Notas

Si la absorbancia obtenida de la muestra está por encima del rango de la absorbancia obtenida de la solución estándar, tome una alícuota adecuada para la colorización.

LA DETERMINACION DEL ALUMINIO E HIDROGENO INTERCAMBIABLE

PRINCIPIO

El aluminio intercambiable es obtenido por lixiviación del suelo con una solución normal de una sal ácida fuerte tal como el KCl ().

El valor es importante cuando se considera la aplicación de calcáreo o el grado de intemperización del suelo.

La determinación está basada en el método de titulación proveído mediante la hidrólisis de $AlCl_3$ en el extrato de KCl. El HCl puede ser liberado y valorado con un alkali patrón seguido de una subsecuente valoración con un ácido patrón después de la adición de NaF al complejo de Al, para liberer los iones OH en forma valorable. La primera valoración provee una medida del total de ácido valorable desplazado por el ion K^+ del suelo, equivalente a la suma de Al^{+++} e H^+ intercambiable; la segunda medida provee los iones hidrógeno desplazados. La cantidad de los iones aluminio desplazado puede ser obtenido por diferencia.

El aluminio e hidrógeno intercambiable es expresado en miligramos por 100 gramos de suelo secado en estufa.

APARATOS

1. Baso de berlin de 200 ml.
2. Frasco erlenmeyer de 300 ml.
3. Buretas.
4. Pipetas graduadas.
5. Desecador

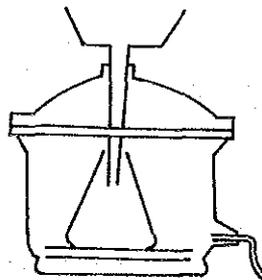


Fig. Desecador con embudo buchmer para filtración rápida.

6. Papel de filtro.
7. Embudo buchner.
8. Cronómetro.
9. Balanza, 10 mg de precisión.

REACTIVOS

1. Solución normal de KCl.
Disuelva 74.56 g KCl en 1 L de agua destilada.
2. Hidróxido de sodio 0.1 normal.
Diluya solución patrón de hidróxido de sodio 1 normal (preparado por algunas compañías químicas tal como KOSO Chemical Co. Ltd. Tokio, Japón).
3. Fluoruro de sodio, 4%.
Disuelva 4 g de fluoruro de sodio en 100 ml de agua destilada.
4. Acido clorhídrico 0.1 N.
Diluya de una solución patrón de ácido clorhídrico normal (preparado por algunas compañías químicas tal como KOSO Chemical Co. Ltd. Tokio, Japón).
5. Indicador phenolphtaleína.
Disuelva 1 g de phenolphtaleína en 100 ml de etanol.

PROCEDIMIENTO

1. Coloque 20 g de suelo fino (triturado y cernido en un tamiz de 2 mm) en un vaso de berlín de 200 ml, añada 50 ml de la solución normal de KCl y agite por exactamente 2 minutos usando un cronómetro. Después de esto, deje reposar la suspensión por 30 minutos.
2. Filtre la solución a través de un embudo buchner utilizando un papel de filtro seco y succionando con un aspirador.
3. Lave el suelo con exactamente 50 ml de solución normal de KCl, tres veces, de tal forma que el volumen total de la solución sea 200 ml. La extracción y el lavado debe ser llevado a cabo entre los 45 minutos (procedimiento 1-3).
4. Coloque 10 gotas de phenolphtaleína en la solución y valore con 0.1 N de NaOH hasta aparición de un color rozado (a).
5. Después de la valoración añada 1 gota de 0.1 N HCl para decolorar la solución.
6. Añada 10 ml de 4 % NaF y agite por 1 minuto.
7. Después de agitar la solución es revalorada con 0.1 N de HCl hasta decolorar (b).

