

MANUAL PARA EL ANÁLISIS DE SUELOS AGRÍCOLAS Y AGUA PARA RIEGO



PERÚ

Ministerio
de Desarrollo Agrario
y Riego



Instituto Nacional de Innovación Agraria



BICENTENARIO
PERÚ
2024

MINISTERIO DE DESARROLLO AGRARIO Y RIEGO
INSTITUTO NACIONAL DE INNOVACIÓN AGRARIA
DIRECCIÓN DE SUPERVISIÓN Y MONITOREO DE LAS ESTACIONES EXPERIMENTALES AGRARIAS

**MANUAL PARA EL
ANÁLISIS DE SUELOS
AGRÍCOLAS Y AGUA
PARA RIEGO**





MANUAL PARA EL ANÁLISIS DE SUELOS AGRÍCOLAS Y AGUA PARA RIEGO

MINISTERIO DE DESARROLLO AGRARIO Y RIEGO

Ministra de Desarrollo Agrario y Riego

Jennifer Lizetti Contreras Álvarez

Viceministro de Políticas y Supervisión del Desarrollo Agrario

Victor Hugo Parra Puentes

Viceministro de Desarrollo de Agricultura Familiar e Infraestructura Agraria y Riego

Christian Alfredo Barrantes Bravo

Jefe del INIA

Jorge Juan Ganoza Roncal, M. Sc.

© Instituto Nacional de Innovación Agraria (INIA)

Primera edición digital:

Marzo, 2024

Publicado:

Marzo, 2024

Disponible en:

<https://repositorio.inia.gob.pe/>

ISBN:

978-9972-44-151-6

Editado por:

Instituto Nacional de Innovación Agraria (INIA)

Equipo Técnico de Edición y Publicaciones

Av. La Molina 1981, Lima-Perú

Teléf. (511) 2402100 - 2402350

www.gob.pe/inia

Todos los derechos reservados.

Prohibida la reproducción de este libro por cualquier medio, total o parcialmente, sin permiso expreso.

Hecho el Depósito Legal en la Biblioteca Nacional del Perú N° 2024-02445

Autores: Beatriz Sales-Dávila, Tomás D. Samaniego-Vivanco, Karito A. Durand-Pasco, Ángel A.

Norabuena-Segovia, Rafael J. Calderón-Espinoza, Josselyn M. Ortega-Vega, Karen E. Munayco-

Peralta / **Editora general:** Emely E. Lazo-Torreblanca / **Revisión de contenido:** Emely E. Lazo-

Torreblanca / **Diseño y diagramación:** Italo S. Sandoval Arteaga, Luis E. Calderon Paredes

Tabla de contenido

Presentación	6
1. Introducción	7
2. Muestreo y preparación de la muestra	8
2.1. Muestreo de suelos	9
2.2. Preparación de las muestras	15
3. Análisis de propiedades físicas	24
3.1. Determinación del contenido de humedad	25
3.2. Densidad aparente (método con parafina)	30
3.3. Textura del suelo (determinación del tamaño de partículas)	33
4. Análisis de propiedades químicas	40
4.1. Determinación del pH (reacción del suelo), método del potenciómetro	41
4.2. Determinación conductividad eléctrica (CE), método conductimétrico	45
4.3. Determinación de carbonatos (CaCO ₃), método de titulación	50
4.4. Determinación de materia orgánica (MO), método de Walkley & Black	55
4.5. Capacidad de intercambio catiónico y determinación de cationes intercambiables. Método de acetato de amonio 1 N, pH 7	62
4.6. Determinación de la acidez y aluminio intercambiable, método Barnhisel y Bertsch	74
4.7. Determinación del nitrógeno total, método Kjeldahl	78
4.8. Determinación del fósforo disponible	84
4.9. Determinación del potasio disponible	97
4.10. Determinación de micronutrientes: Fe, Cu, Zn y Mn	101
4.11. Determinación de boro	111
5. Análisis de la calidad del agua de riego	118
5.1. Determinación del pH	119
5.2. Determinación de la conductividad eléctrica	121
5.3. Determinación de cationes	124
5.4. Determinación de aniones	126
6. Referencias bibliográficas	136
7. Anexos	142

Presentación

El Instituto Nacional de Innovación Agraria (INIA) es el organismo técnico especializado adscrito al Ministerio de Desarrollo Agrario y Riego (MIDAGRI), que tiene como finalidad desarrollar ciencia, tecnología, innovación y transferencia tecnológica en materia agraria. Entre sus funciones especializadas, se tienen los servicios tecnológicos agrarios como la producción de semillas, plántones y reproductores de alto valor genético (bovinos, ovinos, caprinos, cuyes y camélidos sudamericanos) y servicios analíticos a productores. El análisis de suelo, agua, foliar y abonos orgánicos, es un servicio tecnológico ofrecido en los laboratorios especializados de las Estaciones Experimentales Agrarias (EEA) del INIA.

El presente manual describe los fundamentos teóricos, materiales, equipos, reactivos, procedimientos, análisis de resultados de las técnicas e interpretación de un informe de ensayo de suelo y de agua de riego. El contenido, consta de dos secciones importantes: la primera se enfoca en pruebas físicas y químicas de suelos que incluyen parámetros para evaluar la fertilidad del suelo, así como también pH, conductividad eléctrica, materia orgánica oxidable, textura, fósforo y potasio disponible, capacidad de intercambio catiónico, etc. La segunda sección se centra en el análisis físico-químico del agua de riego, en el cual se incluyen parámetros como pH, conductividad eléctrica, cationes y aniones solubles.

La selección de los métodos para los diferentes tipos de análisis debe ser realizado bajo las premisas de la investigación científica, de tal manera que los resultados obtenidos reflejen el estado actual de los suelos, y permitan establecer estrategias de manejo adecuadas para optimizar el desarrollo de los cultivos en beneficio de la agricultura y de la sociedad.

Por tal razón, el presente manual titulado "Manual para el análisis de suelos agrícolas y agua para riego" describe los métodos de análisis de suelo y agua normalizados y aprobados internacionalmente, con el fin de contribuir con la mejora y fortalecimiento del sector agrario a nivel local, regional y nacional; y está dirigido al personal de servicios técnicos analíticos, productores, estudiantes e investigadores involucrados en la actividad agrícola.

Jorge Juan Ganoza Roncal, M. Sc.

Jefe del INIA

Introducción

La degradación del suelo es un proceso degenerativo ocasionado por diversos factores como la contaminación comercial, agrícola, industrial; pérdida de tierra de cultivo, sobrepastoreo y prácticas agrícolas inadecuadas; además del cambio climático a largo plazo. Asimismo, no se descarta la posibilidad de que toda la capa superior del suelo del mundo podría volverse improductiva en 60 años si continúan las tasas actuales de pérdida (Maximillian et al., 2019), ya que su capacidad de suplir y mantener una cantidad adecuada de nutrientes se verá reducida y, por ende, las plantas cultivadas en dichas tierras no dispondrán de nutrientes necesarios para su crecimiento y desarrollo.

Para reducir las pérdidas de la capacidad productiva del suelo y producir un cultivo en él, es necesario suplir la pérdida de nutrientes y adicionar lo requerido por el cultivo. De acuerdo al tipo de manejo o fertilización del suelo, se realizan los análisis físico, químico y biológico, los cuales permitirán un buen desarrollo del cultivo con una disminución en los costos de producción, rentabilizando la actividad agrícola. Sin embargo, otros factores que intervienen en la producción agrícola deben ser tomados en cuenta en el manejo general del cultivo, tales como el clima, la cantidad y severidad de plagas y enfermedades.

McKean (1993) indica que los objetivos de un análisis de suelo son los siguientes: diagnosticar la deficiencia de un elemento en el suelo, brindar recomendaciones para la fertilización de los suelos, determinar las condiciones químicas o físicas y clasificar el tipo de suelo. Asimismo, este mismo autor menciona que la fertilidad se determina fácilmente con un análisis del suelo, teniendo varias etapas, entre ellas: el muestreo, la preparación de la muestra, el análisis físico-químico, la interpretación de los resultados y la correlación y calibración; lo cual será explicado en el presente manual.

2. MUESTREO Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

2.1 Muestreo de suelos

La precisión de los resultados de las pruebas de suelos depende mayormente del manejo y la forma de la recolección de la muestra, la cual debe ser representativa del campo de donde se tomó y la recolección y manejo de la misma no debe causar un cambio en las propiedades del suelo de interés antes del análisis de laboratorio (Pennock et al., 2008).

Al momento de planificar el muestreo se debe considerar lo siguiente:

- a. **Reconocimiento del terreno:** Identificar las áreas homogéneas con características similares de relieve, textura, estructura, color, tipo de drenaje, enclavado, fertilización y presencia de cultivos.

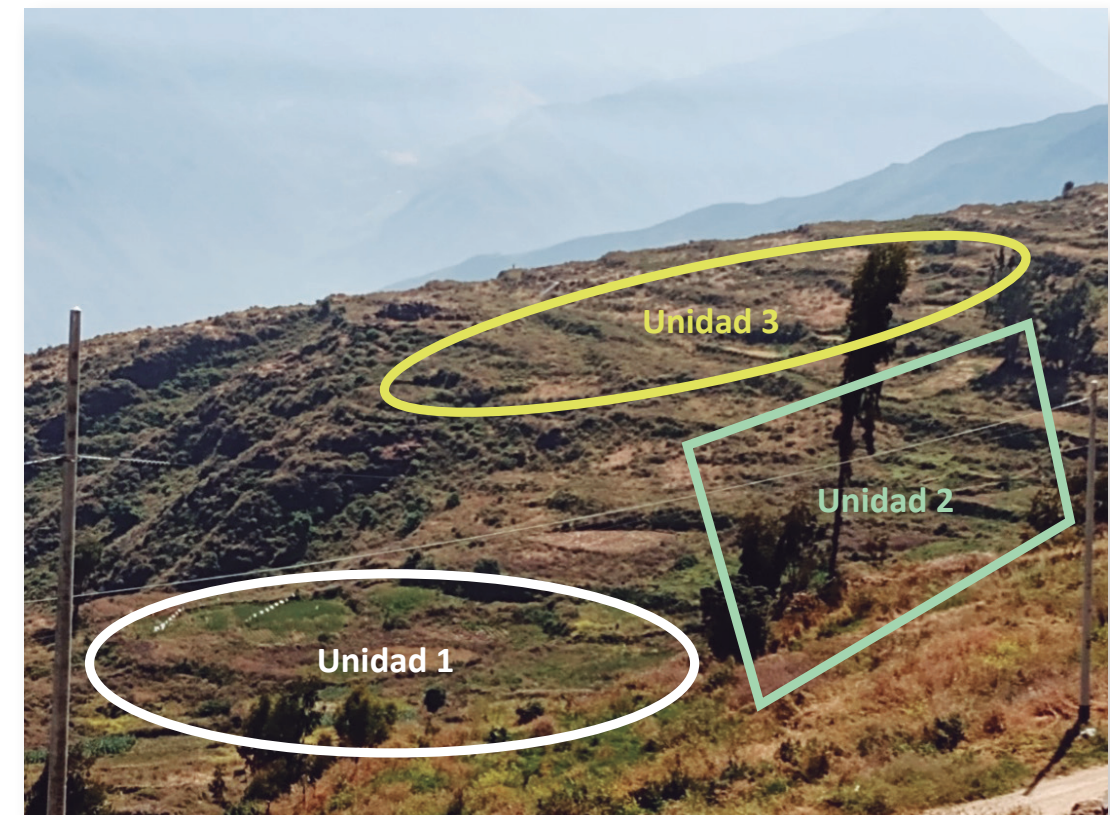


Figura 1. Determinación de áreas homogéneas

b. **Obtención de la muestra individual:** Áreas pequeñas y no uniformes deben de ser muestreadas por separado. Antes de iniciar con el muestreo se recomienda limpiar la parte superficial de cada punto escogido, aproximadamente un área de 50 x 50 cm. Si el muestreo se realiza con una lampa recta, abrir un hoyo en forma de “V” con una profundidad de 30 cm (Figura 2).



Figura 2. Muestreo de suelos

Extraer con la lampa una porción (submuestra) de 3-4 cm de espesor en forma inclinada e introducirla en un balde limpio, desechando los bordes laterales, y luego mezclarla con las 15 o 20 submuestras más que se deberán extraer. Luego, tomar una muestra representativa de aproximadamente 500 g.



Figura 3. Pasos para obtener una muestra representativa de suelos a partir de submuestras

En cultivos perennes o frutales, el procedimiento es similar al caso descrito para cultivos transitorios o semitransitorios. La variación está en la profundidad y forma: se abren los hoyos en cuatro lados del árbol, a la altura de la copa, a 30 cm de profundidad. Sin embargo, dependiendo del caso, se recomienda 0-30 cm y 30-60 cm.



Figura 4. Muestreo en especies arbóreas

Para asegurar la toma de un volumen uniforme de suelo a lo largo de diferentes profundidades de muestreo, es recomendable utilizar sondas de suelo y barrenas diseñadas para este propósito. Sin embargo, de no contar con dichas herramientas es posible utilizar palas de hoja plana.



Figura 5. Materiales para muestreo de suelos con (a) barreno y (b) pala de hoja plana

c. **Obtención de muestra compuesta:** Consiste en realizar diferentes patrones de recorrido en cada área seleccionada dentro de un mismo lote, como se describe en la Figura 6.



Figura 6. Distintos patrones de muestreo: (a) tresbolillo, (b) zigzag, (c) en equis, (d) cuadrangular, (e) líneas paralelas y (f) recorrido en S

Para ello, se toman entre 10 a 30 muestras individuales o submuestras que luego se colocarán en un balde o costal grande para ser mezcladas (hasta que presente una buena homogeneización), para luego tomar 1 kg de suelo en una caja o bolsa de plástico y ser enviada al laboratorio.

- d. Profundidad:** Por lo general, las muestras se toman en la capa arable del suelo (0-15 cm), sin embargo, dependiendo de las necesidades se pueden muestrear diferentes profundidades. Las combinaciones de profundidad de muestra más comúnmente utilizadas son: 0-15 cm y 15-60 cm, o 0-30 cm y 30-60 cm. Sin embargo, si se espera que el nutriente del suelo de interés se estratifique por profundidad, como ocurre con los nutrientes altamente móviles solubles en agua, los incrementos de muestreo adicionales ayudarían a garantizar recomendaciones precisas.
- e. Etiquetado:** Se realiza siempre que sea posible etiquetar la muestra con la información necesaria para la adecuada identificación de la misma. Un ejemplo de etiqueta se muestra en la Figura 7.

IDENTIFICACION DE LA MUESTRA

Cliente: DNI / RUC:

Propietario/Productor:

Parcela/Lote:

Sector/Comunidad/Casero:

Distrito: Provincia: Departamento:

Ubicación UTM: Altitud:

Fecha y Hora de muestreo: Fecha de Recepción:

Tipo de Matriz:

Cultivo anterior:

Cultivo a instalar o mantenimiento:

Tipo de análisis:

Recepcionado por: Código Laboratorio:

Condiciones de recepción:
 Envases adecuados y en buen estado: SI () NO () NA () Obs:

Dentro del plazo de pericibilidad: SI () NO () NA ()

F-44 / Ver.02

Figura 7. Modelo de etiqueta para muestra de suelo

Recomendaciones

- No mezclar muestras de diferentes lotes.
- No tomar muestras de un campo que ha sido recientemente fertilizado.
- No tomar muestras de lugares:
 - ▶ Al pie de cercas o zanjas.
 - ▶ Con acumulaciones de materiales vegetales o estiércol.
 - ▶ Donde hubieron quemadas recientes.
 - ▶ Pantanosos o de acumulación de sales.

2.2. Preparación de las muestras

Principio

La NOM-021-RECNAT-2000 [AS-01] (Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales [SEMARNAT], 2002, pp. 10-12) establece que es muy importante la preparación de la muestra, al igual que la muestra de suelo y el análisis; ya que, de existir errores en estas etapas del proceso, se obtendrían resultados de ensayos físico-químicos inválidos. La muestra de suelo incluye diferentes etapas de proceso con el fin de asegurar que se encuentre en óptimo estado y así obtener resultado de ensayos de calidad analítica. El desarrollo de estas actividades debe darse en condiciones ambientales adecuadas y limpias.

La misma norma establece consideraciones a tener en cuenta para coleccionar y preparar la muestra de suelo para realizar análisis de metales tóxicos:

- El riesgo de contaminar al momento de coleccionar y preparar la muestra teniendo en cuenta los dispositivos usados, pueden darse en proporciones altas; sobre todo cuando se trabaja con elementos que contienen concentraciones muy pequeñas.
- Utilizar material de polietileno para evitar la contaminación de elementos como cadmio, plomo y zinc.
- Después de tamizada, la muestra debe ser empacada para su posterior análisis. El tamizado debe darse en un tamiz de malla 10 de acero inoxidable.

2.2.1 Metodología ISO 11464:2006

La Metodología ISO 11464:2006 (International Organization for Standardization (ISO), 2006) establece lo siguiente.

Equipos

- Estufa de secado.
- Liofilizador (opcional).
- Trituradora, molino, mortero, martillo de madera u otro martillo con cabeza blanda.
- Tamiz, conforme a ISO 565, con apertura de 2 mm.
- Agitadores mecánicos.
- Espátulas.
- Balanza analítica con precisión de hasta 0.1 g.
- Balanza, con precisión de hasta 1g.

Procedimiento

En varias etapas del procedimiento, el analista deberá tomar decisiones, especialmente si los diferentes tamaños de partícula deben combinarse o tratarse por separado: esto dependerá de la naturaleza del suelo y los objetivos del programa analítico. La muestra se volverá a homogeneizar después de que se haya llevado a cabo cualquier operación de separación, tamizado o triturado que pueda haber resultado en la segregación de partículas de diferentes tamaños.

Cabe mencionar que se recomienda tomar precauciones especiales con muestras de suelos potencialmente peligrosos. Evite cualquier contacto con la piel y tome las medidas necesarias para el secado (extracción de aire, ventilación, etc.). Se debe tener cuidado para evitar la contaminación de la muestra a través del aire o por el polvo (por ejemplo, de la atmósfera del laboratorio o entre muestras almacenadas o procesadas cerca unas de otras).

Se recomienda que el pretratamiento del material del suelo siempre se realice en una habitación utilizada sólo para este propósito, y se encuentre alejada de los lugares donde se realizan las mediciones analíticas. Si la muestra tiene una consistencia similar al polvo, parte de ella puede perderse y esto puede alterar sus propiedades físico-químicas.

a. Descripción de la muestra

Examine la muestra tal como se recibió y registre la descripción, incluidos los detalles de materiales extraños, restos de vegetación y otras características notables o relevantes.

b. Secado

Se pueden secar las muestras al aire o en una estufa por 24 h, o hasta lograr la pérdida de masa de la muestra de suelo hasta que obtenga un valor inferior a 5 % (fracción de la masa). Una vez completado el proceso de secado, se debe determinar y registrar la masa total de la muestra seca.

Para acelerar el proceso de secado, se debe descomponer el tamaño de los agregados más grandes (mayores de 15 mm) durante el proceso. Cuando las muestras se sequen al aire, se han de triturar ligeramente a mano con un martillo de madera o un mortero, teniendo mucho cuidado de evitar la contaminación. Cuando las muestras se secan en un horno, se recomienda retirarlas de éste temporalmente y tratarlas de la misma manera. Este procedimiento también facilita la separación de partículas mayores a 2 mm.

El porcentaje de humedad, el espesor de la capa, el tipo de material y del aire, y la tasa de ventilación definen el tiempo de secado de la muestra de suelo. En una estufa, el tiempo de secado para suelos arenosos no suele ser superior a 24 horas, y para suelos arcillosos, más de 48 horas. Para suelos que contienen una gran proporción de materia orgánica fresca (por ejemplo, raíces de plantas, etc.), es posible que se requieran entre 72 y 96 horas.

- **Secado al aire:** Extender todo el material, en una capa no superior a 5 cm, sobre una bandeja que no absorba la humedad del suelo y que no provoque contaminación. Es fundamental que se evite la luz solar directa y que la temperatura no supere los 40 °C.

- **Secado en estufa:** Extender todo el material, en una capa no superior a 5 cm, sobre una bandeja de material que no absorba la humedad del suelo y que no provoque contaminación. Introducir la bandeja en la estufa y secar a una temperatura que no supere los 40 °C.

c. Triturado y remoción de materiales gruesos

- **Separación de piedras y otros:** Si el suelo ha sido secado en grandes agregados será necesario triturar la muestra, para lo cual, los materiales extraños como piedras, fragmentos de vidrio y basura, deben retirarse de la muestra seca. Este proceso puede ser facilitado por el uso de un tamiz y por la recolección manual de los fragmentos más grandes. Se debe tener cuidado para minimizar la cantidad de material fino adherido a la materia extraña eliminada. Determinar y registrar la masa de cualquier materia eliminada en esta etapa.

Si el material a examinar es un suelo o un desecho contaminado, el analista puede desear triturar la muestra completa; incluidos, por ejemplo, trozos de escoria, para pasar el tamiz de 2 mm.

- **Triturado:** Si se ha utilizado un tamiz de 2 mm para facilitar la eliminación de materias extrañas, las partículas grandes secas que queden en el tamiz deben triturarse (con un equipo adecuado) hasta que sean más pequeñas. Toda la muestra que pasa por el tamiz debe pesarse y mezclarse bien.

Si la fracción de agregados mayores a 2 mm es baja, puede ser más eficiente tamizar las partículas más pequeñas que 2 mm antes del triturado. En casos especiales, se puede triturar toda la muestra. Las fracciones pueden recombinarse después de triturarlas usando un mezclador mecánico .

d. Submuestreo

El submuestreo es necesario cuando la muestra no puede almacenarse (muestra de laboratorio y muestra de archivo) o usarse (muestra analítica) por completo, debido a su tamaño. Para la preparación de una muestra de laboratorio, dividir la muestra seca, triturada y tamizada en porciones representativas de 200-300 g. Para la preparación de una muestra analítica, divida la muestra de laboratorio en porciones según parámetro a determinar. Evite la producción de polvo tanto como sea posible.

- **Submuestreo a mano (cuarteo):** Mezclar bien la muestra de suelo y extenderla en una capa fina sobre una bandeja que no influya en la composición de la muestra. Separe el suelo por igual en cuatro porciones (cuadrantes). Combine dos de las cuatro porciones en diagonal, rechazando las otras dos. Repita este procedimiento hasta obtener la cantidad de suelo deseado.
- **Submuestreo mecánico:** Existe una variedad de equipos apropiados para el submuestreo, a menudo fabricados de acuerdo con las normas nacionales. Estos pueden usarse para submuestreo de acuerdo con la norma nacional apropiada y las instrucciones del fabricante.

e. Molienda

Si se va a tomar una muestra analítica menor a 2 g para el análisis, es preferible que toda la submuestra se muele hasta obtener un tamaño menor a 250 μm de partícula, antes de realizar una submuestra adicional para el análisis.

Se recomienda moler una submuestra de suelo preparado para ser nuevamente molida hasta que la submuestra íntegra pase por un tamiz de 250 μm , o de un tamaño especificado en la metodología a probar. Si se va a realizar más de un análisis, se triturará suficiente material hasta el tamaño de partícula más pequeño especificado, para permitir que todos los análisis se realicen en esta submuestra.

Cabe mencionar que no se permite la molienda para determinar algunos parámetros con extracciones químicas porque aumenta la superficie de la muestra y, por tanto, su reactividad.

Si es necesario, la fracción mayor a 2 mm se puede moler y mezclar con la fracción menor a 2 mm, antes de realizar el análisis químico.

2.2.2 Metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-01]

Equipos y materiales

De acuerdo a la metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-01] (SEMARNAT, 2002, pp. 10-12) se requiere lo siguiente:

- Etiquetas.
- Rodillo de madera.
- Cilindro de madera.
- Cuadernillo de registro.
- Tamiz de 2 mm.
- Botes de vidrio de 1 L.
- Hojas de plástico de 40 x 70 cm.
- Balanza analítica con precisión de hasta 0.1 g

Procedimiento

a. Recepción y registro

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-01] (SEMARNAT, 2002, pp. 10-12) establece:

- Las muestras son recepcionadas y registradas con la debida identificación de campo.
- Tener en cuenta los contenidos de la Figura 7.
- Para facilitar el manejo interno del desarrollo de actividades una vez ingresada la muestra se asignará un código.



Figura 8. Recepción de muestras de suelos

b. Secado

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-01] (SEMARNAT, 2002, pp. 10-12) indica:

- La fase de secado se realiza para facilitar el tamizado y obtener una buena homogeneización de la muestra de suelo.
- El secado de la muestra se realiza a medio ambiente.
- El secado de la muestra de suelo debe darse sobre un papel extendido o también sobre fibra de vidrio.
- La profundidad inferior que debe extenderse la muestra para el secado es de 2.5 cm, a una temperatura menor de 35 °C y humedad relativa entre 30-70 %.



Figura 9. Secado de muestras de suelos al aire

c. Molienda

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-01] (SEMARNAT, 2002, pp. 10-12) establece que:

- Antes de empezar la molienda se deben separar los materiales gruesos de la muestra.
- La molienda de la muestra de suelo se hace con un rodillo, como se aprecia en la Figura 10.



Figura 10: Molienda de muestra de suelo

d. Tamizado

De acuerdo a la metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-01] (SEMARNAT, 2002, pp. 10-12) se establece que:

- Una vez molido el suelo pasa por un tamiz de 2 mm de diámetro (malla 10). Cabe mencionar que, para hacer el diagnóstico de la fertilidad de suelo, el grado de fineza del tamizado es lo más requerido en la mayoría de los análisis.
- Para realizar los análisis físico-químicos se separa una muestra del suelo tamizado de 500-800 g.



Figura 11. Tamizado de muestra de suelo

e. Homogeneizado

La Metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-01] (SEMARNAT, 2002, pp. 10-12) indica:

- Esta fase del proceso es muy importante, ya que luego va al empaque y la muestra se encuentra en óptimas condiciones para ser analizadas.
- El homogeneizado se realiza girando la muestra en diferentes direcciones.

f. Pesado

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-01] (SEMARNAT, 2002, pp. 10-12) menciona que, de la muestra de suelo debidamente tamizada y homogeneizada, se extrae la submuestra que va a ser analizada para cada determinación analítica (entre 200-300 g). Luego a esta submuestra extraída se pesa en la balanza analítica, todo ello teniendo en cuenta la magnitud de pesada a trabajar.

g. Almacenamiento

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-01] (SEMARNAT, 2002, pp. 10-12) indica:

- Las muestras analizadas son almacenadas como custodia para cualquier circunstancia de solicitud de pedido de repetición o estudio.
- Los recipientes deben permanecer herméticamente cerrados y debidamente clasificados. Se recomienda conservar el número de registro del laboratorio.
- La muestra almacenada puede sufrir cambios (tenerlo en cuenta en caso se desee volver a utilizar). Para ello no olvidar indicar si el informe de ensayo pertenece a muestras recientes o almacenadas.

Asimismo, se debe considerar las condiciones ambientales de almacenamiento a fin de que la muestra conserve sus características fisicoquímicas.

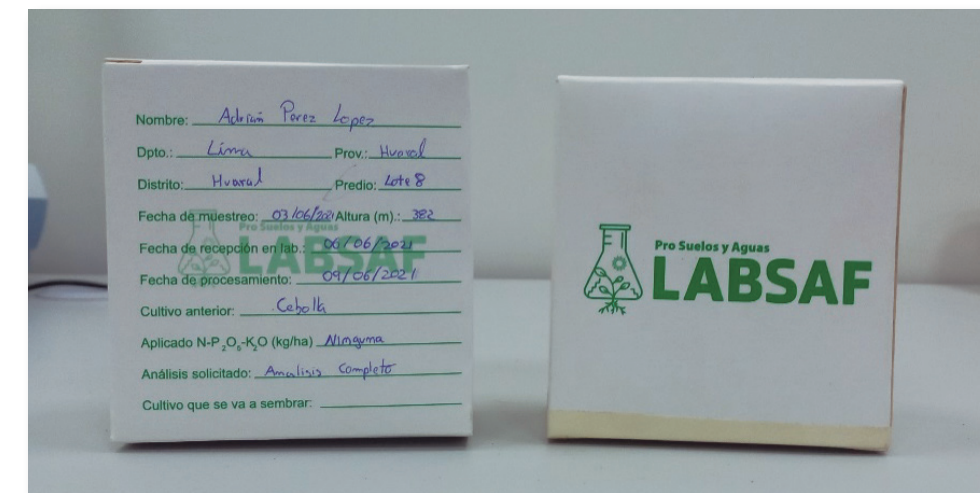


Figura 12. Muestras identificadas para su almacenamiento

3. ANÁLISIS DE PROPIEDADES FÍSICAS

3.1. Determinación del contenido de humedad

Principio

Cuando hablamos del contenido de humedad se refiere a la cantidad de masa o volumen de agua que se encuentra en una masa de suelo en un momento determinado. Generalmente se determina por pérdida de peso de una muestra de suelo con contenido de humedad porcentual original después de ser secada en una estufa de aire a 105 °C.

La pérdida en peso se expresa en porcentaje sobre la base de peso seco (Porta et al., 2003). La humedad presenta una gran variabilidad espacio-temporal. Además, al ser sometida a 105 °C, algunas fracciones de la materia orgánica y otros compuestos volátiles pueden ser descompuestos, por lo que la muestra no puede ser usada para otro ensayo (Bazán 2017).

3.1.1. Metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-05]

Equipos y materiales

De acuerdo a la metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-05] (SEMARNAT, 2002, pp. 16) se requiere:

- Desecador
- Cápsulas de aluminio para humedad
- Estufa con circulación de aire
- Balanza de capacidad de 0.01 g
- Pinzas

Procedimiento

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-05] (SEMARNAT, 2002, pp. 16) recomienda lavar, limpiar e identificar las cápsulas de aluminio a ser utilizadas, además de lo siguiente:

- En una estufa, por un periodo de 8 horas y a 105 °C, colocar las cápsulas y registrar el peso; luego, volver a introducir las cápsulas a la estufa hasta obtener el peso constante. Una vez que las cápsulas son retiradas de la estufa pasan a un desecador para su enfriamiento.
- Haciendo uso de las pinzas, sacar las cápsulas frías del desecador y tararlas completamente, incluyendo las tapas; resultando en el peso de la cápsula.
- Obtener la muestra de aproximadamente 30-50 g y colocarla en la cápsula de aluminio. Si la muestra va a ser transportada, se deberá asegurar que la cápsula esté bien cerrada.
- Luego, pesar la cápsula conteniendo el suelo húmedo (PC+Wsh).



Figura 13. Secado de muestras de suelo en la estufa

- A 105 °C, introducir a la estufa la tapa en la parte inferior.
- Al cabo de 24 horas sacar la cápsula de la estufa y colocar en el desecador hasta que se enfríe para luego pesarlo. Este peso será el peso de la cápsula más el peso del suelo seco (PC + Wss).
- Colocar nuevamente la cápsula a la estufa por 1 hora y después retirarla, dejarla enfriar en el desecador y pesar. Repetir este procedimiento hasta obtener el peso constante.



Figura 14. Muestras secas de suelo para el pesado final

Cálculos

$$\text{Humedad (\%)} = \frac{(\text{PC} + \text{Wsh}) - (\text{PC} + \text{Wss})}{(\text{PC} + \text{Wss}) - \text{PC}} \times 100 \%$$

Donde:

PC = Peso de la cápsula (g)

Wsh = Peso de suelo húmedo (g)

PC+Wsh = Peso de la cápsula más el peso del suelo húmedo (g)

PC + Wss = Peso de la cápsula más el peso del suelo seco (g)

3.1.2. Metodología ASTM 2974-20e1: Determinación de humedad, contenido de cenizas y material orgánico de turba y otros suelos orgánicos

De acuerdo a la American Society for Testing and Materials [ASTM] (2020) se tiene lo siguiente:

a. Método de prueba A

- Registrar con precisión 0.01 g la masa de un plato o cápsula de porcelana equipado con una cubierta de papel de aluminio resistente. El recipiente debe tener una capacidad no menor a 100 mL.
- Colocar una muestra de ensayo de al menos 50 g en el recipiente descrito.
- Triture los agregados blandos con una cuchara o espátula. El grosor de la capa de suelo en el recipiente no debe exceder los 3 cm.
- Cubra inmediatamente con la cubierta de papel de aluminio y registre la masa con una precisión de 0.01 g.
- Secar sin tapar durante al menos 16 horas a 105 °C o hasta que no hayan cambios en la masa de la muestra, después de periodos de secado adicionales superiores a 1 hora. Retirar de la estufa, tapar bien, enfriar en un desecador y registrar la masa con una precisión de 0.01g.

Cálculos para el método de prueba A

Calcule el contenido de humedad de la siguiente manera:

$$\text{Contenido de humedad (\%)} = \frac{(A - B)}{A} \times 100$$

Donde:

A = masa de la muestra de ensayo recibida (g)

B = masa de la muestra secada al horno (g)

Este cálculo se utiliza —principalmente— para fines agrícolas, forestales, energéticos y hortícolas; y el resultado debe denominarse porcentaje de humedad de campo.

Un cálculo alternativo es el siguiente:

$$\text{Contenido de humedad (\%)} = \frac{(A - B)}{B} \times 100$$

Donde:

A = muestra de ensayo recibida (g)

B = masa de la muestra secada al horno (g)

Este cálculo se utiliza para fines geotécnicos, y el resultado debe denominarse como porcentaje de humedad según el peso seco.

Se recomienda tener cuidado de indicar el método de cálculo utilizado.

b. Método de prueba B

La ASTM (2020) menciona lo siguiente:

- Este método de prueba debe usarse cuando se determina el contenido de pH, nitrógeno, la capacidad de intercambio catiónico y similares.
- Seleccionar una muestra de prueba representativa de 100 a 300 g.
- Determinar la masa de la muestra de ensayo con una precisión de 0.01 g y esparcir uniformemente en una bandeja grande y plana. Triturar los agregados blandos con una cuchara o espátula y dejar que la muestra alcance el equilibrio de humedad con el aire del ambiente. Esto requerirá al menos 24 horas. Revolver ocasionalmente para mantener la máxima exposición al aire de toda la muestra.

- Cuando la masa de la muestra alcance un valor constante, calcular la humedad eliminada durante el secado al aire, como el porcentaje de humedad de campo.
- Triturar una porción representativa de la muestra secada al aire durante 1 a 2 min en una licuadora de alta velocidad. Usar la porción molida para pruebas de humedad, cenizas, nitrógeno, capacidad de intercambio catiónico y similares.
- Mezclar completamente la muestra molida secada al aire. Pesar con una precisión de 0.01 g el equivalente a 50 g de muestra de ensayo. Luego, calcular según la siguiente fórmula:

$$\text{Masa de muestra equivalente (g)} = 50 - \frac{50 \times N}{100}$$

Donde:

N = humedad eliminada en el secado al aire.

De aquí en adelante se sigue con la metodología A de forma completa.

Cálculos para el método B

Calcular el contenido de humedad de la siguiente manera:

$$\text{Contenido de humedad (\%)} = (50 - B) \times 2$$

Donde:

B = muestra secada a estufa, en gramos.

Este cálculo determina el contenido de humedad como porcentaje de humedad de campo. Un cálculo alternativo es el siguiente:

$$\text{Contenido de humedad (\%)} = \frac{(50 - B)}{B} \times 100$$

Este cálculo da el porcentaje de humedad según el peso seco.

3.2. Densidad aparente (método con parafina)

Principio

Este parámetro permite caracterizar el estado de compactación del suelo en respuesta al uso de la tierra y las prácticas de su manejo. La densidad aparente refleja la masa o el peso de cierto volumen del suelo. Infiere en otros parámetros físico-químicos, como en la infiltración (velocidad de entrada de agua al suelo), la porosidad, la profundidad efectiva, la proliferación de las raíces y la disponibilidad de nutrientes. Un aumento de la densidad aparente implica una disminución de macroporos y un aumento de mesoporos y microporos; y los cambios resultantes impactan en la conductividad hidráulica (Indoria et al., 2020).

El método de la parafina tiene la ventaja de no requerir la toma y el traslado de grandes masas de suelo, además de no requerir el uso de cilindros. También es útil si se desea conocer la densidad de los agregados de un tamaño determinado. El método consiste en recubrir un agregado de suelo con una película de parafina sólida que, mediante pesadas en aire y agua, se determina el volumen desplazado (Blake y Hartge, 1986). En general se requieren al menos tres repeticiones por situación a analizar —es decir, aproximadamente 3 terrones dan la certeza obtenida con 1 muestra de cilindro—. Es necesario conocer la densidad de la parafina sólida, la cual posee está entre 0.8-0.9 g/cm³ (Sandoval et al., 2012).

3.2.1. Metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-03]

Equipos y materiales

- Vaso de precipitado (500 ml de capacidad).
- Parafina (entre 56-60 °C como punto de fusión).
- Terrones de suelo, 2 cm de diámetro como máximo.
- Hilo de algodón.
- Termómetro.
- Estufa.
- Balanza analítica.

Procedimiento

Según la metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-03] (SEMARNAT, 2002, pp. 13-14) se siguen los siguientes pasos:

- Colocar entre 2-3 terrones de suelo en una estufa a 105 °C y llevar a peso constante.
- Atar con el hilo de algodón y bien sujeto a uno de los terrones y el otro extremo en forma de lazo, con el fin de sujetar al brazo del platillo de la balanza.
- El peso del terrón al aire se obtiene pesándolo sujeto al brazo del platillo de la balanza.

- Derretir la parafina a 60 °C y sumergir el terrón hasta la presencia de una capa delgada.
- Una vez obtenido el terrón cubierto por una capa delgada de parafina, se procede a realizar su pesado.
- Para registrar el peso del terrón sumergido en agua, se pesa el terrón parafinado sumergido en el agua de forma adecuada al interior de la balanza.

Cálculos

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-03] (SEMARNAT, 2002, pp. 13-14) indica:

a. La masa de agua desplazada por el terrón es igual a la suma de su volumen y de la parafina

$$(V_t + V_p) = (P_{tpa}) - (P_{tpw})$$

Donde:

- Densidad del agua = 1 g/cm³
- V_t = Volumen del terrón
- V_p = Volumen de la parafina
- D_p = Densidad de la parafina
- P_{tpa} = Peso del terrón parafinado
- P_{tpw} = Peso del terrón sumergido en agua

b. Volumen de la parafina

$$V_p = \frac{(P_{tpa}) - (P_{ta})}{0.9}$$

Donde:

- Densidad de la parafina (D_p) = 0.9 g/cm³
- P_{tpa} = Peso del terrón parafinado
- P_{ta} = Peso del terrón

c. Densidad aparente

$$D_a \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{P_{ta}}{V_t}$$

Donde:

- P_{ta} = Peso del terrón
- V_t = Volumen del terrón

Nota:

Para hacer la corrección de la densidad del agua por efecto de temperatura, tener en cuenta la Tabla 1.

Temperatura (°C)	Densidad del agua (g/cm³)
10	0.99970
12	0.99950
14	0.99924
16	0.99894
18	0.99860
20	0.99820
22	0.99770
24	0.99730
26	0.99678
28	0.99623
30	0.99565
32	0.99503
34	0.99437
36	0.99369

Tabla 1. Relación de la densidad del agua con la temperatura

Tipos de suelos	g/cm³
Orgánicos y volcánicos	< de 1.00
Minerales	
Arcillosos	1.0-1.19
Francos	1.20-1.32
Arenosos	> a 1.32

Tabla 2. Interpretación de resultados para determinar los tipos de suelos

3.3. Textura del suelo (determinación del tamaño de partículas)

Principio

Bouyoucos (1962) propuso el método del hidrómetro, que se basa en la ley de Stokes que establece una relación entre el tamaño de las partículas y la velocidad de sedimentación.