CALCULO

Al intercambiable (me Al^{+++} /100 g

de suelo secado en estufa) = $b \times N \text{ HCl} \times \frac{500}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$

Hidrógeno intercambiable (me H^+ /100 g

de suelo secado en estufa) = $(a - b) \times N \text{ NaOH} \times \frac{500}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$

donde: a = ml de 0.1 N NaOH utilizado para la primera valoración.

b = ml de 0.1 N HCl utilizado para la segunda valoración.

DETERMINACION DEL AZUFRE SOLUBLE EN ACIDO PERCLORICO

PRINCIPIO

En vista de que la determinación del "Azufre total" es complicado y no satisfactorio para análisis de gran número de muestras de suelo, se presenta la determinación del azufre soluble en HClO_4 , que es factible y fácilmente adaptable para la información sobre el "Azufre total" en el suelo (10).

El suelo es oxidado con una solución concentrada de ácido nítrico, perclórico y clorhídrico sucesivamente utilizando frascos de Kjeldahl, colocado sobre un estante de digestión para reducir las perdidas de ácido perclórico.

El contenido de sulfato en la solución es determinado turbidimétricamente como BaSO_4 .

APARATOS

Aparatos apropiados para la digestión del suelo con ácido nítrico-perclórico descriptos en APARATOS de la página 37.

REACTIVOS

1. Reactivos apropiados para la digestión del suelo con ácido nítrico-perclórico como en REACTIVOS de la página 38.
2. Solución buffer.
Disuelva 40 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 4.10 g de acetato de sodio y 0.83 g KNO_3 en 500 ml de agua destilada. Añada 28 ml de ethyl alcohol a 95%. Diluya la solución exactamente a 1000 ml.
3. Cloruro de Bario ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) triturado y cernido a través de un tamiz de 1mm.
4. Solución patrón de sulfato, 100 ppm de S, como se preparó en REACTIVOS de la página 73.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera alícuotas de 7 ml en tubos graduados de 10 ml. (Esta alícuota se obtiene siguiendo las indicaciones de PROCEDIMIENTO punto 4 página 38).
2. Transfiera 0, 0.5 1.0 1.5, 2.0, 5.0 ml de 100 ppm de la solución patrón de azufre en tubos graduados de 10 ml.

3. Añada a cada uno 1 ml de solución buffer de azufre y diluya a 10 ml con agua destilada.
4. Añada 0.2 g BaCl₂ en polvo y agite bien, hasta que el polvo se disuelva totalmente.
5. Determine la absorbancia de la solución y de las muestras a 420 milimicras de longitud de ondas del espectrofotómetro.
6. Prepare la curva patrón de la absorbancia versus la concentración y lea la concentración de la muestra de la curva patrón.

CALCULO

Azufre soluble en ácido perclórico

$$(\text{= mg S/100g suelo secado en estufa}) = \frac{714.29 A}{\% \text{ suelo secado en estufa}}$$

donde: A = ppm S obtenido de la curva patrón.

LA DETERMINACION DE REQUERIMIENTOS DE CALCAREO

PRINCIPIO

El requerimiento de calcáreo a menudo significa la cantidad de CaCO_3 o su equivalente que puede ser aplicado al suelo para incrementar el pH a 7 o a otros valores deseados (9).

En algunos casos el valor del calcáreo requerido no depende solamente de la cantidad de calcáreo dado por un método determinado, sino también de la pureza y de la finura del material calcáreo, de tal manera que el requerimiento de cal es multiplicado frecuentemente por un "factor encalante" o "Índice de neutralización".

Muchos métodos han sido utilizados para la determinación de requerimientos de cal. En este manual se presentan a continuación tres métodos, adición de calcáreo por el método del pH del suelo, el método de SHOEMAKER MC LEAN Y PRATT (27) y el método basado en el "aluminio intercambiable del suelo". La determinación del índice de neutralización también es incluido en éste manual.

DETERMINACION DEL REQUERIMIENTO DE CALCAREO POR EL METODO DEL pH

APARATOS

1. Balanza, 10 mg de precisión.
2. Frascos erlenmeyer, 100 ml con tapones de goma.
3. Agitador recíproco.
4. Potenciómetro.
5. Pipetas volumétricas.