Ley de Stokes

Las partículas se evalúan por su velocidad de sedimentación de la suspensión en una solución de agua, lo cual es útil para cuantificar el tamaño de las partículas. Medina-González et al. (2007) explican de forma más detallada que, sobre una partícula de suelo en una solución líquida, actúan dos fuerzas fundamentales. Una de las fuerzas, Fab (fuerza constante), dirigida hacia abajo, dada por diferencia de peso entre la partícula de suelo y el líquido desplazado:

$$F_{ab} = g (m_s - m_l)$$

Donde:

- g = Aceleración de la gravedad
- m_s = Masa de las partículas del suelo
- m_l = Masa del líquido desplazado
- F_{ab} = Fuerza constante

Considerando que la partícula tiene forma perfectamente esférica, la ecuación anterior puede ser escrita como:

$$F_{ab} = 1/6 \pi g X^3 (\rho_s - \rho_l)$$

Donde:

- X = Diámetro de la partícula
- ρ_s = Densidad del suelo
- ρ_l = Densidad del líquido

La otra fuerza que actúa sobre la partícula es la fuerza de Stokes (F_{ar}), y está dirigida hacia arriba:

$$F_{ar} = 3\pi X \eta v$$

Donde:

- η = Viscosidad del líquido
- v = Velocidad de caída de la partícula
- F_{ar} = Fuerza de Stokes

A medida que se incrementa la velocidad de la partícula, como consecuencia de la fuerza constante F_{ab} , se incrementa F_r . Cuando esta se iguala a F_{ab} , la partícula desciende con velocidad constante. Igualando ambas expresiones, se obtiene que la velocidad final de la partícula está dada por:

$$v = g(\rho_s - \rho_l) \times r^2 / 18\eta$$

Cuando se utiliza esta ecuación se asumen cuatro principios fundamentales: (1) la velocidad v se alcanza tan pronto como comienza la decantación del suelo, (2) la decantación y la resistencia son únicamente influenciadas por la viscosidad del fluido, (3) las partículas son lisas y esféricas, y (4) no existe interacción entre partículas individuales.

Determinación con el hidrómetro

En la lectura se toma en cuenta los errores asociados a la fluctuación de temperatura en la solución, el incremento de la densidad de la solución producto del dispersante, y el error asociado al menisco del líquido a la hora de realizar la lectura. En este método se calcula el porcentaje de partículas en suspensión de la siguiente manera:

$$P = \frac{R_{SSSA}}{M_s} \times 100$$

Donde:

P = Porcentaje de partículas en suspensión

R_{SSSA} = Lectura corregida del hidrómetro, calculada sustrayendo la lectura en la solución blanco (es decir, sin muestra) a la lectura tomada con el suelo (con muestra) en suspensión.

M_s = Muestra de suelo

3.3.1. Metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-09]

Equipos y materiales

- Hidrómetro de Bouyoucos.
- Probeta (1 L).
- Cilindro de Bouyoucos.
- Agitador para textura (de dispersión).
- Agitador manual.
- Termómetro.

Reactivos

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-09] (SEMARNAT, 2002, pp. 21-23) menciona:

- Agua oxigenada al 30 %.
- Oxalato de sodio saturado. Pesar 30 g de oxalato de sodio y disolver en 1 L de agua destilada.
- Metasilicato de sodio. Pesar 50 g de metasilicato de sodio, disolver en 1 L de agua y enrasar. Realizar la lectura con el hidrómetro.
- Hexametáfosfato de sodio $[(Na_3PO_3)_6]$. Pesar 50 g de $(Na_3PO_3)_6$, disolver en agua destilada y enrasar a 1 L.

Procedimiento

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-09] (SEMARNAT, 2002, pp. 21-23) brinda las siguientes pautas:

- Pesar 60 g de suelo de textura fina o 120 g de suelo de textura gruesa en un vaso de precipitado de 0.5 L. Agregar 40 mL de agua oxigenada y luego evaporar hasta secar. Agregar 40 mL más y observar la reacción. Volver a evaporar a sequedad y repetir hasta que no haya presencia de efervescencia al agua oxigenada (dos adiciones son suficientes para la mayoría de los suelos).
- Después de eliminar la materia orgánica y llevar el suelo a sequedad, pesar 50 g de suelo de textura arcillosa o 100 g de suelo de textura arenosa y ponerlos en un vaso de precipitado de 250 mL. Agregar agua hasta cubrir la superficie con una lámina de 2 cm, luego agregar 5 mL de oxalato de sodio y 5 mL de metasilicato de sodio, y dejar en reposo por 15 min (si el suelo tiene mucha arcilla puede prolongarse el tiempo hasta 30 min).
- Llevar el contenido de muestras de los vasos de precipitado a las copas del agitador mecánico, pasando todo el material con la ayuda de una piseta. Activar los agitadores y proceder a dispersar 5 min. Terminado el tiempo de agitación, quitar la copa del dispersor y pasar el contenido a una probeta de 1 L o al cilindro de Bouyoucos, enjuagando la copa con agua destilada y con ayuda de una piseta.
- Añadir agua destilada hasta completar 1 L con el hidrómetro dentro de la suspensión en el caso de la probeta, y si utiliza el cilindro de Bouyoucos llevar a 1113 mL con el hidrómetro dentro de la suspensión. Retirlo y agitar a mano la suspensión por 1 min.
- Registrar las lecturas después de 2 horas de terminada la dispersión. Para ello, introducir el hidrómetro en la probeta 20 segundos antes de hacer la lectura final y, 40 segundos después, realizar la lectura final propiamente dicha. También se mide la temperatura de la suspensión.

Cálculos

De acuerdo a la metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-09] (SEMARNAT, 2002, pp. 21-23) se establece lo siguiente:

- Corregir las lecturas del hidrómetro agregando 0.36 °C por cada grado centígrado por encima de 19.5 °C, restando la misma cantidad por cada grado inferior a dicha temperatura (tabla de corrección por temperatura).

- La lectura a los 40 segundos multiplicada por 2, es igual al porcentaje de arcilla más limo. Restando de 100, se obtiene el porcentaje de arena.
- La lectura obtenida a 2 h multiplicada por 2, es igual al porcentaje de arcilla. El porcentaje de limo se obtiene por diferencia.
- Con los porcentajes de limo, arena y arcilla se determina la textura correspondiente con el triángulo de textural (Figura 15).

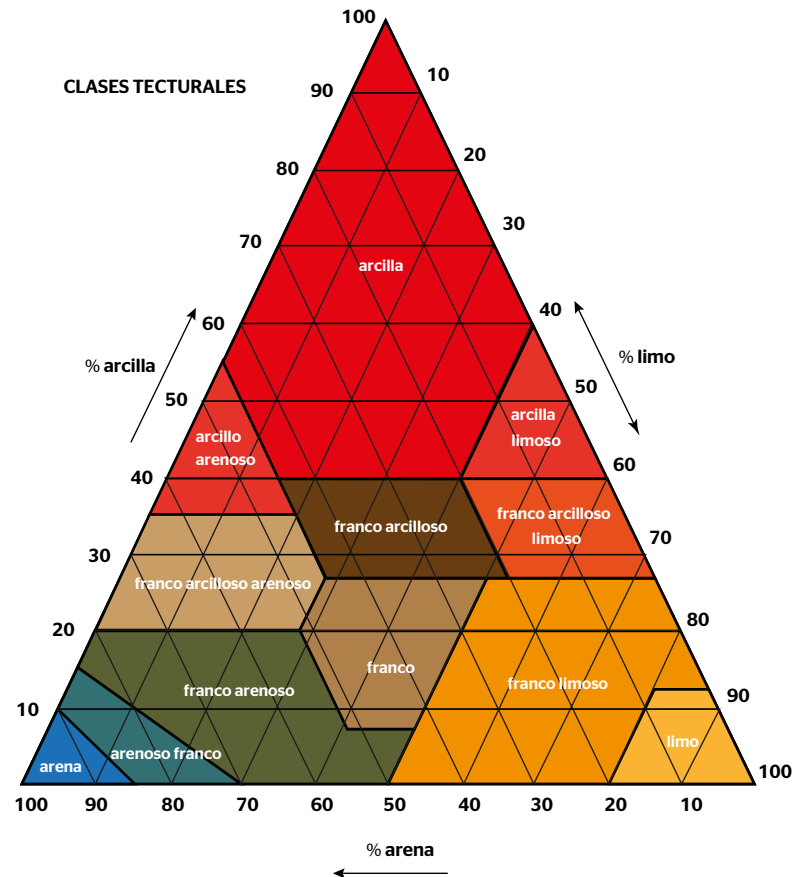


Figura 15. Triángulo textural (United States Department of Agriculture [USDA], 2017)

Nota:

No multiplicar por 2 si se trabaja con 100 g de suelo, porque la calibración del hidrómetro está en porcentaje considerando el mismo peso del suelo.

3.3.2. Metodología empleada en la EEA Donoso

Equipos y materiales

- Balanza electrónica (mínimo con dos decimales).
- Dispensador eléctrico tipo Hamilton Beach.
- Hidrómetro de Boyoucos ASTM 152H (g/L).
- Cronómetro.
- Termómetro de vidrio o digital.
- Probeta de sedimentación (1000 mL o 1130 mL).
- Papel parafilm 4" x 250".
- Agitador de madera.
- Piseta de 1 L.

Reactivos

- Hexametáfosfato o polifosfato de sodio.
- Carbonato de sodio.
- Alcohol isoamílico o amílico.
- Agua destilada o desionizada.
- Agente dispersante: solución de hexametáfosfato de sodio y carbonato de sodio. Pesar 37.5 g de Hexametáfosfato de sodio y 7.94 g de Carbonato de Sodio, disolver y enrasar a volumen de 1 L con agua destilada.



Figura 16. Dispensador eléctrico múltiple

Procedimiento

- Tarar 50 g de suelo (tierra fina seca al aire).
- Pasar la muestra al vaso metálico para la dispersión, adicionar agua destilada o desionizada hasta aproximadamente un tercio por debajo del volumen final, y agregar 10 mL de la solución de hexametáfosfato (solución dispersante) e insertar el vaso de dispersión en el agitador de textura.
- Prender el equipo y agitar por 5 min.
- Trasegar la suspensión de suelo a la probeta de sedimentación (tener en cuenta que al inicio esta probeta debe contener agua destilada, aproximadamente 250 mL, antes de trasegar la suspensión). Lavar el vaso de dispersión con agua destilada o desionizada y enrazar la probeta a 1 L.
- Agitar la suspensión haciendo uso del agitador de madera —esta agitación debe ser vigorosa y de arriba hacia abajo—, unas cinco veces. Esta fase del proceso también se puede realizar tapando la probeta con papel parafilm agitando por 1 min hasta homogenizar.
- Luego se introduce el hidrómetro durante 40 s.
- Después de ese tiempo se hace la primera lectura con el hidrómetro de Boyoucos. En caso de haber mucha espuma, usar gotas de alcohol amílico.
- Retirar el hidrómetro, tomar la temperatura y dejar en reposo por 2 h.
- Después de transcurrido ese tiempo, volver a introducir el hidrómetro en la suspensión y efectuar la segunda lectura, al igual que la temperatura de la suspensión.

La efectividad del método se da mediante una buena dispersión, para ello el equipo debe encontrarse en condiciones óptimas; tanto las paletas de la agitación, como las varillas del vaso del dispensador.

Nota:

- Corregir las lecturas del hidrómetro teniendo en cuenta la tabla de corrección por temperatura.
- Para determinar la clase textural, para ambos métodos se utiliza el triángulo textural utilizando el porcentaje de arena, arcilla y limo.



Figura 17. Análisis de textura de suelo

Cálculos

$$\% \text{ Arena} = 100 - \frac{1.^{\text{a}} \text{ Lectura corregida } 40 \text{ s} \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

$$\% \text{ Arcilla} = 100 - \frac{2.^{\text{a}} \text{ Lectura corregida } 2 \text{ h} \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

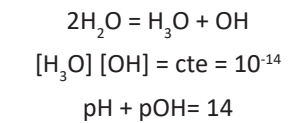
$$\% \text{ Limo} = 100 - (\% \text{ Arena} + \% \text{ Arcilla})$$

4. ANÁLISIS DE PROPIEDADES QUÍMICAS

4.1. Determinación del pH (reacción del suelo), método del potenciómetro

Principio

El pH es en definición el $-\log[H_3O^+]$ y de acuerdo con la ley de acción de masas tenemos que:



En consecuencia, la concentración de H^+ y OH^- varían inversamente (Porta et al., 2003).

El medidor de pH más utilizado mide el pH a través de dos electrodos que se insertan dentro de la solución o suspensión del suelo. El electrodo denominado de referencia tiene un potencial eléctrico constante y el electrodo de vidrio es selectivo de iones, es decir, es un electrodo que contiene un material sensible a los cambios con respecto a la concentración de iones en la solución de prueba, de tal forma que la caída de potencial entre el electrodo y la superficie exterior del material depende de esta concentración (Naumann et al., 2002).

Las soluciones salinas más extendidas son las siguientes.

- **Concentración 1:1 en H_2O :** Es una mezcla de volumen de agua y suelo en partes iguales. Es el método más común en campo debido a la facilidad de contar con agua, sin embargo, este método es susceptible a las variaciones estacionales del pH de suelo, es por eso que no es usado para la clasificación de suelos.
- **Concentración 1:2 en $CaCl_2$:** Es una mezcla de una parte de suelo y dos partes de cloruro de calcio 0.01 M ($CaCl_2$), mostrando lecturas uniformes, independientemente de la época del año debido a que el Ca^{+2} desplaza los iones de hidrógeno y aluminio de las superficies de intercambio (Porta et al., 2003).
- **Concentración 1:1 en KCl:** Se trabaja con solución de KCl a 1 N, teniendo en cuenta una relación 1:1 con el suelo. Generalmente, se utiliza para probar la presencia de aluminio intercambiable. La alta concentración de KCl desplaza a los iones de hidrógeno y aluminio. Las lecturas en su gran mayoría son uniformes y son más comunes en regiones con suelos ácidos (United States Department of Agriculture [USDA], 2014).

4.1.1. Metodología ISO 10390:2005

Interferencias

Algunos factores que afectan la variabilidad analítica del pH del suelo (Gavriloaiei, 2012):

- La relación suelo/solución (si aumenta esta relación, los valores de pH también aumentan).
- La fuerza iónica de la solución del suelo.
- La posición de los electrodos en la suspensión.
- Las fluctuaciones de temperatura provocan errores en la medición.
- Cuando los electrodos se recubren, se producirán errores en las mediciones.

Si un electrodo se recubre con un material aceitoso que no se remueve mediante enjuague, se puede:

- Limpiar mediante un baño ultrasónico.
- Lavar con detergente, enjuagando varias veces con agua, para luego colocarlo en una solución de HCl 1:10, y volverlo a enjuagar con abundante agua destilada.
- Limpiarlo de acuerdo con las instrucciones del fabricante.

Reactivos

- **Agua reactiva:** Agua aceptada por el Instituto Nacional de Normas y Tecnología (NIST) ASTM tipo II, las cuales tienen baja conductividad y están libres de dióxido de carbono. Este disolvente debe ser reemplazado, por lo menos, una vez al mes. El análisis se puede hacer con agua destilada simple, sin embargo, al estar en contacto con el anhídrido carbónico del medio ambiente el contenido de pH varía entre 5.8-6.0, y la conductividad eléctrica de 3-5 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Para estos casos se utiliza agua destilada libre de anhídrido carbónico que se prepara hirviendo y que tendrá un pH de 6.8-7.2 y, probablemente, tenga una conductividad eléctrica menor a 3 $\mu\text{S}/\text{cm}$.
- Soluciones buffer a pH 4, 7 y/o 10 que han sido preparadas a partir de sales del NIST o pueden comprarse como soluciones de vendedores comerciales. De no contar con las soluciones comerciales se pueden preparar de la siguiente manera (ISO 10390, 2005):
 - ▶ **Solución buffer de pH 4.0.** Para preparar esta solución se pesa 5.105 g de $\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}$ (peso molecular = 204.44 g/mol) seco a 115 °C, durante 2 horas. Para su preparado se trabaja con agua destilada previamente hervida y enfriada, y se lleva a volumen final de 500 mL. Agregar 1 mL de cloroformo para preservar.
 - ▶ **Solución buffer de pH 6.86.** Secar KH_2PO_4 y Na_2HPO_4 a 115 °C por 2 horas. Pesar 3.44 g de KH_2PO_4 y 3.55 g de Na_2HPO_4 , disolver en agua destilada y enrasar a 1 L. El pH de este buffer es 6.9, 6.86, 6.85, y 6.84 a 15 °C, 20 °C, 25 °C, 30 °C, y 35 °C, respectivamente.

- ▶ **Solución buffer de pH 9.18.** Pesar 3.81 g de borato de sodio ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) en 1 L de agua destilada, previamente hervida y enfriada. El pH de este buffer es 9.27, 9.22, 9.18, 9.14 y 9.10 a 15 °C, 20 °C, 25 °C, 30 °C y 35 °C, respectivamente.

Procedimiento

La metodología ISO 10390:2005 (International Organization for Standardization [ISO], 2005) menciona:

Calibración del potenciómetro

Los pasos exactos para la calibración del equipo se explican en su manual. Generalmente los pasos en la calibración comprenden:

- Fijar la temperatura de calibración que generalmente es (25 °C).
- Insertar los electrodos en el buffer 10.01, agitar suavemente en el buffer y ajustar el equipo al valor de pH cuando la lectura se ha estabilizado.
- Lavar los electrodos usando agua destilada e insertar en el buffer 7.01 y proceder como en el caso anterior (buffer 10.01).
- Lavar los electrodos usando agua destilada e insertar en el buffer 4.01 y proceder como en el caso anterior (buffer 7.01).
- Lavar los electrodos para ser usados en las muestras.
- Los electrodos son almacenados en agua destilada cuando el potenciómetro no está en uso.

La calibración se debe realizar con al menos dos puntos que soporten el pH esperado de las muestras y que estén aproximadamente separadas a tres unidades de pH o más. Los ajustes se repiten sucesivamente con los dos buffers, hasta que las lecturas se diferencien del valor certificado del buffer en 0.05 unidades de pH. Se debe controlar la lectura en una muestra a la temperatura de 25 ± 1 °C.

Preparación de la muestra de suelo y medición de pH

- Agregar 20 g de suelo a un vaso de precipitado con capacidad de 50 mL, y añadir 20 mL de agua reactiva (1:1). Cubrir y agitar continuamente por 5 min. Cabe mencionar que también se podría trabajar utilizando 20 g de muestra con 40 mL de agua reactiva (1:2), así como también en proporciones de 1:2.5.



Figura 18. Agitación de muestras de suelos para el análisis de pH

- Dejar reposar la mezcla durante 1 hora aproximadamente, para permitir que la mayor parte de la arcilla suspendida se asiente desde la fase sobrenadante, filtrar o centrifugar la fase acuosa para la medición de pH. Si el sobrenadante es heterogéneo, decantar la fase aceitosa y medir el pH de la fase acuosa. Es posible que sea necesario limpiar el electrodo, si se recubre con un material aceitoso.
- Ajustar los electrodos en un sistema de tal manera que el electrodo de vidrio se sumerja lo suficientemente profundo en la solución sobrenadante para establecer un contacto efectivo.
- Si la temperatura de la muestra difiere en más de 2 °C de la solución buffer, se debe corregir los valores del pH medido.



Figura 19. Lectura de pH en muestras de suelo

Cálculos y reportes de resultados

La obtención de resultados es de lectura directa visualizada en el pH-metro. Los resultados se informan de la siguiente manera:

El pH del suelo medido en el sobrenadante acuoso a T (°C)

Donde:

T = temperatura donde se realizó la prueba, o la temperatura de compensación, siempre que el valor de pH esté reportado a dicha temperatura.

Aseguramiento y control de la calidad

Para cada batch de muestras:

- **Estándar control:** Realizar una lectura del buffer más cercano a los valores de mayor frecuencia de pH y que está incluido en los buffers de calibración de la secuencia de lecturas.
Criterio de aceptación: ± 0.05 unidades de pH respecto al valor certificado del buffer.
- **Duplicado de muestras:** Repetir la lectura de una muestra del batch.
Criterio de aceptación: ± 0.05 unidades de pH entre el resultado original y el resultado duplicado.

4.2. Determinación conductividad eléctrica (CE), método conductimétrico

Principio

La salinidad del suelo es la concentración de los principales iones disueltos en el agua en los poros del suelo. Estos son principalmente Na^+ , Mg^{+2} , Ca^{+2} , Cl^- , SO_4^{-2} , HCO_3^- y, en algunos casos, también CO_3^{-2} . En las tierras agrícolas, el K^+ y el NO_3^- también se convierten en iones principales y, por lo tanto, contribuyen significativamente a la salinidad. Todos estos iones se acumulan en los suelos como consecuencia de la evaporación y de la transpiración de las plantas, que extraen agua casi pura de los suelos dejando atrás sus sales, y también como consecuencia de las prácticas de fertilización. A medida que aumenta la salinidad del suelo, el potencial del agua de los poros del suelo disminuye, lo que obliga a las plantas a superar una brecha de energía cada vez mayor para la absorción de agua del suelo (Visconti y de Paz, 2016).

El agua del suelo es un buen conductor porque, en condiciones naturales, contiene iones disueltos que son partículas cargadas móviles. Desde el punto de vista práctico, es difícil o imposible obtener muestras representativas de la solución del suelo con los contenidos habituales de agua de una muestra en campo (Visconti y de Paz, 2016). Además, la salinidad del suelo varía continuamente al igual que su contenido de agua, lo que exige una estandarización. Por acuerdo internacional, el contenido de agua estándar del suelo para la evaluación de la salinidad es la saturación del agua del suelo (pasta saturada). Por lo tanto, el estándar universal para la evaluación de la salinidad del suelo es la conductividad eléctrica (CE) del extracto de saturación del suelo a 25 °C (USDA, 2014).

La determinación de la conductividad eléctrica involucra la medida física de la resistencia en ohms, cuyo valor del material conductor (solución salina) es inversamente proporcional al área de la sección transversal y directamente proporcional a su longitud. La resistencia de la solución se mide mediante un circuito de resistencias en paralelo, denominado Puente de Wheatstone (García, 2007).

Antiguamente esta medida se expresaba en mhos, las cuales tienen las siguientes relaciones:

- ▶ $1 \text{ S} = 1 \text{ mho}$
- ▶ $1 \text{ dS/m} = 1 \text{ milimho/cm}$
- ▶ $1 \text{ mmho/cm} = 1 \text{ mS/cm}$ (miliSiemens por centímetro)

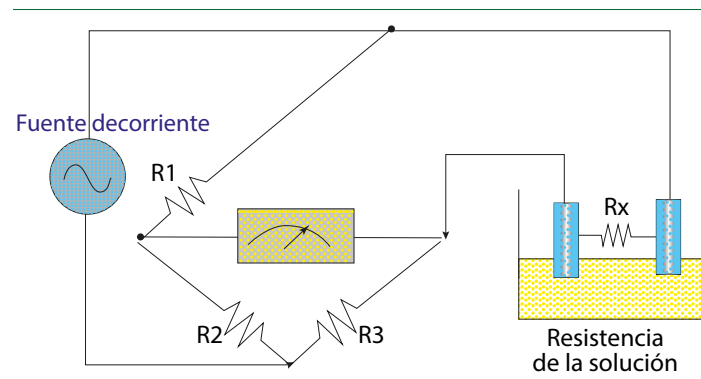


Figura 20. Puente de Wheatstone para medir la conductividad

4.2.1. Metodología ISO 11265:1994

En la metodología ISO 11265:1994 (International Organization for Standardization [ISO], 1994) se menciona:

Interferencias

- Los valores medidos de la conductividad eléctrica pueden verse influenciados por la contaminación de los electrodos.
- Este tipo de interferencia es muy difícil de identificar. La contaminación de los electrodos puede cambiar la constante de la celda, y esto se puede percibir midiendo la conductividad de las soluciones estándar. Ante cualquier inconsistencia de los resultados, se debe hacer el lavado respectivo de los electrodos, hasta confirmar que el electrodo vuelve a dar resultados confiables.

- Las burbujas de aire en los electrodos, por ejemplo, formadas durante el calentamiento de los extractos perturbando las mediciones. Se debe determinar la conductividad eléctrica con extractos a la temperatura adecuada.
- Las mediciones de conductividades eléctricas inferiores a 1 mS/m están influenciadas por el dióxido de carbono y el amoníaco de la atmósfera. En este caso, las medidas quedan fuera del ámbito de aplicación de los estándares internacionales, por lo que estas medidas deben llevarse a cabo con un adaptador de células de medición.

Equipos y materiales

- Medidor de conductividad con celda de conductividad, equipado con ajuste de rango de medición y corrección de temperatura automático, y con una precisión de 1 mS/m a 20 °C. De preferencia, el medidor de conductividad también debe estar equipado con un control de constante de celda.
- Termómetro con una sensibilidad de al menos 0.1 °C.
- Balanza analítica con sensibilidad mínima de 0.01 g.
- Agitador que permita el movimiento lo suficientemente vigoroso para producir y mantener el extracto de agua 1:5, ubicado en un ambiente cuya temperatura se encuentre a 20 ± 1 °C.
- Papel filtro, con pocas cenizas y de alta propiedad retentiva.
- Vaso de precipitación de 250 mL para la agitación de la muestra.

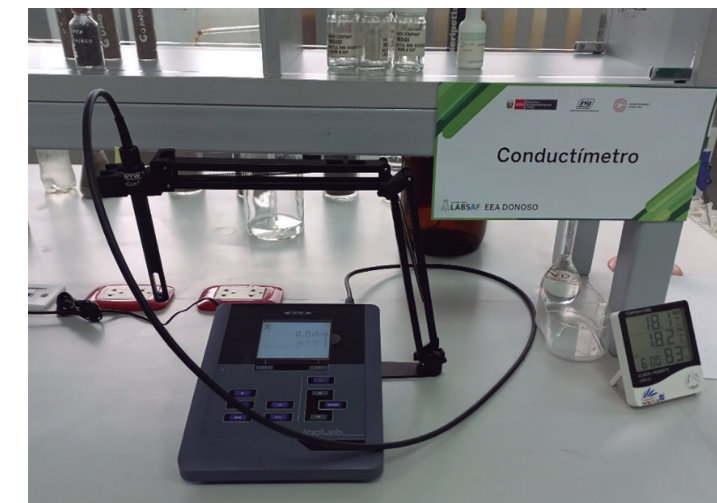


Figura 21. Equipo para medición de la conductividad eléctrica

Reactivos

- Agua grado 2 según ISO 3696, que sea compatible con ASTM tipo II, cuya conductividad eléctrica específica no debe ser más alta de 0,2 mS/m a 25 °C.
- Soluciones estándares de conductividad comerciales, que han sido validadas en comparaciones con los estándares NIST, las cuales son las siguientes:
 - ▶ **Solución de cloruro de potasio (KCl) a 0,1 M (mol/L):** Pesar 7,456 g de KCl previamente secado durante 24 horas a 220±10 °C, disolver en agua, y diluir en 1 L a 20 °C. La conductividad eléctrica específica de la solución es 1290 mS/m a 25 °C.
 - ▶ **Solución de KCl a 0,01 M:** Tomar 100 mL de la solución de KCl a 0,1 M y diluir a 1000 mL con agua destilada en un matraz a 20 °C. La conductividad eléctrica específica de la solución es 141 mS/m a 25 °C.
 - ▶ **Solución de KCl a 0,02 M:** Tomar 200 ml de la solución de KCl a 0,1 M y diluir a 1000 mL con agua destilada en un matraz a 20 °C. La conductividad eléctrica específica de la solución es 277 mS/m a 25 °C.

Procedimiento

- Pesar 20 g de la muestra de suelo seco y transferirlo a un vaso de precipitación de 250 mL.
- Añadir 100 mL de agua a una temperatura de 20±1 °C, taparla y agitarla en un shaker durante 30 min.
- Filtrar utilizando el papel filtro. El volumen filtrado debe ser suficiente para poder realizar la determinación de conductividad eléctrica visualmente en mS/m.
- Llevar a cabo un blanco en la determinación, que es el agua.

Notas:

- Es importante que la extracción se realice a 20 °C, ya que la solubilidad de las sales presentes depende de este factor (temperatura).
- Después de la filtración, se permite que la temperatura pueda variar.
- Se llama blanco a todos los componentes menos la muestra. El valor del blanco no debe exceder a 1 mS/m. Si excede este valor, repetir la extracción.
- Según el rango que contiene la conductividad medida de las muestras duplicadas, seguir los valores de la tabla siguiente:

Conductividad eléctrica (mS/m a 25 °C)	Variación aceptada
0 a 50	5 mS/m
> 50 a 200	20 mS/m
> 200	10 %

Tabla 3. Variaciones aceptadas según de acuerdo a la conductividad eléctrica

Calibración y comprobación de la constante de celda

- Medir la conductividad eléctrica de las soluciones estándares de KCl a 0.01, 0.02 y 0.1 M a 25 °C.
- Para cada solución estándar calcular la constante de celda y promediar. Dicho promedio no debe diferenciarse más de 5 % del valor obtenido por el fabricante del conductímetro. Si es mayor, volver a ajustar la constante de celda del conductímetro.
- Para calcular la constante de celda, considerar la siguiente relación:

$$K = \frac{k_s}{G}$$

Donde:

K = Constante de celda (m⁻¹)

k_s = Conductividad eléctrica específica de la solución estándar de conductividad (mS/m)

G = Conductividad medida de la misma solución estándar (mS/m)

Resultados

Para el reporte de resultados, considerar un decimal y en mS/m a 25 °C.

Aseguramiento y control de la calidad

Para cada batch de muestras:

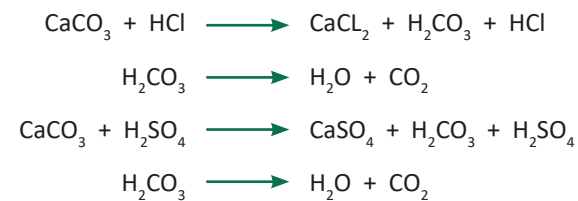
- **Duplicado de muestras:** Realizar el ensayo duplicado de una muestra del batch.
- **Estándar control:** Realizar una lectura de la solución estándar más cercana a los valores de mayor frecuencia de conductividad eléctrica medidas en dicho batch.
- **Criterio de aceptación:** Considerar el error máximo permisible (EMP) de las soluciones estándar según certificado de análisis.

4.3. Determinación de carbonatos (CaCO₃), método de titulación

Principio

El carbonato en los suelos está constituido por la calcita (CaCO₃) y la dolomita [CaMg(CO₃)₂] presentándose predominantemente en zonas áridas. Los carbonatos pueden ser heredados de una calcita que se fragmenta o una calcilulita u otras rocas sedimentarias que contengan dichos minerales, así como de calcitas autigénicas (secundarias) formadas a partir de una solución rica en HCO₃⁻ (Porta et al., 2003).

Estos minerales reaccionan con el ácido clorhídrico (HCl) o el sulfúrico (H₂SO₄) de acuerdo a las siguientes reacciones (Bazán 2017):



El CO₂ generado puede ser medido en un calcímetro a cierta temperatura y presión atmosférica.

El exceso de HCl o H₂SO₄ también puede ser calculado titulando con NaOH, ajustándose a las siguientes reacciones:



Los métodos que se utilizan para determinar la cantidad de carbonatos son:

- El método de titulación indirecta o retrotitulación.** Consiste en añadir una determinada cantidad excesiva y exacta de HCl 0.2 M estandarizado, calentar suavemente la solución, enfriar y retrotitular con una solución valorada NaOH 0.1 M estandarizado, usando fenolftaleína como indicador de viraje de color. Esto se basa en que todo el carbonato ha sido eliminado en forma de CO₂, y solamente queda una solución de ácido fuerte. En este caso, no es necesario esperar a que la solución esté fría. El método de titulación indirecta resulta indispensable cuando se titulan carbonatos insolubles como los de magnesio (Chavira y Castellanos, 1987).
- El método alternativo: Calcímetro de Bernard.** Este consiste en utilizar una bureta medidora de gases conectada a un matraz de reacción, que mide el volumen de CO₂ que se desprende de la muestra al ser adicionado el HCl diluido 1:1 (Lamas et al., 2005). El cual fue calibrado previamente con Na₂CO₃ calidad reactivo.

4.3.1. Metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-29]

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-29] (SEMARNAT, 2002, pp. 56-57) indica:

Equipos y materiales

- Bureta.
- Botellas de polietileno de 250 mL con boca ancha para agitación.
- Agitador mecánico recíproco.

Reactivos

- **Ácido clorhídrico 0.2 M.** Agregar lentamente 85 ml de HCl concentrado a 4 L de agua en un matraz Erlenmeyer graduado y agitar de forma constante. Enfriar y enrasar a 5 L con agua.
- **Solución de ácido clorhídrico 0.1 M valorado con material de referencia de carbonato de sodio.** Diluir una ampolleta de concentración analítica estándar, obtenida comercialmente de acuerdo a las instrucciones del fabricante.
- **Solución de hidróxido de sodio 0.1 M.** Disolver 4 g de lentejas de NaOH en 1 L de agua. Valorarlo inmediatamente por titulación con material de referencia certificado de HCl 0.1 M, usando fenolftaleína como indicador.
- **Solución indicador fenolftaleína 0.1 %.** Disolver 100 mg de fenolftaleína en 100 ml de etanol al 96 %.

Procedimiento

- Pesar 5 g de suelo fino (0.001 g de precisión) dentro de las botellas de agitación. Incluir dos blancos y una muestra de referencia o 500 mg de CaCO₃ puro.
- Agregar 100 mL de HCl 0.2 M con pipeta y agitar.
- Cerrar holgadamente la tapa de rosca, y agitar ocasionalmente durante la siguiente hora. Reposar durante la noche.
- Al siguiente día agitar durante 2 horas en el agitador recíproco.
- Permitir que la suspensión se asiente (o filtrar), pipetear 10 mL de la solución sobrenadante, dentro de un matraz Erlenmeyer y agregar 25 mL de agua.
- Agregar unas pocas gotas de indicador fenolftaleína y titular con NaOH 0.1 M.

Cálculos

$$\% \text{CaCO}_3 = M \times \frac{Y - Z}{P} \times 0.00050 \times V \times 100 \%$$

Donde:

- Y = Gasto de hidróxido de sodio del blanco, en mL
- Z = Gasto de hidróxido de sodio de la muestra, en mL
- P = Peso de la muestra seca al aire, en g
- M = Molaridad de la solución de NaOH
- V = Volumen utilizado de la solución sobrenadante

Notas

- El ácido clorhídrico se usa para el intervalo de un contenido bajo de carbonatos (<10 %). En concentraciones mayores usar menos muestra o concentraciones mayores de los reactivos. A muy altos contenidos (>50 %) se deben usar concentraciones mayores de los reactivos como una menor muestra.
- Cuando use un titulador automático: ajustar el punto final a pH 7.80.
- Por este método, puede ser que el carbonato de calcio equivalente se sobre estime un poco, debido a que algunos componentes del suelo no carbonatados pueden reaccionar con HCl. Por ello, a muy bajos contenidos de carbonatos (<10 %), el error puede ser relativamente grande. Sin embargo, muchos otros métodos no pueden asegurar una alta precisión en este intervalo por lo que el presente método es conveniente por su operatividad y precisión. No realizar el análisis en suelos con un pH -H₂O- < 6.5, donde se asume que los carbonatos están ausentes.

Clase	% CaCO ₃
Muy bajo	<0.5
Bajo	0.5-2.0
Mediano	2.1-15
Alto	16-40
Muy alto	>40

Tabla 4. Interpretación de resultados

4.3.2. Método del calcímetro: metodología empleada en la EEA Donoso

Equipo y materiales

- Material común de laboratorio.
- Calcímetro de Bernard.

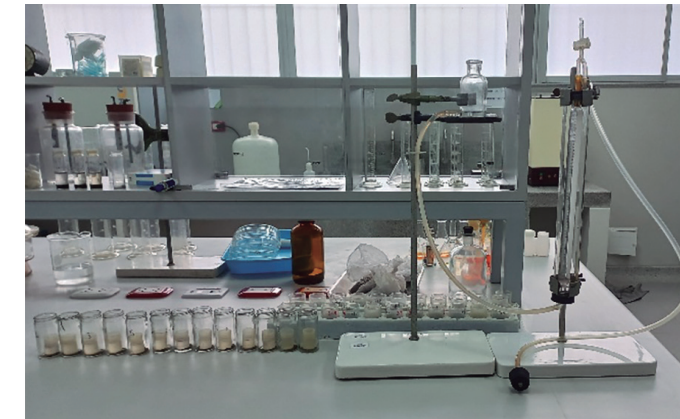


Figura 22. Calcímetro de Bernard

Reactivos

- Ácido clorhídrico al 50 %.
- Agua destilada Tipo II o III.

Procedimiento

- Pesar 1 g de suelo y colocar en un frasco de vidrio de aproximadamente 100 mL.
- Verter 10 mL de ácido clorhídrico al 50 % en un vaso de plástico de 20 mL.
- Introducir el vaso de plástico conteniendo la solución de ácido clorhídrico en el frasco de vidrio que contiene el suelo y colocar en el gasómetro en la parte inferior donde se encuentra el tampón, no olvidar tapar la fuga del gas.
- Luego agitar el frasco de vidrio presionando el tampón. Si en la muestra hay carbonato, la columna de agua saturada se desplaza y no hay presión de CO₂ y el nivel de agua se mantiene constante. Cuando no hay más desplazamiento en la columna inmediatamente leer los mililitros desplazados. Registrar esta lectura.
- Lavar el tampón con agua destilada agregando por el orificio del tampón hasta visualizar que no quede partículas de suelo y secar para proceder nueva lectura (tratando de eliminar el agua del orificio de vidrio del tapón).



Figura 23. Análisis de carbonato

Cálculos

$$\% \text{ de CaCO}_3 = \frac{V \cdot 0.4}{g}$$

Donde:

V = Volumen medido de CO₂ de la muestra

g = Peso de la muestra

Ejemplo:

Si se tiene: V = 91; g = 1 g.

$$\% \text{ de CaCO}_3 = \frac{91 \times 0.4}{1} = 36.4 \%$$

Nota:

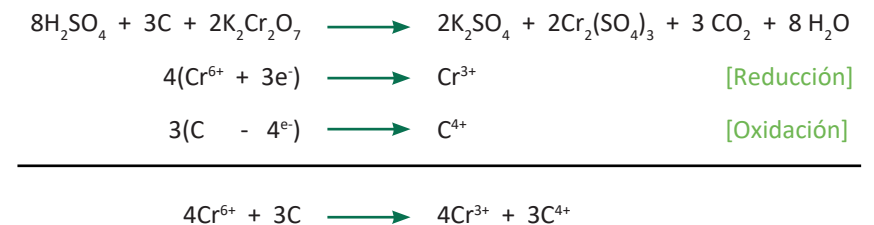
Antes de iniciar el análisis verificar el nivel de SD en el calcímetro (enrazar a 99 mL).

4.4. Determinación de materia orgánica (MO), método de Walkley & Black

Principio

La determinación de la materia orgánica total está basada en la determinación de carbono (C) por diferentes procedimientos. Los valores en carbono total encontrados incluyen: (1) los restos vegetales y animales recién depositados en el suelo, (2) la fracción húmica en su proceso de mineralización, (3) la fracción húmica en su proceso de humificación; y 4) formas inertes de carbono elemental, tales como carbón, grafito, que algunas veces se presentan en grandes cantidades en los suelos. Los valores de carbono se expresan en porcentaje y también como porcentaje de materia orgánica (MO) al multiplicarse el porcentaje de carbono por el factor convencional de van Vammelen (1.724). El uso de este factor se ha generalizado en la consideración de que la MO del suelo contiene en promedio 58 % de carbono (Fassbender, 1987).