REACTIVOS

1. Solución de hidróxido de sodio, 0.1 N.
2. Cristales de cloruro de potasio.

PROCEDIMIENTO

1. Pese 6 muestras de 10 g de suelo fino (triturado y cernido a través de un tamiz de 2 mm), en seis frascos erlenmeyer.
2. Añada 0, 2, 4, 6, 8, 10 ml de 0.1 N NaOH a cada frasco, agregue 1.86 g de cristal de KCl y una apropiada cantidad de agua destilada para obtener 25 ml de solución de 1.0 N de KCl.

3. Tape los frascos con un tapón de goma, agite vigorosamente con la mano, deje reposar por 24 horas agitando ocasionalmente. Después de 24 horas, agite por 15 minutos en un agitador mecánico y mida el pH de cada suspensión de suelo.
4. Prepare una curva del NaOH añadido versus el pH obtenido de la suspensión del suelo.

CALCULO

$$\text{Requerimiento de calcáreo}^1) (= \text{mg CaCO}_3) = 50 \text{ ML} \times \frac{1}{\text{IN}}$$

ML = ml de 0.1 N de NaOH necesario para alcanzar un pH de 6.5 la suspensión del suelo.

IN = Índice de neutralización obtenida con el PROCEDIMIENTO de la página 96.

DETERMINACION DE REQUERIMIENTO DE CALCAREO CON LA SOLUCION BUFFER (SHOEMAKER MC LEAN Y PRATT, 1961)

APARATOS

Los aparatos necesarios para determinar la necesidad de calcáreo citados en la página 91.

REACTIVOS

S.M.P. Solución buffer.

Disuelva los siguientes reactivos en 800 ml de agua destilada.

Para-nitrophenol	1.8g.
Triethanolamina	2.5g.
CaCl ₂ .2H ₂ O	53.1g.
K ₂ C ₂ O ₄	3.0g.
Ca(OAc) ₂	2.0g.

Después de disolver, ajuste la solución a pH 7.5 con alguna solución diluída de NaOH, luego diluya a 1 L con agua destilada.

1) mg CaCO₃ necesario para alcanzar la acidez de 6.5, de 100 g de suelo.

PROCEDIMIENTO

1. Pese 10 g de suelo secado al aire (triturado y cernido a travéz de un tamiz de 2.0 mm), transfiera en un frasco erlenmeyer. Añda 20 ml de solución buffer SMP y agite por 10 minutos.
2. Mida el pH de la suspensión con el potenciómetro. Lea el CaCO_3 requerido por medio de la "curva buffer" del método SMP, Figura 13, página 95.

CALCULO

$$\text{Requerimiento de calcáreo (Tn CaCO}_3\text{/Hectárea)}^{1)} = A \times \frac{1}{\text{IN}}$$

donde: A= CaCO_3 necesario obtenido de la curva SMP.

IN= Índice de neutralización obtenido del PROCEDIMIENTO de la página 96.

DETERMINACION DE REQUERIMIENTO DE CALCAREO BASADO EN EL CONTENIDO DE ALUMINIO INTERCAMBLABLE

PRINCIPIO

Muchos investigadores sugieren que la recomendación de calcáreo puede estar basado en la cantidad de aluminio intercambiable.

La sugerencia anterior se basa en la afirmación de que el catión predominante de los suelo ácidos es el "Aluminio" (21). A pesar de que un suelo ácido con alto contenido de materia orgánica puede contener cierta cantidad de H intercambiable además del Al.

La adición de calcáreo a los suelos ácidos tiene el propósito de neutralizar el Al, H y/o Mn intercambiable y la adición del suplemento Ca y Mg.

Como un indicador del requerimiento de calcáreo del suelo, el método del pH es menor que el método del Al intercambiable, porque a más bajos niveles de saturación del aluminio, no se encontró respuesta a la adición de calcáreo, aun cuando el pH fue inferior a 5 (21).