La determinación del carbono orgánico del suelo se basa en el método de oxidación húmeda con ácido crómico Walkley & Black. El carbono orgánico (CO) del suelo se oxida mediante una solución de dicromato de potasio 0,167 M (K₂Cr₂O₇) en ácido sulfúrico concentrado (Global Soil Laboratory Network [GLOSOLAN], 2019). El calor de reacción eleva la temperatura que es suficiente para inducir una oxidación sustancial. La reacción es la siguiente (Bazán, 2017):



El Cr₂O₇²⁻ reducido durante la reacción con el suelo, es proporcional al carbono orgánico oxidable presente en la muestra. A continuación, se puede estimar el carbono orgánico midiendo el dicromato no reducido restante, titulando por retroceso con sulfato ferroso o sulfato ferroso amónico, usando difenilamina o complejo o-fenantrolina-ferroso como indicador.



4.4.1. Metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-07]

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-07] (SEMARNAT, 2002, pp. 17-20) menciona:

Materiales

- Matracas Erlenmeyer de 500 mL.
- Bureta para $K_2Cr_2O_7$ (50 mL).
- Bureta para $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (50 mL).
- Pipeta volumétrica (10 mL).
- Probeta de vidrio (25 mL).

Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de grado analítico, a menos que se indique otra necesidad.

- Dicromato de potasio 0.166 M o 1N. Disolver 48.82 g de $K_2Cr_2O_7$ en agua destilada enrazar a 1000 mL en un matraz volumétrico.
- Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4).
- Ácido fosfórico concentrado (H_3PO_4).
- Indicador de difenilamina. Disolver 0.5 g de difenilamina en 20 mL de agua y añadir 100 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado.
- Sulfato ferroso 1.0 M (aproximadamente). Disolver 278 g de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ en agua a la que previamente se le añadieron 80 mL de H_2SO_4 concentrado, enfriar, diluir y enrazar a un litro. Esta solución debe ser valorada con $K_2Cr_2O_7$ 1 N antes de realizar la determinación.

Procedimiento

- Pesar 0.5 g de suelo seco y pasado por un tamiz de 0.5 mm. Colocarlo en un matraz Erlenmeyer de 500 mL. Procesar un blanco con reactivos por triplicado.
- Adicionar exactamente 10 mL de dicromato de potasio 1 N girando el matraz cuidadosamente para que entre en contacto con todo el suelo.
- Agregar cuidadosamente con una bureta 20 mL de H_2SO_4 concentrado a la suspensión, girar nuevamente el matraz y agitar de esa forma durante un minuto.

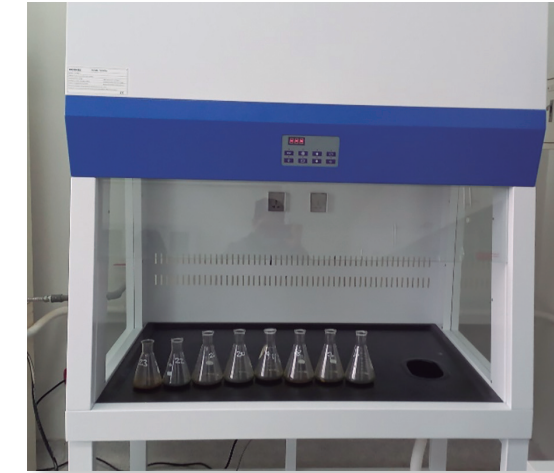


Figura 23. Digestión de muestras

- Dejar reposar durante 30 minutos sobre una lámina de asbesto o sobre una mesa de madera, evitando las mesas de acero o cemento.
- Añadir 200 mL de agua destilada.
- Añadir 5 mL de H_3PO_4 concentrado.
- Adicionar de 5 a 10 gotas del indicador de difenilamina.
- Titular con la disolución de sulfato ferroso gota a gota hasta un punto final verde claro.

Cálculos

$$\% \text{ Carbono orgánico} = \frac{B - M}{g} \times N \times 0.39$$

Donde:

B = Volumen de sulfato ferroso gastado para valorar el blanco de reactivos (mL)

M = Volumen de sulfato ferroso gastado para valorar la muestra (mL)

N = Normalidad exacta del sulfato ferroso (valorar por separado al momento de analizar las muestras)

$$\% \text{ Materia orgánica} = \% \text{ Carbono orgánico} \times 1.724$$

Nota:

Si al añadir el dicromato de potasio al suelo la solución se torna verdosa o si se gastan menos de 2 mL de sulfato ferroso al titular la muestra, se debe reducir el peso de la muestra a la mitad.

El factor 0.39 resulta de multiplicar:

$$\frac{12}{4000} \times \frac{1}{0.77} \times 100 = 0.39$$

A

B

Donde (A) es el peso miliequivalente del carbono, (B) es un factor de corrección —debido a que existe el supuesto que el método sólo oxida 77 % del carbono—, y 100 es la conversión a porcentaje. En la mayoría de los laboratorios se sigue usando el factor de Van Benmelen de 1.724 para estimar la materia orgánica a partir del carbono orgánico, el cual resulta de la suposición de que la materia orgánica contiene un 58 % de carbono ($1/0.58 = 1.724$).

Alternativamente, puede emplearse una solución de sulfato ferroso amónico 0.5 N, pesar 196.1 g de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, disolverlos en 800 mL de agua destilada con 20 mL de H_2SO_4 concentrado y diluir a 1 L.

Se ha reportado que los cloruros reaccionan con el dicromato en este método. Se ha propuesto que su efecto sea corregido mediante:

$$C_c = C - \frac{C_1}{12}$$

Donde:

C_c = Contenido de carbono orgánico en el suelo, en porcentaje

C = Contenido de carbono orgánico determinado por el método, en porcentaje

C_1 = Contenido de cloruros en el suelo en porcentaje. Alternativamente, también se ha recomendado separar los cloruros por lavado o eliminar su efecto mediante la adición de 25 g de sulfato de plata por cada litro de ácido sulfúrico concentrado.

4.4.2. Metodología empleada en la EEA Donoso**Equipos y materiales**

- Cuchara de 1 mL.
- Erlenmeyers de 125 mL.
- Pipetas graduadas volumétricas.
- Bureta de 25 mL y 50 mL con separación de 0.1 mL.
- Fiola de 100 mL.
- Pizeta 1000 mL o 1 L.
- Campana de extracción de gases.
- Balanza analítica 0.001 g de sensibilidad.
- Espectrofotómetro UV-Visible

Reactivos

- Dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) P. A. 1 N. Disolver en agua 49.04 g del reactivo $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (previamente secada a 105 °C por 24 horas) y enrazar a 1L.
- Ácido sulfúrico Q. P. de 96 % de pureza y densidad igual a 1.84 g/cc.
- Sulfato ferroso ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0.5 N o sulfato ferroso amoniacal $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.5 N.
- Sulfato ferroso ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0.5 N. Disolver exactamente 140 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en 800 mL de agua destilada, transferir a un envase de 1 L, adicionar 15 mL de H_2SO_4 Q. P. Enfriar y enrasar a volumen de 1 L (esta solución debe mantenerse en un lugar fresco y protegida de la luz).
- Sulfato ferroso amoniacal $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.5 N. Disolver exactamente 196.1 g de la sal en 800 mL de agua destilada, luego transferir a un envase de 1L, adicionar 20 mL de H_2SO_4 Q.P. Enfriar y enrasar a volumen de un 1L (esta solución debe mantenerse en lugar fresco y protegida de la luz).
- Difenilamina P. A. como indicador al 5 %. Disolver 5 g del indicador $[(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}_2]$ en 20 mL de agua destilada y luego adicionar 100 mL de H_2SO_4 (guardar en frasco ámbar).

Procedimiento

- Pesar 1.0 g de suelo y colocar en un matraz de 125 mL (si los suelos son muy oscuros u orgánicos, pesar de 0.25 a 0.5 g de suelo).
- Llevar la muestra a la campana extractora para las diluciones.
- Adicionar 10 mL de $K_2Cr_2O_7$ 1 N.
- Adicionar 10 mL de H_2SO_4 Q. P. (manipular con cuidado pues produce una reacción exotérmica).
- Agitar manualmente para homogenizar la solución (durante la reacción hay generación de color).
- Dejar en reposo por 1 hora.
- Adicionar aproximadamente 30 mL de agua destilada y dejar enfriar, obteniendo el extracto.
- Tomar una alícuota de 20 mL del extracto y agregar 0.5 mL del indicador difenilamina sulfúrica.
- Titular en forma lenta con la solución de sulfato ferroso amoniacal hasta el cambio de color (vira de verde a verde oscuro o intenso). Al producirse el cambio, detener la titulación y anotar el gasto.



Figura 24. Análisis de materia orgánica

Cálculos

$$\% C = \frac{[(V_1 \times N_1) - (V_2 \times N_2)] \times 0.40}{g}$$

$$\% M.O. = \% C \times 1.724$$

Donde:

C= Carbono

g = Peso de suelo (g)

V_1 = Volumen utilizado del dicromato de potasio (mL)

N_1 = Normalidad del dicromato de potasio

V_2 = BLANCO = Volumen gastado del sulfato ferroso amoniacal (mL)

N_2 = Normalidad del sulfato ferroso amoniacal.

0.40 = $3 \times 10^{-3} \times 100 \times 1.333$

M. O. = Materia orgánica

3×10^{-3} = Peso equivalente del carbono en gramos

1.333 = Factor de asunción del 75 % de recuperación.

Ejemplo de cálculo

Si se tiene: g = 1 g; V_1 = 10 mL; N_1 = 1; V_2 = 12; N_2 = 0.5

$$\% C = \frac{[(10 \times 1) - (12 \times 0.5)] \times 0.40}{g} = 1.6 \%$$

$$\% M.O. = 1.6 \times 1.724 = 2.76 \%$$

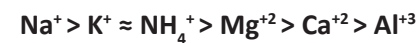
4.5 Capacidad de intercambio catiónico y determinación de cationes intercambiables. Método de acetato de amonio 1 N, pH 7

Principio

La capacidad de intercambio catiónico se define como la capacidad que tienen las arcillas de adsorber y desadsorber cationes que se encuentran disponibles en la solución del suelo. El tipo de ión (catión) que es adsorbido por una arcilla dependerá de sus características, siendo algunas de ellas (Tan, 1998):

- En general, los iones divalentes y trivalentes son más fuertemente atraídos (Al^{+3} y Mg^{+2}) que los iones monovalentes (K^+ y Na^+).
- El segundo factor que influye en la adsorción selectiva se debe al radio iónico y al grado de hidratación consecuente del ión. Los iones de menor radio iónico se hidratan más (Na^+ y K^+) y, en consecuencia, son adsorbidos con menor fuerza que los iones de mayor radio iónico (como el Ca^{+2}), que se hidratan menos.
- Un tercer factor es la concentración del ión en la solución del suelo. Como la adsorción se rige por principios de estequiometría química, a mayor concentración de un ión en el medio acuoso de la solución, mayor cantidad de él será retenido, hasta alcanzar su respectivo equilibrio químico.

La reemplazabilidad relativa de un ión se denomina Serie Liotrópica.



Estas características tienen importancia en los procedimientos seguidos para la determinación de la Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC). Por esta razón se han desarrollado numerosos métodos para determinación, basados en el uso de diversas soluciones tanto para la extracción como para la lixiviación. Las capacidades de cambio obtenidas pueden variar mucho dependiendo de la metodología utilizada, como lo mencionan Van Bladel y Gheyi (1975).

El método más ampliamente usado para suelos es el del acetato de amonio (NH_4OAc). El complejo es saturado con el catión amonio (NH_4^+), luego el exceso de este catión es lavado con alcohol etílico. El NH_4^+ adsorbido es determinado cuantitativamente por destilación, o por desplazamiento con potasio tratando la muestra con KCl al 10 % para luego medir el ion amonio por destilación directa o por colorimetría (Bazán, 2017).

Los cationes de Ca^{+2} y Mg^{+2} se pueden determinar en el extracto amónico, mediante la técnica de absorción atómica. En este caso para evitar las interferencias se debe usar la solución de cloruro de lantano ($LaCl_3 \cdot 7H_2O$) al 1 % u óxido de lantano al 1 %.

4.5.1. Capacidad de intercambio catiónico EPA 9081

De acuerdo a la metodología EPA 9081 (United States Environmental Protection Agency [EPA], 1986) se tiene:

Equipos y materiales

- Tubo de centrifuga y tapón: 50 mL, fondo redondo, cuello estrecho.
- Agitador mecánico.
- Matraz aforado: 100 mL.

Reactivos

- **Acetato de sodio ($NaOAc$) 1 N.** Disolver 136 g de $NaC_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$ en agua y diluir en 1000 mL. El pH de esta solución debe ser de 8.2. Si es necesario, agregue unas gotas de ácido acético o solución de NaOH para llevar la reacción de la solución a un valor de pH requerido.
- **Acetato de amonio (NH_4OAc) 1 N.** Diluir 114 mL de ácido acético glacial (99.5 %) con agua hasta un volumen de aproximadamente 1 litro. Luego, agregar 138 mL de hidróxido de amonio concentrado (NH_4OH) y agregar agua para obtener un volumen de aproximadamente 1.980 mL. Verificar el pH de la solución resultante, agregar más NH_4OH , según sea necesario, para obtener un pH de 7 y diluir la solución a un volumen de 2 L con agua.
- Alcohol isopropílico al 99 %.

Procedimiento

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

Cálculos

$$\text{CIC (meq/100g)} = \text{NaLect} \times \frac{A}{\text{Wt}} \times \frac{100}{1000}$$

Donde:

NaLect= meq/L de leídos

A = volumen total del extracto (mL)

Wt = peso del suelo (g)

4.5.2. Metodología empleada en la EEA Donoso para la determinación de cationes intercambiables (Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^{+} y Na^{+})

Equipos y materiales

- Tubos de ensayo con capacidad para 20 mL.
- Gradilla para tubos de ensayo de 20 mL.
- Pipeta automática para tomar alícuota de 1 mL.
- Espectrofotómetro de absorción atómica.



Figura 25. Espectrofotómetro de absorción atómica

Reactivos

- **Acetato de amonio 1 N, pH 7.0.** Disolver 77.08 g de la sal acetato de amonio en 1000 mL de agua destilada. Regular el pH a 7 (si es para acidificar con ácido y si es para alcalinizar con soda), es decir si se tiene un valor de pH = 6.97, se ajusta a 7 con hidróxido de sodio al 20 % ó 1 N, y si se tiene 7.80 de pH, se ajusta a pH = 7 con HCl a 1 N.
- **Preparación alternativa.** Adicionar 60 mL de ácido acético (CH_3COOH) a 850 mL de agua destilada. Agregar 70 mL de hidróxido de amonio (NH_4OH). Homogenizar y dejar enfriar. Llevar a volumen de 1000 ml y ajustar a pH 7.0.
- **Cloruro de lantano para análisis (P.A.): Solución de cloruro de lantano ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) al 1 %.** Pesar 2.67 g de cloruro de lantano y disolver para 1000 mL de agua destilada.
- Agua destilada.
- Los estándares de calcio, magnesio, sodio y potasio de 1000 ppm se adquieren en tiendas (estas son soluciones stock). Los parámetros a medir en el equipo de absorción atómica son:
 - ▶ Concentraciones de Ca: Std₁ (2 ppm), Std₂ (4 ppm) y Std₃ (6 ppm).
 - ▶ Concentraciones de Mg: Std₁ (0.5 ppm), Std₂ (1 ppm) y Std₃ (1.5 ppm).
 - ▶ Concentraciones de K: Std₁ (2 ppm), Std₂ (4 ppm) y Std₃ (6 ppm).
 - ▶ Concentraciones de Na: Std₁ (1 ppm), Std₂ (2 ppm) y Std₃ (3 ppm).

Procedimiento

- Pesar 2.5 g de suelo y colocarlo en un matraz de 125 mL que contiene un embudo con papel filtro Whatman N° 2 (papel filtro lento) o su equivalente (papel filtro lento en pliego).
- Lavar el suelo con agua destilada para eliminar los iones solubles (disminuir las sales de los suelos). Volumen de agua sugerido: 50 mL. Dejar filtrar y eliminar dicho filtrado.
- Lavar el suelo con 50 mL de acetato de amonio 1 N, pH 7.0. Recibir el filtrado (extracto amónico) y recuperarlo para determinar los cationes cambiables: Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^{+} y Na^{+} .



Figura 26. Muestras pesadas para realizar análisis de capacidad intercambio catiónico

4.5.2.1. Calcio (Ca)

Reactivos

- Solución stock de 1000 ppm de Ca.
- Solución stock de 100 ppm de Ca:
A partir de 1000 ppm de Ca, preparar solución stock de 100 ppm de Ca para 250 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$X = \frac{250 \times 100}{1000} = 25 \text{ mL}$$

Del resultado se concluye que se necesitan 25 mL de estándar de 1000 ppm de Ca para preparar la solución stock de 100 ppm de Ca para 250 mL.

Preparación de la curva

De la solución stock de 100 ppm de Ca se prepara estándares de 2, 4 y 6 ppm de Ca para un volumen de 100 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$\text{Std}_1 \quad X = \frac{100 \times 2}{100} \quad X = 2 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_2 \quad X = \frac{100 \times 4}{100} \quad X = 4 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_3 \quad X = \frac{100 \times 6}{100} \quad X = 6 \text{ mL}$$

Para preparar los estándares de 2, 4 y 6 ppm de Ca (Std₁, Std₂ y Std₃, correlativamente) se necesitan 2, 4 y 6 mL de la solución stock de 100 ppm de Ca (Tabla 5).

Estándares	Alícuota de Sol. Stock de 100 ppm de Ca (mL)	Volumen final con LaCl ₃ ·7H ₂ O al 1% (mL)	Concentración conocida (ppm)
Std ₁	2	100	2
Std ₂	4	100	4
Std ₃	6	100	6
Blanco	0	100	0

Tabla 5. Estándares para la curva de Ca

Lectura

A una dilución de 1/10

- Tomar 1 mL del extracto amónico, luego colocar en un tubo de ensayo y adicionar 9 mL de cloruro de lantano al 1% (para evitar las interferencias).
- Homogenizar la disolución y realizar la lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica frente a soluciones estándares.

4.5.2.2. Magnesio (Mg)

Reactivos

- Solución stock de 1000 ppm de Mg.
- Solución stock de 100 ppm de Mg:

A partir de 1000 ppm de Ca, preparar solución stock de 100 ppm de Mg para 250 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$X = \frac{250 \times 100}{1000}$$

$$X = 25 \text{ mL}$$

Del resultado, se concluye que se necesitan 25 mL de estándar de 1000 ppm de Mg para preparar la solución stock de 100 ppm de Mg para 250 mL.

Preparación de la curva

De la solución stock de 100 ppm de Mg se prepara estándares de 0.5, 1.0 y 1.5 ppm de Mg para un volumen de 100 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$\text{Std}_1 \quad X = \frac{100 \times 0.5}{100} \quad X = 0.5 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_2 \quad X = \frac{100 \times 1.0}{100} \quad X = 1.0 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_3 \quad X = \frac{100 \times 1.5}{100} \quad X = 1.5 \text{ mL}$$

Para preparar los estándares de 0.5, 1.0 y 1.5 ppm de Mg (Std₁, Std₂, Std₃ correlativamente) se necesitan 0.5, 1.0 y 1.5 mL de la solución stock de 100 ppm de Mg (Tabla 6).

Estándares	Alícuota de Sol. Stock de 100 ppm de Mg (mL)	Volumen final con LaCl ₃ ·7H ₂ O al 1 % (mL)	Concentración conocida (ppm)
Std ₁	0.5	100	0.5
Std ₂	1.0	100	1.0
Std ₃	1.5	100	1.5
Blanco	0	100	0

Tabla 6. Estándares para la curva de Mg

Lectura

A una dilución de 1/10

- Tomar 1 mL del extracto amónico, luego colocar en un tubo de ensayo y adicionar 9 mL de cloruro de lantano al 1 % (para evitar las interferencias).
- Homogenizar la disolución y realizar la lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica frente a soluciones estándares.