En un suelo con alto contenido de materia orgánica (suelos de turba), el cambio en el pH no fué grande después del encalado, pero el crecimiento de la soja en esos suelos, fué considerablemente mejorada tanto como se redujo en contenido de Al intercambiable (21). De esta manera, la aplicación de calcáreo en un suelo con alto contenido de materia orgánica tendría como objetivo la disminución del Al intercambiable a un nivel que no dañe el crecimiento de las plantas y el suministro de una adecuada cantidad de Ca.

1) Tn CaCO_3 necesario por 2×10^6 libras de suelo.

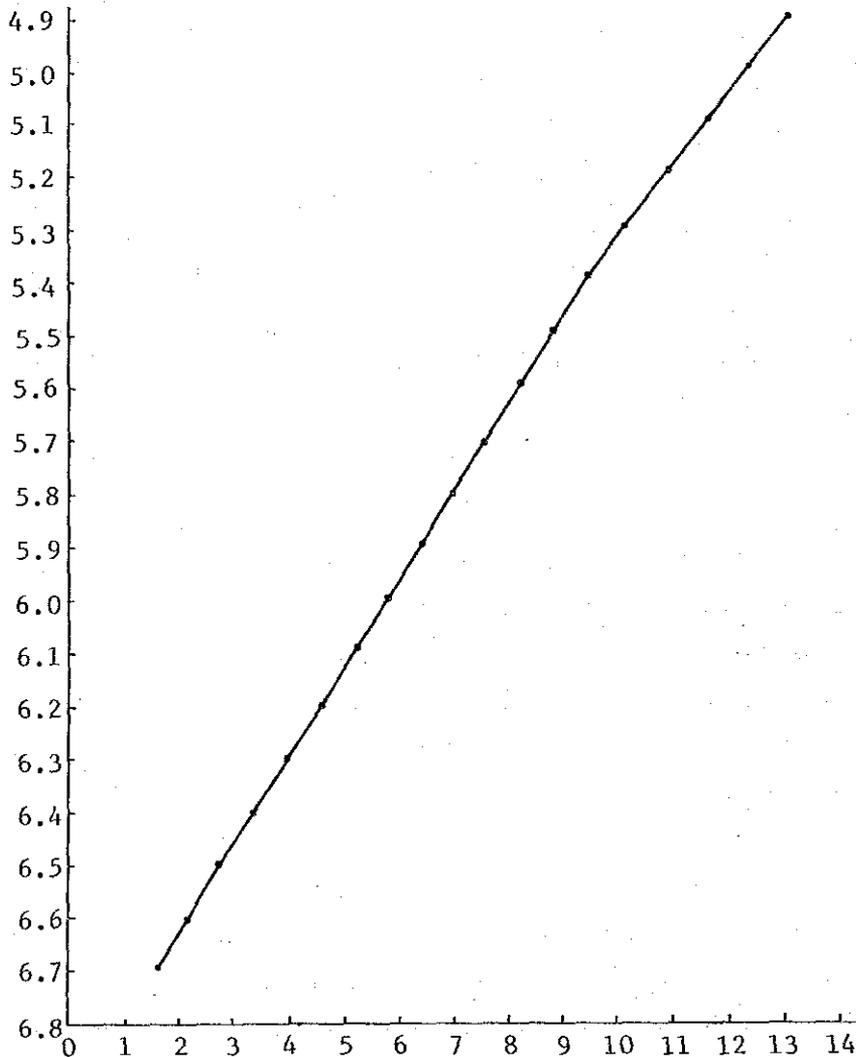
CALCULO

$$\text{Requerimiento de calcáreo}^{1)} = 50 F \times I \times \frac{7}{IN}$$

F = Factor encalante²⁾

I = Al intercambiable/100 g de suelo secado en estufa.

IN = Indice de neutralización de PROCEDIMIENTO en la página 96.



Requerimiento de cal en Ton/acre como CaCO₃ (o Ton de CaCO₃ por 2 x 10⁶ Lb de suelo).

Figura 13. Curva de requerimiento de cal método SMP.

- 1) mg CaCO₃ necesario para reducir el Al intercambiable a un óptimo nivel el cual no produzca daño en el crecimiento de las plantas proveyendo una adecuada cantidad de Ca, en 100 g de suelo secado en estufa.
- 2) Factor encalante. Para suelos minerales el valor del calcáreo está basado en el Al intercambiable multiplicado por un factor encalante de 1.5 a 2.0. El factor encalante de 2 a 3 podría ser usado para suelos orgánicos.

DETERMINACION DEL INDICE DE NEUTRALIZACION

El índice de neutralización es el factor enalante, obtenido del valor de neutralización multiplicado por la actividad de neutralización de un cierto diámetro de partículas.

APARATOS

1. Morteros de agar.
2. Tamiz con 8, 20, 60 mash (mallas por pulgada).
3. Balanza con 10 mg de precisión.
4. Pipetas volumétricas.
5. Placa caliente.

REACTIVOS

1. Solución de hidróxido de sodio, 1 N.
2. Solución de ácido clorhídrico, 1 N.
3. Indicador phenolphtaleina.
Disuelva 1 g de phenolphtaleína en 100 ml de ethanol.

PROCEDIMIENTO

1. Muela la muestra de roca calcárea y tamice a través de un tamiz de 60 mesh.
2. Pese 1 g de muestra fina y transfiera a un frasco erlenmeyer, añada 25 ml de solución normal de HCl y caliente sobre una placa por 30 minutos (hasta cerca de ebullición).
3. Añada alrededor de 100 ml de agua destilada y continúe hirviendo.
4. Después de enfriar, añada 3 gotas de solución indicadora y valore la solución con 1 N de NaOH hasta que aparezca un color rosado constante.

CALCULO

1. Índice de neutralización (IN) = $V_n \times A_n$
donde: V_n = Valor de neutralización.
 A_n = Actividad de neutralización.

2. Valor de neutralización (V_n) = $\frac{25 - Ml}{20}$

donde: Ml = ml 1 N NaOH utilizado para la valoración.

3. Actividad de neutralización ¹⁾ (An) (%).

Tamice 100 g de roca calcárea a través de 8 mesh, 20 mesh y 60 mesh de diámetro. $An (%) = 0.2 a + 0.6b + 1.0c$.

donde: a = el peso de la roca calcárea entre 8 a 20 mesh de diámetro.

b = el peso de la roca calcárea entre 20 a 60 mesh de diámetro.

c = el peso de la roca calcárea que pasó a través de un tamiz de 60 mesh de diámetro.

1) Porcentaje de roca calcárea el cual reacciona completamente con el suelo en 3 años

REFERENCIAS

1. ADACHI, T. 1975. Studies on the humus of volcanic ash soils-Regional differences of humus composition in volcanic ash soils in Japan. Bulletin National Institute Agriculture Science (Japan). Series B. N°.24, page 6-7.
2. ANONYM, 1975. Analysis of soil fertility, for measurement of soil fertility. The National Institute of Agricultural Science. Nishigahara, Tokyo, Japan.
3. ————. 1972. Analysis of soil physical properties. The National Institute of Agricultural Science Nishigahara, Tokyo, Japan. (En Japonés).
4. ————. 1973. Laboratory manual for soil chemical analysis. The Tropical Agriculture Research Center, Tsukuba, Japan.
5. ————. 1955. Soil survey analysis. Ministry of Agriculture and Forestry, Japan.
6. ASAMI, T. and K. KUMADA, 1959. A new method for determining free iron in paddy soils. Soil and Plant Food, Vol. 5, N°. 4, Tokyo - Japan.
7. ————. 1960. Comparison of several methods for determining free iron in soils. Soil and Plant Food, Vol. 5, N°. 3, Tokyo - Japan.
8. BEAR, F.E. 1964. Chemistry of the soil. Second edition. American Chemical Society Monograph N°. 160. Reinhold Publishing Corporation, New York. Chapman and Hall Ltd., London.
9. BLACK, C.A. 1965. Methods of soil analysis (Parts 1 and 2). N°. 9 in the series "Agronomy". American Society of Agronomy, Inc., Madison, Wisconsin, USA.
10. BLANCHARD, R.W., GEORGE REHM, and A.C. CALDWELL. 1965. Sulphur in plant materials by digestion with nitric and perchloric acid. Soil Science Society Proceedings, Scientific Journal paper N°. 5355.
11. BRADY, N.C. 1974. The nature and properties of soils, 8th. ed., Macmillan Publishing Co., Inc. New York, USA.
12. BRAY, R.H. and Kurtz, L.T. 1945. Determination of total organic, and available forms of phosphorus in soils. Soil Sci, 59; 39 - 45.
13. BRIONES, A.A. 1971. Some chemical properties of the soil, 2nd IRRI workshop on field experiment station.