4.5.2.3. Potasio (K)

Reactivos

- Solución stock de 1000 ppm de K.
- Solución stock de 100 ppm de K:

A partir de 1000 ppm de K, preparar la solución stock de 100 ppm de K para 250 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$X = \frac{250 \times 100}{1000}$$

$$X = 25 \text{ mL}$$

Del resultado se concluye que se necesitan 25 mL de estándar de 1000 ppm de K para preparar la solución stock de 100 ppm de K para 250 mL.

Preparación de la curva

De la solución stock de 100 ppm de K se preparan estándares de 2, 4 y 6 ppm de Ca para un volumen de 100 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$\text{Std}_1 \quad X = \frac{100 \times 2}{100} \quad X = 2 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_2 \quad X = \frac{100 \times 4}{100} \quad X = 4 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_3 \quad X = \frac{100 \times 6}{100} \quad X = 6 \text{ mL}$$

Para preparar los estándares de 2, 4 y 6 ppm de K (Std₁, Std₂ y Std₃, correlativamente) se necesitan 2, 4 y 6 mL de la solución stock de 100 ppm de K (Tabla 7).

Estándares	Alícuota de Sol. Stock de 100 ppm de K (mL)	Volumen final con LaCl ₃ ·7H ₂ O al 1 % (mL)	Concentración conocida (ppm)
Std ₁	2	100	2
Std ₂	4	100	4
Std ₃	6	100	6
Blanco	0	100	0

Tabla 7. Estándares para la curva de K

Lectura

A una dilución de 1/25

- Tomar 1 mL del extracto amónico, colocarlo en un tubo de ensayo y adicionar 24 mL de agua destilada.
- Homogenizar la disolución y realizar la lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica frente a soluciones estándares.

4.5.2.4. Sodio (Na)

Reactivo

- Solución stock de 1000 ppm de Na.
- Solución stock de 100 ppm de Na:

A partir de 1000 ppm de Na, preparar solución stock de 100 ppm de Na para 250 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$X = \frac{250 \times 100}{1000}$$

$$X = 25 \text{ mL}$$

Del resultado se concluye que se necesitan 25 mL de estándar de 1000 ppm de Na para preparar la solución stock de 100 ppm de Na para 250 mL.

Preparación de la curva

De la solución stock de 100 ppm de Na se preparan estándares de 1, 2 y 3 ppm de Ca para un volumen de 100 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$\text{Std}_1 \quad X = \frac{100 \times 1}{100} \quad X = 1 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_2 \quad X = \frac{100 \times 2}{100} \quad X = 2 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_3 \quad X = \frac{100 \times 3}{100} \quad X = 3 \text{ mL}$$

Para preparar los estándares de 1, 2 y 3 ppm de Na (Std₁, Std₂, Std₃ correlativamente) se necesitan 1, 2 y 3 ml de la solución stock de 100 ppm de Na (Tabla 8).

Estándares	Alícuota de Sol. Stock de 100 ppm de Na (mL)	Volumen final con LaCl ₃ ·7H ₂ O al 1 % (mL)	Concentración conocida (ppm)
Std ₁	1	100	1
Std ₂	2	100	2
Std ₃	3	100	3
Blanco	0	100	0

Tabla 8. Estándares para la curva de Na

Lectura

A una dilución de 1/10

- Tomar 1 mL del extracto amónico, luego colocar en un tubo de ensayo y adicionar 9 mL de agua destilada.
- Homogenizar la disolución y realizar la lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica frente a soluciones estándares.

4.5.3 Cálculos

$$\text{Cación (meq/100 g)} = \frac{\text{Lect. EEA} \times \text{Dis} \times \text{Sol}}{\text{g} \times \text{p(mEq)} \times 10}$$

Donde:

Lect. EEA = Lectura en el equipo de absorción atómica

Dis = Disolución de lectura

Sol = Mililitros de acetato de amonio

g = Gramos de suelo

p(mEq) = Peso equivalente del catión

Ejemplo de cálculos

- Si la lectura fuese 1.27 ppm de calcio (Ca) en el equipo de absorción atómica:

$$\text{Ca (meq/100g)} = \frac{1.27 \times 10 \times 50}{2.5 \times 20.039 \times 10} = 1.27 \text{ meq/100g}$$

- Si la lectura fuese 0.27 ppm de magnesio (Mg) en el equipo de absorción atómica:

$$\text{Mg (meq/100g)} = \frac{0.27 \times 10 \times 50}{2.5 \times 12.039 \times 10} = 0.44 \text{ meq/100g}$$

- Si la lectura fuese 0.85 ppm de potasio (K) en el equipo de absorción atómica:

$$\text{K (meq/100g)} = \frac{0.85 \times 25 \times 50}{2.5 \times 39.098 \times 10} = 1.09 \text{ meq/100g}$$

- Si la lectura fuese 1.27 ppm de sodio (Na) en el equipo de absorción atómica:

$$\text{Na (meq/100g)} = \frac{1.27 \times 10 \times 50}{2.5 \times 22.989 \times 10} = 1.10 \text{ meq/100g}$$

Nota:

Centimoles por kilogramo (Cmol(+)/Kg) es la unidad oficial en el Sistema Internacional de Medidas y es igual a milequivalentes por 100 gramos de suelo (mEq/100 g).

4.6. Determinación de la acidez y aluminio intercambiable, método Barnhisel y Bertsch

Principio

La acidez intercambiable es el resultado de la presencia de hidrógeno (H^+) y aluminio (Al^{+3}) en diferentes proporciones, lo que causa una disminución en el pH. La alta concentración de Al^{+3} genera toxicidad en las plantas, además tiene un efecto negativo sobre las propiedades químicas del suelo como la solubilización, disponibilidad y absorción de nutrimentos; físicas como estructura y estabilidad de agregados; y biológicas como tipo de organismos presentes en el suelo, ocasionando así una reducción en el crecimiento de las raíces, lo cual afecta negativamente el crecimiento del cultivo. Asimismo, reduce la calidad de las cosechas e induce deficiencias nutricionales de Ca, Mg, P, S y Zn entre otros, por lo cual es indispensable conocer la acidez intercambiable de los suelos y relacionarla con el pH, textura y materia orgánica, entre otros (Grant, 1982).

La acidez intercambiable (Al^{+3} y H^+) es desplazada más comúnmente con una solución salina neutra sin tampón, típicamente KCl. La extracción con KCl fue originada por Hopkins et al. (1903). Posteriormente Yuan (1959) amplió este método para distinguir entre la acidez de Al^{+3} y H^+ empleando 1 M NaF para formar un complejo de aluminio en solución. Grant (1982) enfatizó además el valor de la extracción de KCl como método general para determinar la acidez del suelo, especialmente en suelos muy ácidos.

La cantidad de aluminio extraída del suelo depende en gran medida de la metodología utilizada, pudiendo medirse en soluciones centrifugadas y filtradas, siendo esta última la más utilizada. También se ha demostrado que los extractantes con mayor concentración extraen más Al^{+3} + H^+ . Asimismo, se ha demostrado que la cantidad de acidez intercambiable aumenta a mayor relación suelo-extractante y se han utilizado relaciones de (p/v) que van de 1:10 a 1:200 (Dai y Richter, 2000).

Para la determinación únicamente de aluminio intercambiable se adiciona fluoruro de sodio (NaF) para acomplejar al aluminio. La ecuación de esta reacción es:



Posteriormente se titula con ácido clorhídrico (HCl) para cuantificar el Al^{+3} en las muestras.

4.6.1 Metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-33]

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-33] (SEMARNAT, 2002, pp. 61-62)

Equipos y materiales

- Material común de laboratorio.
- Tubos de polietileno para centrifuga (100 mL).
- Agitador mecánico de vaivén.
- Centrifuga.

Reactivos

- **Cloruro de potasio 1 M.** Pesar 74.55 g de KCl en un matraz volumétrico de 1 L, disolver y aforar con agua. Finalmente ajustar el pH a 7.0.
- **Hidróxido de sodio 0.1 M.** Pesar 4 g de NaOH y disolver en 1 L de agua (valorar con material de referencia certificado de HCl 0.1 M).
- Ácido clorhídrico 0.1 M (valorado).
- **Fenolftaleína al 0.5% (p/v) en etanol.** Pesar 0.5 g de fenolftaleína en un matraz volumétrico de 100 mL, disolver con etanol y aforar.
- **Solución de fluoruro de potasio 1 M.** Pesar 58.1 g de KF en un matraz volumétrico de 1 L y aforar con agua.

Procedimiento

- Pesar 5 g de suelo en un tubo de polietileno.
- Adicionar 50 mL de la solución de KCl 1 M.
- Tapar el tubo y colocar en el agitador mecánico durante 30 minutos.
- Destapar los tubos y centrifugar durante 10 minutos a 2500 rpm.
- Filtrar el sobrenadante en papel Whatman N° 42 o su equivalente, recogiendo el filtrado en un vaso de precipitado de 100 mL.
- Tomar una alícuota de 40 mL mediante una pipeta volumétrica y colocar en un matraz Erlenmeyer de 125 mL.

- Agregar 5 gotas de fenolftaleína al 0.5 % y titular con hidróxido de sodio 0.1 M valorado, hasta un punto final de rosa permanente.
- Titular un blanco (igual volumen que muestra, de cloruro de potasio 1 M) de la misma forma.
- Después de registrar el gasto de NaOH anterior, agregar 2 mL de fluoruro de potasio 1 M a la misma solución problema y titular ahora con HCl 0.1M valorado, hasta la desaparición del color rosa.
- Esperar 30 minutos y agregar HCl 0.1 M valorado adicional, hasta un punto final claro. El aluminio e hidrógeno extraídos son calculados de acuerdo a la fórmula vista a continuación.

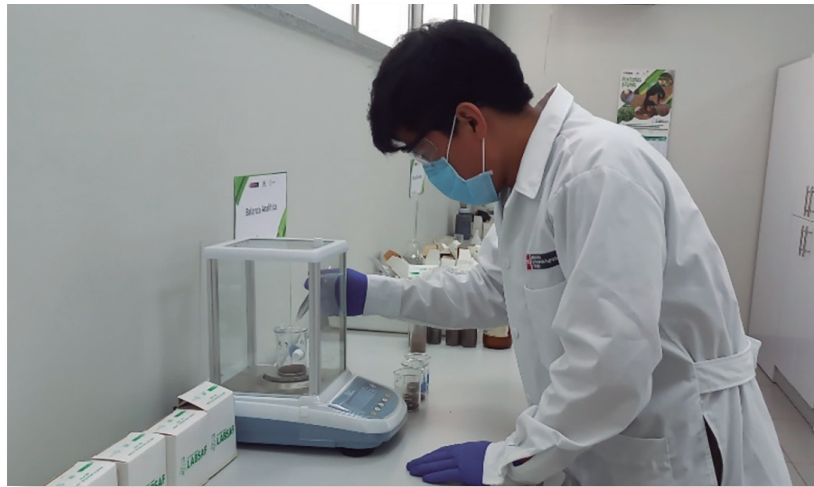


Figura 27. Pesado de muestras para la determinación de acidez intercambiable

Cálculos

Acidez intercambiable

$$\text{Acidez intercambiable (Cmol(+) / Kg)} = \frac{(a - b)}{A} \times M \times 100$$

Donde:

a = Mililitros de NaOH gastados en la muestra.

b = Mililitros de NaOH gastados en el blanco.

M = Molaridad de la solución de NaOH.

s = Peso de la muestra (g).

Al intercambiable

$$\text{Aluminio intercambiable (Cmol(+) / Kg)} = \frac{(\text{mL HCl} \times M \times 100)}{g}$$

Nota:

Centimoles por kilogramo (Cmol(+) / Kg) es la unidad oficial en el Sistema Internacional de Medidas y es igual a miliequivalentes por 100 gramos de suelo (mEq/100 g).

4.6.2. Metodología empleada en la EEA Donoso

Reactivos

- **Solución 1 N de cloruro de potasio.** Pesar 74.56 g de la sal KCl y disolver en aproximadamente 500 mL de agua destilada. Dejar que la temperatura se estabilice y completar a 1 L.
- **Solución 0.01 N de hidróxido de sodio.** Disolver 0.4g NaOH en 1 L de agua destilada.
- **Indicador azul de bromotimol 0.1 %.** Disolver 0.1 g de azul de bromotimol en 100 mL de etanol.

Procedimiento

- Colocar 2 g o 2 mL de suelo en frascos de 125 mL.
- Añadir 20 mL de KCl 1 N.
- Agitar durante 15 minutos. Filtrar en un balón volumétrico de 100 mL
- Colocar una alícuota de 10 mL del extracto.
- Adicionar 2 a 3 gotas del indicador azul de bromotimol (el color se vuelve amarillo).
- Titular con la base 0.01 N NaOH hasta que la solución se torne color azul.

Cálculos

El gasto de hidróxido de sodio 0.01 N, en la titulación da directamente la cantidad de acidez intercambiable, la cual se puede expresar en mEq/100 g de suelo.

4.7. Determinación del nitrógeno total, método Kjeldahl

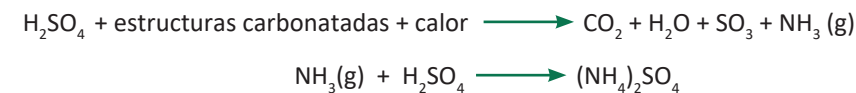
Principio

Un número bastante grande de compuestos nitrogenados son encontrados en los suelos, y para su análisis el método clásico es el procedimiento Kjeldahl. En el transcurrir de los años se han probado diferentes modificaciones para mejorar o remplazar el procedimiento Kjeldahl. Sin embargo, el procedimiento clásico se mantiene como estándar. Bazán (2017) explica detalladamente el proceso, el cual se presenta a continuación.

La determinación comprende dos etapas:

1. Ataque o digestión de la muestra para convertirla en amoníaco.
2. Determinación del amoníaco en la muestra atacada o digerida.

En este método la muestra sufre un proceso de digestión con una mezcla catalizadora que contiene H_2SO_4 y K_2SO_4 . La digestión se realiza en presencia de calor y se usa un balón de cuello alargado. Cuando se trata una sustancia orgánica con ácido sulfúrico (H_2SO_4) hirviendo, hay un derrumbamiento molecular por oxidación de la materia orgánica formándose H_2O , CO_2 , el nitrógeno se transforma en NH_3 que, junto al ácido sulfúrico, forma $(NH_4)_2SO_4$.



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



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

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



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



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



El pH del ácido bórico (ácido débil) es menor que 5, pero como el $NH_4(OH)$ es destilado dentro de la solución de ácido bórico, el pH de la solución tiende a incrementarse. La presencia de un indicador disuelto en el ácido bórico cambiará de color a medida que la solución se hace más alcalina.

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



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

4.7.1 Metodología ISO 11261

La metodología ISO 11261:1995 (International Organization for Standardization [ISO], 1995) indica lo siguiente:

Equipos y materiales

- Balanza analítica.
- Micro bureta.
- Cámara de extracción de gases.
- Digestor Kjeldahl.
- Destilador Kjeldahl.
- Balones Kjeldahl (100 mL).

Reactivos

Todos los reactivos deben tener un elevado grado de pureza (p. a.).

- Ácido sulfúrico concentrado ($\text{H}_2\text{SO}_4 = 1.84 \text{ g/mL}$).
- **Mezcla catalizadora.** Mezclar 5 g de sulfato de potasio (K_2SO_4), 0.5 g de sulfato de cobre (CuSO_4), 0.05 g de selenio (Se) o 0.05 g de titanio (Ti).
- **Hidróxido de sodio (NaOH) 40 %.** Pesar 400 g de hidróxido de sodio (NaOH) en balanza técnica y disolver completamente en 750 mL de agua destilada. Mantener esta solución tapada y en reposo durante 24 horas. Llevar a volumétrico de 1 L y enrasar. Guardar en frasco plástico con tapa de goma.
- **Indicador Tachiro (con ácido bórico 2 %).** Disolver 20 g de ácido bórico (H_3BO_3) en 600 mL de agua destilada a 60 °C; enfriar y añadir 20 mL de alcohol etílico ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), 4 mL de rojo de metilo ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$) al 0.15 % y 4 mL de azul de metileno ($\text{C}_{37}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{Na}_2\text{O}_9\text{S}_3$) al 0.1 %. Enrasar en frasco volumétrico de 1 L.
- **Ácido sulfúrico (H_2SO_4) o ácido clorhídrico (HCl) 0.01 M.** Disolver el contenido del fixanal de una concentración mayor a 0.01 M de uno de estos dos ácidos, en 1 L de agua destilada; de acuerdo a las indicaciones del fabricante para obtener 0.01 M.

Procedimiento

- Secar la muestra de suelo al aire, homogeneizar y pasar por tamiz de 0,25 mm.
- Pesar 1 g de la muestra tamizada y llevar a un balón de digestión. Añadir 10 mL de ácido sulfúrico concentrado y digerir la muestra de suelo entre 45 minutos a 1 hora, a una temperatura comprendida entre 370 °C a 400 °C (hasta que la solución tome color gris azulado).
- Colocar la muestra digerida en el destilador y añadir 50 mL de hidróxido de sodio al 40 %. Destilar hasta completar la eliminación del ión amonio. Recoger aproximadamente un volumen de 150 mL en un matraz Erlenmeyer colector, al cual se le ha añadido previamente 20 mL del indicador Tachiro.
- Valorar el contenido del frasco con ácido sulfúrico 0.01 M hasta visualizar el cambio de color verde a violeta. La determinación se realizará a cada muestra por duplicado y en presencia de una muestra en blanco.

Cálculos

La estimación del contenido de nitrógeno total del suelo, se obtendrá mediante la ecuación:

$$\% \text{ N} = \frac{[(A - B) \times M \times 0.014 \times 100]}{\text{PM}}$$

Donde:

% N = Contenido de nitrógeno del suelo (%).

A = Volumen consumido en la valoración de la muestra (mL).

B = Volumen consumido en la valoración del blanco (mL).

M = Concentración del ácido sulfúrico (mol).

0.014 = Coeficiente para transformar los resultados en nitrógeno.

PM = Peso de la muestra de suelo (g).

4.7.2 Metodología empleada en la EEA Donoso

Equipos y materiales

- Digestor y destilador micro Kjeldahl.
- Tubos de destilación adaptable a micro Kjeldahl de 100 mL.
- Matraz de Erlenmeyer de 50 o 100 mL.
- Bureta de 25 mL.
- Cronómetro.



Figura 28. Destilador Kjeldahl

Reactivos

- Ácido sulfúrico Q. P.
- Mezcla reactiva de selenio (catalizador).
- **Solución de ácido sulfúrico 0.1 N.** En una fiola de 1000 ml que contenga 400 mL de agua destilada, adicionar lentamente 2.8 mL de ácido sulfúrico Q. P., dejar enfriar y luego llevar a volumen de 1 L y homogenizar bien la solución.

- **Ácido bórico (H_3BO_3) al 2 %.** Pesar 20 g de H_3BO_3 y disolver con 400 mL de agua destilada caliente. Una vez frío, llevar a volumen final de 1 L con agua destilada.
- **Hidróxido de sodio (1/1).** Disolver 1 kg de hidróxido de sodio en escamas en 1 L de agua destilada. Adicionar 1 g de fenoltaleína en polvo. Agitar hasta disolver la sal (con ayuda de un depósito de agua fría o helada), se guarda en una botella preferiblemente de polietileno y tapar bien.
- **Indicador.** Pesar 100 mg de rojo de metilo y 180 mg de azul de metileno, disolver en una fiola de 100 mL con alcohol etílico (de 70 a 96 %).