14. DEWIS, J. and FREITAS, F. 1970. Physical and chemical methods of soil and water analysis. Food and Agric. Org. of the United Nations, Rome. Soil Bull, N°, 10; 1 - 275.
15. DICKMAN, S.R. and BRAY, R.H. 1940. Colorimetric determination of phosphate. Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 12; 665 - 668.
16. DUNN, L.E., 1943. Lime requirement determination of soils by mean of titration curves. Soil Sci. 56; 341 - 351.
17. HESSE. P.R., 1971. A textbook of soil chemical analysis. John Murray Publ. Ltd., London.
18. HONDA, C., 1962. Procedimiento rápido para la determinación de nitrógeno por el método de Kjeldahl., Journal Science of soil manure, Japon 33, 195 - 200 (En Japonés).
19. HYDAYAT, A., 1978. Soil Chemical análisis. Published by Japan International Cooperation Agency (JICA) in the frame work of the Indoneisa - Japan Joint Food Crop Research Program, BOGOR.
20. JAKSON, M.L., 1976. Análisis químico de suelos. Tercera edición. Ediciones Omega, S.A., Barcelona.
21. KAMPRATH, E.J., 1967. Soil acidity and response to liming. International Soil Testing Series, Tech. Bul. N°. 4.
22. KOSAKA, J., C. HONDA and A. ISEKI., 1959. A new rapid and accurate method for the determination of carbon in soils. Soils and Plant food, Vol. 5, N°. 2 page 77.
23. J. LOPEZ RITAS Y J. LOPEZ MELIDA., 1978. El diagnóstico de suelos y plantas. Tercera edición. Ediciones Mundi-Prensa, Madrid.
24. MINAMI, K., S. SHOJI and J. MASUI., 1972. Chemical tests for estimation of availability of copper and zinc in volcanic ash soils. Tohoku Journal of Agricultural Research. Vol. 23, N°. 2, July 1972.
25. OLSEN, S.R., C.V. COLE, F.S. WATANABE, and L.A. DEAN. 1954. Estimation of available phosphorus in soils by extraction with sodium bicarbonate U.S. Dept. Agric. Circ. 939.
26. RUSSELL, E.W., 1961. Soil conditions and plant growth. Ninth edition. Longmans. Green and Company, Ltd., London.

27. SCHOEMAKER, H.E., E.O. Mc. LEAN and P.F. PRATT, 1961. Buffer method for determining lime requirement of soils with appreciable amounts of extractable aluminum. Soil Sci. Soc. Amer. 25: 274 - 277.
28. TRUOG, E., 1953. Mineral nutrition of plants, p. 23, 55.
29. WALSH, L.M., and J.D. BEATON. 1973, Soil testing and plant analysis. Soil Science Society of America Inc. Madison, Wisconsin, U.S.A.
30. YUAN, T.L. and J.C.A. FISKELL, 1959. Aluminium studies. Soil and plant analysis of aluminum by modification of the aluminon method. Journal of Agriculture Food Chemistry, Vol. 7, N°. 2.

JICA