Procedimiento

- En un cuadrado de papel pesar 1 o 2 g de muestra tamizada por una malla de 0.25 mm, doblar el papel con el contenido e introducir dentro de un tubo de digestión, agregar 0.5 g de la mezcla de selenio y 3 mL de ácido sulfúrico concentrado.
- Digerir el material (es decir calentar en la unidad de digestión) hasta que el residuo se torne claro (cuando esto sucede, significa que ha terminado la digestión) y dejar enfriar.
- Una vez frío, adicionar en el tubo de digestión 2 a 3 mL de agua destilada para disolver los sólidos. Luego verterlo al aparato de destilación a través del embudo, enjuagar el balón o tubo dos veces más con agua destilada, abrir la llave y dejar caer lentamente el contenido a la cámara de vapor. Cuando todo el contenido ha sido trasvasado, cerrar la llave.
- Añadir 25 mL de la solución de hidróxido de sodio (1/1) al embudo de la cámara de vapor, volver a abrir la llave y dejar caer lentamente hasta que la solución de la cámara se torne a un color rojo carmesí (púrpura intenso), indicación de la neutralización de la acidez. Cerrar la llave y dejar destilar.
- Previamente se debe colocar en la salida del refrigerante un matraz de Erlenmeyer de 50 o 100 mL el que debe contener 20 mL de la solución de ácido bórico al 2 % más 2 o 3 gotas del indicador.
- Considerar como punto final cuando el contenido del Erlenmeyer tome un color de viraje del indicador (que va del color azul a verde esmeralda brillante), dejar un margen de destilación de 3 minutos (aproximadamente 30 mL).
- Efectuar una determinación en blanco, usando las mismas cantidades del reactivo y el mismo periodo de digestión, y realizar subsecuentemente la titulación de la misma muestra (se inicia con el selenio, el ácido y así sucesivamente). Registrar el gasto.
- Luego se procede a la titulación del destilado con ácido sulfúrico 0.1 N (estandarizado) y anotar el gasto.

Cálculos

$$\% N = \frac{(G - B) \times N \times \text{meq N}}{g} \times 100$$

Donde:

G = Gasto del ácido de la muestra

N = Normalidad del ácido sulfúrico

g = Peso de muestra (g)

B = Gasto de ácido del blanco

meqN= Milequivalentes de nitrógeno (0.014)

Ejemplo de cálculo

$$\% N = \frac{(2.1 - 0.1) \times 0.1 \times 0.014}{0.1} \times 100$$

$$\% N = 2.80 \%$$

4.8. Determinación del fósforo disponible

El fósforo (P) es un elemento fundamental para la vida en la Tierra. Los organismos vivos dependen de un suministro constante de fósforo, ya que está implicado de manera crucial en la mayoría de los principales procesos metabólicos; por ejemplo, en la transferencia de energía en forma de trifosfato de adenosina (ATP). Del mismo modo, las plantas dependen de este elemento para asegurar la producción de energía en la fotosíntesis (Ruttenberg, 2013).

La determinación del fósforo disponible consiste en la extracción de este elemento por medio de una solución extractiva (generalmente sales de ácidos débiles).

4.8.1. Método de Olsen**Principio**

El método Olsen es el más adecuado para determinar fósforo en suelos calcáreos, particularmente aquellos con carbonato de calcio mayor a 2 %, aunque algunos estudios sugieren que es razonablemente eficaz en suelos ácidos (Fixen y Grove, 1990). El método se basa en el uso de HCO_3^- , CO_3^{2-} y OH^- , en una solución 0.5 M NaHCO_3 para disminuir las concentraciones de la solución de Ca^{+2} soluble precipitándolo en forma de CaCO_3 , y también disminuir el contenido de Al^{+3} y Fe^{+3} soluble mediante la formación de hidróxidos de Al y Fe, lo que aumenta la solubilidad fósforo. La reacción puede presentarse como sigue:



El aumento de cargas negativas en la superficie del complejo arcillo-húmico y/o la disminución de la adsorción por parte del hierro (Fe) y aluminio (Al) a niveles altos de pH, también fomentan la liberación de fósforo disponible a la solución suelo.

Un valor de 10 mg/kg de fósforo usando el método de Olsen, generalmente se considera que es óptimo para la planta. Este es inferior a los valores críticos utilizados en los métodos de Bray y Kurtz P-1, Mehlich 1 y Mehlich 3; debido a que el agente extractante de Olsen remueve menos fósforo en la mayoría de los suelos que estos extractantes ácidos. Kuo (1996) afirma que la interpretación adecuada de los resultados usando el método de Olsen en suelos con diversas propiedades requiere de información sobre la capacidad de retención de fósforo del suelo.

4.8.1.1. Metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-10]

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-10] (SEMARNAT, 2002, pp. 23-25) señala lo siguiente:

Equipos y materiales

- Tubos de polietileno de 100 mL.
- Papel Whatman N° 42 o equivalente.
- Agitador mecánico recíproco, ajustado a 180 oscilaciones/minuto.
- Balanza analítica.
- Matraces volumétricos de 50 mL.
- Bureta de 10 mL.
- Espectrofotómetro para leer a 880 nm y celdas de vidrio.

Reactivos

- Hidróxido de sodio 1 M. Disolver 4 g de NaOH en 100 mL de agua.
- **Bicarbonato de sodio (NaHCO₃) 0.5 M.** Disolver 42 g de NaHCO₃ en 1 L de agua, aproximadamente. Ajustar el pH de esta solución a 8.5, mediante la adición de solución de NaOH 1 M. Llevar a volumen con agua destilada.
- Algunos autores recomiendan adicionar aceite mineral para evitar la exposición de la solución al aire. Guardar la solución en un recipiente de polietileno y revisar el pH de la solución antes de usarse, de requerirse, volver a ajustar a 8.5.
- **Solución de tartrato de antimonio y potasio al 0.5 %.** Pesar 0.5 g de K(SbO) C₄H₄O₆·1/2 H₂O, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, disolver y aforar con agua destilada.
- **Solución de molibdato de amonio [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O].** Disolver 20 g de molibdato de amonio [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O] en 300 mL de agua destilada. Agregar lentamente bajo constante agitación y con cuidado, 450 mL de H₂SO₄ (14 N) (194.4 mL H₂SO₄ concentrado diluido a 500 mL con agua resulta una concentración de aproximadamente 14 N). Agregar 100 mL de una solución al 0.5 % p/v de tartrato de antimonio y potasio. Diluir las mezclas a 1 L con agua destilada. Luego, tapar el frasco con papel aluminio para protegerlo de la luz.
- **Solución reductora con ácido ascórbico.** Disolver 0.50 g de ácido ascórbico con un poco de solución de molibdato de amonio y aforar a 100 mL con la misma solución. Esta solución es preparada cada vez que se vaya a formar color.
- **Solución patrón de fósforo (200 mg/L).** Pesar exactamente 0.8786 g de fosfato de potasio monobásico (KH₂PO₄) seco al horno a 105 °C, disolver en agua y aforar a 1 L. Guardar en envase de plástico o vidrio y conservar en refrigeración. Algunos autores recomiendan adicionar 25 mL de H₂SO₄ 7 N antes de aforar para conservar la solución libre de contaminantes biológicos.
- **Solución patrón de 5 mg/L de fósforo.** Diluir 5 mL de la solución de 200 mg/L de fósforo a 200 mL con agua destilada. Preparar esta solución fresca cada 5 días.

Procedimiento

- Pesar 2.5 g de suelo previamente tamizado por malla de 2 mm y colocarlo en los tubos de polietileno.
- Adicionar 50 mL de la solución extractora tapar y agitar la suspensión en agitador de acción recíproca durante 30 minutos a 180 oscilaciones/minuto.
- Filtrar inmediatamente a través de papel filtro Whatman N° 42 u otro de calidad similar.

- Preparar blancos a partir de alícuotas de solución extractora y adicionando todos los reactivos como en las muestras.
- Tomar una alícuota de 5 mL (o 10 mL si la concentración de fósforo es muy baja) del filtrado y colocarla en un matraz aforado de 50 mL.
- Agregar 5 mL de la solución reductora, agitar y aforar. Leer después de 30 minutos, pero antes de 1 hora; a una longitud de onda 882 nm (leer previamente la curva de calibración).
- Preparar una curva de calibración con patrones de 0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 y 1.0 mg/L de fósforo.
- Pipetear 0, 1, 2, 4, 6 y 10 mL de una solución de 5 mg/L de fósforo a matraces aforados de 50 mL.
- Adicionar un volumen de solución extractante de NaHCO₃ 0.5 M igual a la alícuota empleada para medir en las muestras desconocidas.
- Llevar a aproximadamente 40 mL con agua y adicionar 5 mL de la solución reductora con ácido ascórbico, aforar.
- Agitar nuevamente. Leer después de 30 minutos, pero antes de una hora a 882 nm. Leer las muestras y los patrones al mismo tiempo de reacción, contando el tiempo desde que se agrega el reactivo que genera el complejo hasta el momento de la lectura.

Cálculos

$$P \text{ (mg/Kg de suelo)} = CC \times \frac{V_i}{p} \times \frac{V_f}{a}$$

Donde:

CC = mg/L de fósforo en la solución. Se obtiene graficando la curva de calibración (absorbancia contra mg/L) e interpolando en la misma los valores de absorbancia de las muestras analizadas, a las cuales previamente se les ha dado el valor promedio de los blancos o por medio de una regresión simple.

V_i = Volumen de la solución extractora adicionada.

p = Peso de la muestra de suelo seca al aire.

V_f = Volumen final de la solución colorimétrica a leer.

a = Alícuota de la muestra empleada para la cuantificación.

Interpretación de resultados de fósforo por el método Olsen

Los resultados de los análisis pueden interpretarse de forma aproximada con el siguiente cuadro:

Clase	Fósforo (mg/Kg)
Bajo	< 5.5
Medio	5.5-11
Alto	> 11

Tabla 9: Interpretación de los resultados obtenidos por el método Olsen

Debe recordarse que para cada condición climática y cultivo se genera un nivel diferente de aprovechamiento del fósforo del suelo. Si se conocen los criterios de interpretación para algún suelo y cultivo determinado, éstos se reportarán junto con el resultado del análisis.

4.8.1.2. Metodología empleada en la EEA Donoso

Equipos y materiales

- Frasco de 65 mL.
- Tapones de jebe, goma o parafilm.
- Embudos de vidrio o plástico.
- Tubos de ensayo con capacidad para 50 mL
- Gradilla para tubos de ensayo de 50 mL
- Pipeta automática para tomar alícuota de 5 mL.
- Colorímetro o espectrofotómetro de luz visible.
- Agitador.
- Balanza analítica (mínimo de 3 decimales).
- Cuchara de capacidad de 2.5 mL o g de suelo.



Figura 29. Espectrofotómetro UV/Vis

Reactivos

- Bicarbonato de sodio para análisis (para análisis [P. A.]).
- Hidróxido de sodio (P. A.).
- Carbón activado.
- Fosfato diácido de potasio (P. A.).
- Molibdato de amonio (P. A.).
- Tartrato doble de antimonio y potasio (P. A.).
- Ácido sulfúrico (químicamente puro [Q. P.]).
- Ácido ascórbico (P. A.).
- Agua destilada.
- **Extractante Olsen (NaHCO₃ 0.5 M, pH 8.5).** Disolver 42 g de bicarbonato de sodio en 1000 mL de agua destilada. Ajustar el pH a 8.5 con una solución de NaOH 5 N.
- **Solución Sulfo Molíbdica (SSM).** Disolver 1 g de molibdato de amonio [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O] en aproximadamente 800 mL de agua destilada pura. Disolver 0.025 g de tartrato doble de antimonio y potasio (KSbO.C₄H₄O₆). Mezclar ambos. Adicionar 16 mL de H₂SO₄ concentrado. Enfriar y llevar a volumen de 1000 mL. Almacenar en frasco oscuro y en refrigeración.
- **Solución de desarrollo de color.** Se prepara la cantidad necesaria en el momento a trabajar. A 1000 mL de la Solución Sulfo Molíbdica (SSM) se le adiciona 1 g de ácido ascórbico. No debe desarrollar color sin muestra (no guardar más de 24 horas).
- **Solución madre de 1000 mg de P/L (1000 ppm P).** Disolver 4.3936 g de ortofosfato diácido de potasio (KH₂PO₄) secado a 100 °C, en una cantidad mínima de agua. Llevar a volumen de 1000 mL con agua destilada.
- **Solución estándar patrón de trabajo o solución estándar de trabajo.** A partir de la solución madre de 1000 ppm P, preparar por dilución la solución estándar patrón de trabajo de 10 ppm P (10 mg de P/L).
- A partir de la solución patrón de trabajo de 10 mg/L de P (ppm P), preparar soluciones estándares para la curva de 1.0, 2.0, 3.0 y 6.0 mg/L de fósforo (que corresponde correlativamente los estándares: std₁, std₂, std₃ y std₄) para un volumen de 100 mL.
- A partir de las soluciones estándares de 1.0, 2.0, 3.0 y 6.0 ppm de fósforo, preparar soluciones estándares de 0.1, 0.2, 0.3 y 0.6 mg/L de fósforo para la curva en el día de trabajo (que corresponde correlativamente los estándares std₁, std₂, std₃ y std₄) para 20 mL.

Procedimiento

- Pesar 2.5 g de suelo y colocarlos en un frasco de 60 mL. Si el suelo es oscuro agregar 100 mg de carbón activado.
- Adicionar 25 mL del extractante (NaHCO₃ 0.5 M, pH 8.5).
- Agitar durante 15 minutos. Filtrar usando un papel filtro lento o Whatman N° 42, de 11 cm de diámetro.
- En un tubo de ensayo colocar una alícuota de 2 mL del extracto filtrado, 8 mL de agua destilada y 10 mL de la solución de desarrollo de color. Homogenizar.
- Dejar en reposo por 1 hora para que desarrolle el color.
- Leer en el espectrofotómetro a 880 nm de longitud de onda.
- En forma paralela, preparar una serie de patrones de acuerdo a la siguiente secuencia:

Preparación de los estándares

A partir de la solución madre de 1000 ppm P, preparar por dilución la solución estándar patrón de trabajo de 10 ppm P (10 mg de P/ L) para 500 mL.

$$mL a (X) \times []a = mL b \times []b$$

$$X = \frac{500 \times 10}{1000}$$

$$X = 5 \text{ mL}$$

Para preparar la solución patrón de trabajo de 10 ppm de fósforo para 500 mL, se necesitan 5 mL de estándar de 1000 ppm de fósforo.

A partir de la solución patrón de trabajo de 10 mg/L de fósforo (ppm P), preparar soluciones estándares para la curva de 1.0, 2.0, 3.0 y 6.0 mg/L de P (que corresponde correlativamente los estándares: std₁, std₂, std₃ y std₄) para un volumen de 100 mL.

$$mL a (X) \times []a = mL b \times []b$$

Std ₁	$X = \frac{100 \times 1}{10}$	X = 10 mL	Std ₃	$X = \frac{100 \times 3}{10}$	X = 30 mL
Std ₂	$X = \frac{100 \times 2}{10}$	X = 20 mL	Std ₄	$X = \frac{100 \times 6}{10}$	X = 60 mL

Para preparar soluciones de estándares de 1.0, 2.0, 3.0 y 6.0 ppm de P (Std₁, Std₂, Std₃ y Std₄ correlativamente), se necesitan 10, 20, 30 y 60 mL de la solución stock de 10 ppm de P.

Preparación de estándares de P para la curva en el día de trabajo

A partir de las soluciones estándares de 1.0, 2.0, 3.0 y 6.0 ppm de fósforo, preparar soluciones estándares de 0.1, 0.2, 0.3 y 0.6 mg/L de fósforo para la curva en el día de trabajo (que corresponde correlativamente los estándares std₁, std₂, std₃ y std₄) para 20 mL.

$$mL a (X) \times []a = mL b \times []b$$

Std ₁	$X = \frac{20 \times 0.1}{1}$	X = 2 mL
Std ₂	$X = \frac{20 \times 0.2}{2}$	X = 2 mL
Std ₃	$X = \frac{20 \times 0.3}{3}$	X = 2 mL
Std ₄	$X = \frac{20 \times 0.6}{6}$	X = 2 mL

Para preparar soluciones de 0.1, 0.2, 0.3 y 0.6 ppm de fósforo (Std₁, Std₂, Std₃ y Std₄ correlativamente) para un volumen final de 20 mL se necesitan 2, 2, 2 y 2 mL de las soluciones de los estándares 1.0, 2.0, 3.0 y 6.0 ppm de fósforo, respectivamente (Tabla 10).

Concentración conocida de fósforo (ppm)	Agua destilada (mL)	Solución de color (mL)	Volumen final (mL)	Alícuota a partir de 10 ppm P (mL calculados)	Tramitancia (%)
0.0	10.0	10.0	20.0	0	100.0
0.1	8	10.0	20.0	2
0.2	8	10.0	20.0	2
0.3	8	10.0	20.0	2
0.6	8	10.0	20.0	2

Tabla 10: Estándares de fósforo para la curva en el día de trabajo



Figura 30. Lectura en el espectrofotómetro UV/Vis a 882 nm

Cálculos

$$P \text{ (mg/Kg)} = \frac{\text{Lect. abs} \times \text{fc} \times \text{Vol. dil.} \times \text{Vol. ext.}}{\text{Alic} \times \text{g}}$$

Donde:

Lect. abs = Lectura de la absorbancia.

fc = Factor de curva.

Vol. dil. = Volumen de dilución.

Vol. ext. = Volumen del extractante.

Alic = Volumen de la alícuota

g = Gramos de suelo

Ejemplo de cálculo

- Determinación del factor de curva (fc):
 - 0.0 = 0.000
 - 0.1 = 0.083
 - 0.2 = 0.155
 - 0.3 = 0.235
 - 0.6 = 0.473 = 0.6/0.473 = 1.27 fc
- Lectura de la absorbancia = 0.05
- Volumen del extractante = 25 mL
- Volumen de la dilución = 20 mL
- Alícuota = 2 mL
- g = 2.5

$$P \text{ (mg/Kg)} = \frac{0.05 \times 1.27 \times 20 \times 25}{2 \times 2.5}$$

$$P = 6.35 \text{ mg/Kg}$$

4.8.2. Método Bray 1

Principio

Este método se basa en la agitación de una muestra de suelo en una solución de extracción con 0,03 N NH_4F en 0,025 N HCl. El fluoruro de amonio se une a los iones de aluminio (Al) y hierro (Fe) que están en la solución de ácido con la consiguiente liberación de fósforo. De este modo, la combinación de HCl y NH_4F ayudan en la remoción de formas fácilmente solubles de fósforo, siendo en gran medida fosfatos de calcio y parte de fosfatos de aluminio y hierro (Frank et al., 1998). Las reacciones en solución ácida se pueden representar de la siguiente manera:



El HCl ayuda a la disociación del fosfato de calcio más activo e impide la precipitación del fósforo (como fosfato de calcio) que ha sido disuelto por fluoruro de amonio. El análisis de suelo mediante el método de Bray no es adecuado para:

- Suelos arcillosos con moderadamente alto grado de saturación de bases.
- Suelos arcillo-limosos, suelos de textura más fina que son calcáreos, suelos de pH alto (pH > 6.8) o que tienen un alto grado de saturación de bases.
- Suelos con carbonato de calcio equivalente a más de 7 % de la saturación de bases.
- Suelos con grandes cantidades de cal (>2 % de CaCO_3).

En los suelos de este tipo, la acidez de la solución extractante se puede neutralizar. Además, el CaF_2 formado a partir de la reacción de Ca^{+2} soluble en el suelo con el flúor (F) del extractante, puede reaccionar con fósforo (P) e inmovilizarlo. Ambos tipos de reacciones reducen la eficiencia de la extracción de fósforo, como resultado dan valores muy bajos en los análisis del suelo. Por último, el agente de extracción Bray y Kurtz puede disolver el fósforo de la roca fosfórica, por lo tanto, no se deben utilizar en suelos recientemente aplicados con este material, ya que puede sobre estimar el fósforo disponible (Graetz y Nair, 2009).

4.8.2.1. Metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-11]

En la metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-11] (SEMARNAT, 2002, pp. 25-27) se plantea lo siguiente:

Equipos y materiales

- Tubos de polietileno de 50 mL.
- Papel Whatman N° 42.
- Balanza analítica.
- Espectrofotómetro para lecturas a 880 nm y celdas.
- Agitador mecánico recíproco ajustado a 180 oscilaciones/minuto.
- Bureta de 10 mL.
- Matraces volumétricos de 50 mL.

Reactivos

- **Solución de fluoruro de amonio 1 N.** Disolver 37 g de NH_4F en agua destilada, diluir y enrasar hasta 1 L. Conservar esta solución en botella de polietileno.
- **Ácido clorhídrico 0.5 N.** Diluir 20.4 mL de HCl concentrado en agua destilada y enrasar hasta 500 mL.
- **Solución extractora Bray-Kurtz 1.** Mezclar 30 mL de la solución de fluoruro de amonio 1 N con 50 mL de la solución de ácido clorhídrico 0.5 N, diluir y enrasar a 1 L con agua destilada. La solución resultante es de 0.03 N en NH_4F y 0.025 N de HCl y es estable por más de un año si se conserva en frasco de polietileno.
- **Solución de tartrato de antimonio y potasio al 0.5 %.** Pesar 0.5 g de $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL disolver y aforar con agua destilada.
- **Solución de molibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$.** Disolver 20 g de molibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ en 300 mL de agua destilada. Agregar 450 ml de H_2SO_4 (14 N) lentamente, bajo constante agitación y con cuidado. Para obtener la solución de H_2SO_4 a 14 N, diluir 194.4 mL H_2SO_4 concentrado en 500 mL con agua destilada. Agregar 100 mL de una solución de tartrato de antimonio y potasio al 0.5 % (p/v). Diluir las mezclas con agua destilada y enrasar a 1 L. Este frasco se debe mantener tapado con papel aluminio y protegido de la luz.
- **Solución reductora con ácido ascórbico.** Disolver 0.50 g de ácido ascórbico con un poco de solución patrón de molibdato de amonio y aforar a 100 mL con la misma solución. Esta solución es preparada cada vez que se vaya a formar color.
- **Solución patrón de 200 mg/L de fósforo.** Disolver en agua 0.8786 g de fosfato dihidrógeno de potasio (KH_2PO_4) seco al horno, y diluirla a 1 L. Esta solución contiene 200 mg/L y debe guardarse refrigerada en frasco de plástico o de vidrio blando (no Pyrex) para evitar contaminación con arsénico. Algunos autores recomiendan agregar antes de enrasar 25 mL de H_2SO_4 7 N, lo cual ayudará a su conservación indefinida.
- **Solución patrón de 10 mg/L de fósforo.** Diluir 10 mL (medidos con bureta) de la solución de 200 mg/L P en 200 mL con agua destilada.

Procedimiento

- Pesar 2.5 g de suelo previamente tamizado por malla de 2 mm y colocarlo en un tubo de polietileno de 50 mL.
- Adicionar 25 mL de la solución extractora y taparlo.
- Agitar la suspensión en agitador de acción recíproca regulado a 180 oscilaciones/minuto, por 5 min.
- El extracto se filtra a través de papel Whatman N° 42 u otro de calidad similar. Debe recordarse que algunos papeles filtros pueden contener cantidades altas de fósforo.
- Tomar una alícuota de 2 a 40 mL del extracto, dependiendo de la concentración de fósforo en solución (alícuotas de 5 a 10 mL son en general adecuadas para suelos bajos y medios en fósforo) y colocarla en un matraz aforado de 50 mL.

- Adicionar agua hasta completar aproximadamente 40 mL. Si es que se usa una alícuota inferior a este volumen.
- Agregar 5 mL de la solución reductora, agitar y completar a volumen.
- Esperar 30 minutos y leer la intensidad de la absorción de luz a 882 nm.
- Preparar blancos siguiendo el mismo procedimiento que en las muestras.
- Preparar una curva de calibración que contenga puntos correspondientes a 0, 1, 2, 3, 4 y 5 mg/L de fósforo. Para ello, colocar 0, 5, 10, 15, 20 y 25 mL de la solución de 10 mg/L de fósforo en matraces aforados de 50 mL y proseguir en la forma descrita para las muestras.
- Adicionar un volumen de solución extractante igual a la alícuota empleada para medir en las muestras conocidas.
- Llevar a aproximadamente 40 mL con agua y adicionar 5 mL de la solución reductora, agitar y completar a volumen.
- Esperar 30 minutos y leer la intensidad de la absorción de luz a 862 nm.

Cálculos

$$P \text{ (mg/Kg de suelo)} = CC \times \frac{V_i}{p} \times \frac{V_f}{a}$$

Donde:

CC = mg/L de fósforo en la solución. Se obtiene graficando la curva de calibración (absorbancia contra mg/L) e interpolando en la misma los valores de absorbancia de las muestras analizadas, a las cuales previamente se les ha restado el valor promedio de los blancos o por medio de una regresión simple.

Vi = Volumen de la solución extractora adicionada.

p = Peso de la muestra de suelo seca al aire.

Vf = Volumen final de la solución colorimétrica a leer.

a = Alícuota de la muestra empleada para la cuantificación.

Interpretación de resultados Fósforo Bray y Kurtz 1

Los resultados de los análisis pueden interpretarse de forma aproximada con el siguiente cuadro:

Clase	P (mg/Kg)
Bajo	< 15
Medio	15-30
Alto	> 30

Tabla 11. Interpretación de los resultados obtenidos por el método Bray y Kurtz

Nota:

Debe recordar que para cada condición climática y cultivo se genera un nivel diferente de aprovechamiento del fósforo del suelo. Si se conocen los criterios de interpretación para algún suelo y cultivo determinado, éstos se reportarán junto con el resultado del análisis.

4.9. Determinación del potasio disponible

Principio

El potasio (K) en el suelo se puede encontrar en cuatro formas dependiendo de su disponibilidad para las plantas: en solución suelo, intercambiable, no intercambiable y estructural. Sin embargo, solo una pequeña fracción (aproximadamente 1 %) está presente en una forma disponible para las plantas, esto es, aquel que es soluble en agua y el potasio intercambiable, el cual rutinariamente es medido en los laboratorios. El potasio intercambiable se determina siguiendo la metodología explicada para la determinación de cationes cambiabiles, sin el lavado previo con agua para lavar las sales (Bazán, 2017).

4.9.1. Metodología empleada en la EEA Donoso

Equipos y materiales

- Equipo de espectrofotómetro de absorción atómica (EAA).
- Equipo de centrifuga.
- Agitador mecánico.

Reactivos

- Solución de acetato de amonio (NH_4OAc) 1 N.
- Adicionar 57 mL de ácido acético (CH_3COOH) a 800 mL de agua destilada, luego adicionar 68 mL de hidróxido de amonio concentrado.
- Ajustar a pH 7.0 adicionando ácido acético o hidróxido de amonio. Llevar a volumen de 1 L con agua destilada.
- **Soluciones estándar de potasio.** Preparar de acuerdo al manual del equipo. La solución estándar para medir potasio soluble en agua debe ser preparada con agua destilada y la de potasio extractable debe ser preparada con acetato de amonio.

Procedimiento

- Pesar 2.5 g de suelo depositándolos en un embudo que contenga papel filtro Whatman N° 2 (papel filtro lento) o su equivalente (papel filtro lento en pliego) y colocarlos en un matraz de Erlenmeyer de 125 mL.
- Lavar el suelo con 50 mL de acetato de amonio 1 N, pH 7.0. Recibir el filtrado (extracto amónico) y recuperarlo para determinar el contenido de potasio.
- Preparación de solución stock:

A partir de 1000 ppm de potasio, preparar solución stock de 100 ppm de potasio para 250 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$X = \frac{250 \times 100}{1000} = 25 \text{ mL}$$

Para preparar la solución stock de 100 ppm de potasio para 250 mL, se necesita 25 mL de estándar de 1000 ppm de potasio.

- Preparación de la curva:

De la solución stock de 100 ppm de potasio se prepara estándares de 2.0, 4.0 y 6.0 ppm de potasio para un volumen de 100 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$\text{Std}_1 \quad X = \frac{100 \times 2}{100} \quad X = 2 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_2 \quad X = \frac{100 \times 4}{100} \quad X = 4 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_3 \quad X = \frac{100 \times 6}{100} \quad X = 6 \text{ mL}$$

Para preparar los estándares de 2.0, 4.0 y 6.0 ppm de K (Std_1 , Std_2 y Std_3 correlativamente) se necesitan 2, 4 y 6 mL de la solución stock de 100 ppm de K (Tabla 12).

Estándares	Alícuota de solución stock de 100 ppm de potasio (mL)	Volumen final con $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ al 1 % (mL)	Concentración conocida (ppm)
Std_1	2	100	2
Std_2	4	100	4
Std_3	6	100	6
Blanco	0	100	0

Tabla 12. Estándares para la curva de K

- Lectura:

Tomar 1 mL del extracto amónico, colocar en un tubo de ensayo y adicionar 24 mL de agua destilada. Homogenizar la disolución y realizar la lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica frente a soluciones estándares.

Cálculos

$$\text{K disponible (mg/Kg)} = \frac{\text{Lect. EEA} \times \text{Dis} \times \text{Sol}}{g}$$

Donde:

Lect.EEA = Lectura en el equipo de absorción atómica

Dis = Disolución de lectura

Sol = mL de Acetato de amonio

g= gramos de suelo

Ejemplo de cálculo

La lectura en espectrofotómetro de absorción atómica es 0.45 ppm de K

$$\text{K disponible (mg/Kg)} = \frac{0.45 \times 25 \times 50}{2.5}$$

$$\text{K disponible} = 225 \text{ mg/Kg}$$

4.10. Determinación de micronutrientes: Fe, Cu, Zn y Mn

Principio

Para realizar la determinación de estos micronutrientes aún existe dificultad en la elección del método de extracción. Una característica importante que deben tener estos extractantes es que su uso debe permitir la extracción de elementos múltiples.

Para fósforo (P), potasio (K), zinc (Zn), manganeso (Mn), cobre (Cu) y hierro (Fe) disponibles en el suelo, la solución de extracción de elementos múltiples desarrollada por Lindsay y Norvell usa agentes quelatantes en base al ácido dietilentriamino pentaacético (DTPA), CaCl_2 y trietanolamina (TEA) como extractantes (Lindsay y Norvell, 1978). Por otro lado, la solución de extracción de elementos múltiples ASI consiste en una solución de mezcla con 0.25 mol/L de bicarbonato de sodio (NaHCO_3), 0.01 mol/L de ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) y 0.01 mol/L de fluoruro de amonio (NH_4F). Se determinó que el extractante ASI para P, K, Zn, Mn, Cu y Fe sirve bien con un alto grado de predictibilidad para una amplia gama de suelos con diferentes características (Yang et al., 2011).

4.10.1. Metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-14]

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-14] (SEMARNAT, 2002, pp. 32-34) indica:

Equipos y materiales

- Diferente material de vidrio (matraz de Erlenmeyer, embudo, probeta, etc.).
- Tamiz de 2 mm de diámetro de apertura y malla de nylon.
- Agitador eléctrico.
- Balanza analítica.
- Potenciómetro.
- Espectrofotómetro de absorción atómica (EAA).
- Lámparas de cátodo hueco para cada elemento a determinar.

Reactivos

- Los reactivos requeridos para cada una de las determinaciones deben ser de grado analítico. El agua utilizada en la preparación de las soluciones debe ser destilada y desionizada. Las soluciones estándares se deben almacenar en botellas de polietileno y en condiciones de refrigeración.

- **Solución de DTPA (ácido dietilentriamino pentaacético) 0.005 M.** Pesar 14.9 g de trietanolamina (TEA), 1.97 g de reactivo DTPA y 1.47 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y disolver en aproximadamente 300 mL de agua desionizada, agitar, llevar a un volumen de 900 mL y ajustar el pH a 7.3 con ácido clorhídrico 1:1. Finalmente enrazar a 1 L con agua desionizada y proceder a cuantificar los metales. A partir de soluciones estándares de 1000 mg/L (que se adquieren en forma comercial) se prepara la curva de calibración de cada metal.
- **Solución patrón de cobre.** Disolver 1 g de cobre metálico en 50 mL de ácido nítrico (1:1) y aforar a 1 L. Se entiende que 1 mL de esta solución contiene 1 mg de cobre.
- **Solución estándar de zinc.** Disolver 1.0 g de zinc metálico en 50 mL de ácido clorhídrico (1:1) y aforar a 1 L con agua. La concentración de la solución es 1 mg de Zn por cada mililitro de solución.
- **Solución estándar de hierro.** Disolver 1.0 g de alambre de hierro en ácido nítrico (1:1) y aforar a 1 L con agua. Se entiende que 1 mL de solución contiene 1 mg de hierro.
- **Solución estándar de manganeso.** Disolver 0.1 g de manganeso metálico en 10 mL de ácido clorhídrico concentrado, mezclar con 1 mL de ácido nítrico concentrado y aforar a 1 L con agua. Se entiende que 1 mL de la solución contiene 0.1 mg de manganeso.

Extracción

- Colocar 10.0 g de suelo previamente tamizado en malla de 2 mm, llevar a un matraz Erlenmeyer de 125 mL y adicionar 20 mL de solución DTPA.
- Tapar el matraz con papel parafilm asegurándolo con una liga. Agitar horizontalmente a 120 oscilaciones/minuto durante 2 horas.
- Terminado el agitado, separar la solución del suelo filtrando con papel Whatman N° 42. Si existe paso de suelo se debe refiltrar la solución con un papel filtro de mayor número de porosidad.
- Trabajar con un blanco, procediendo en forma similar a la muestra problema, pero sin suelo.
- En el extracto obtenido, es posible cuantificar a los elementos: hierro, cobre, zinc, y manganeso.

Cálculos

Los resultados de absorbancia o concentración en miligramos por litro (mg/L) de cada metal se deben expresar en miligramos del metal en 1 kg de suelo. Para el caso de la extracción con DTPA la fórmula de cálculo es:

$$\text{Metal (mg/Kg)} = \frac{(M - b) \times L \times Vt}{g \times A}$$

Donde:

M = Concentración del metal en el extracto del suelo ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)

b = Concentración del metal en el blanco ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)

g = Peso del suelo expresado en Kg (0.01 Kg)

fd = factor de dilución (Vt/A)

Vt = volumen total de dilución de alícuota

A = alícuota del extracto de suelo diluida

L = volumen del extracto expresado en litros

Nota:

- La cantidad de metal recuperada con el DTPA, depende del tiempo de contacto suelo-solución y de la forma de agitar, por lo que alguna variación en estas variables influye en la magnitud del resultado final.
- El filtrar directamente con el papel, por ser un proceso lento, prolonga el tiempo de contacto suelo-solución; para reducir el tiempo en esta fase del proceso es posible trabajar centrifugando la muestra.
- Esta opción, antes de utilizarse en cualquier análisis, debe calibrarse respecto al procedimiento original, para obtener un factor de conversión respecto a los resultados obtenidos con el procedimiento original.

- La interpretación de resultados de micronutrientes se muestra en la siguiente tabla:

Clase	Fe	Cu	Zn	Mn
	mg/kg			
Deficiente	< 2.5	< 0.2	< 0.5	< 1.0
Marginal	2.5-4.5		0.5-1.0	
Adecuado	> 4.5	> 0.2	> 1.0	> 1.0

Tabla 13. Interpretación de resultados en los diferentes micronutrientes

4.10.2. Método ASI (Cu, Fe, Mn y Zn): Metodología empleada en la EEA Donoso

Equipos y materiales

- Frasco de 65 mL.
- Tubos de ensayo con capacidad para 50 mL.
- Gradilla para tubos de ensayo de 50 mL.
- Pipeta automática para tomar alícuota de 5 mL.
- Balanza analítica (mínimo de 3 decimales).
- Cuchara de capacidad de 2.5 mL o g de suelo.
- Agitador múltiple.
- Papel filtro lento o whatman N° 40 de 90 cm diámetro.
- Espectrofotómetro de absorción atómica.

Reactivos

- Solución extractante ASI (0.25 N NaHCO_3 0.01 M, EDTA 0.01 N, NH_4F). Disolver 21 g de NaHCO_3 , 3.72 g EDTA-Na, y 0.37 g NH_4F en agua destilada y llevar a volumen de 1000 mL.
- Solución de superfloc 127. Disolver 0.05 g de superfloc 127 en 1000 mL de agua destilada.

- Estándares de hierro (Fe), cobre (Cu), zinc (Zn) y manganeso (Mn). Los estándares de Cu, Fe, Zn y Mn se compran en las tiendas en presentaciones de 1000 ppm (soluciones stock).

Los parámetros a medir en el equipo de absorción atómica son:

- Concentraciones de Fe y Cu: Std₁ (1 ppm), Std₂ (2 ppm) y Std₃ (4 ppm).
- Concentraciones de Zn: Std₁ (0.5 ppm), Std₂ (1.0 ppm) y Std₃ (1.5 ppm).
- Concentraciones de Mn: Std₁ (0.5 ppm), Std₂ (1.0 ppm) y Std₃ (2.0 ppm).

Procedimiento

- Pesar 2.5 g de muestra de suelo.
- Adicionar 20 mL de extractante ASI.
- Agitar la solución por 10 minutos.
- Adicionar 5 mL de superfloc 127, agitar para mezclar y dejar en reposo 1 minuto o más.
- Filtrar a través de papel filtro Whatman N° 1 o equivalente.
- La lectura de la concentración de los elementos se hace directo por absorción atómica o en una dilución.



Figura 31. Lectura de la concentración de los diferentes elementos en el Espectrofotómetro de Absorción Atómica

4.10.2.1. Hierro (Fe) y cobre (Cu)

Reactivos

- Solución stock de 1000 ppm de Fe y Cu.
- Solución stock de 100 ppm de Fe y Cu.

A partir de 1000 ppm de Fe y Cu preparar solución stock de 100 ppm de Fe y Cu para 1 L.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$X = \frac{1000 \times 100}{1000}$$

$$X = 100 \text{ mL}$$

Para preparar la solución stock de 1 L de 100 ppm de Fe y Cu se necesitan 100 mL de estándar de 1000 ppm de Fe y Cu.

Procedimiento

- Preparación de la curva:

De la solución stock de 100 ppm de Fe y Cu se preparan estándares de 1, 2 y 4 ppm de Fe y Cu para un volumen de 100 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$\text{Std}_1 \quad X = \frac{100 \times 1}{100} \quad X = 1 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_2 \quad X = \frac{100 \times 2}{100} \quad X = 2 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_3 \quad X = \frac{100 \times 4}{100} \quad X = 4 \text{ mL}$$

Para preparar los estándares de 1, 2 y 4 ppm de Fe y Cu (Std₁, Std₂, y Std₃ correlativamente) se necesitan 1, 2 y 4 mL de la solución stock de 100 ppm de Fe y Cu (Tabla 14).

Estándares	Alícuota de solución stock de 100 ppm de Fe y Cu (mL)	Volumen final con agua destilada (mL)	Concentración conocida (ppm)
Std ₁	1	100	1
Std ₂	2	100	2
Std ₃	4	100	4
Blanco	0	100	0

Tabla 14. Estándares de hierro (Fe) y cobre (Cu) para la curva

- Lectura:

Hierro (Fe)

A una dilución de 1/10

- ▶ Tomar 1 mL del extracto, luego colocarlo en un tubo de ensayo y adicionar 9 mL de agua destilada.
- ▶ Homogenizar la disolución y realizar la lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica frente a soluciones estándares.

Cobre (Cu)

No se necesita dilución

- ▶ Para Cu, tomar aproximadamente 10 mL del extracto original en un tubo de ensayo.
- ▶ Homogenizar el extracto original y realizar la lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica frente a soluciones estándares.

4.10.2.2. Zinc (Zn)

Reactivos

- Solución stock de 1000 ppm de Zn.
- Solución stock de 100 ppm de Zn.

A partir de 1000 ppm de Zn preparar solución stock de 100 ppm de Zn para 1 L.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$X = \frac{1000 \times 100}{1000}$$

$$X = 100 \text{ mL}$$

Para preparar la solución stock de 100 ppm de Zn se necesita 100 mL de estándar de 1000 ppm de Zn.

Procedimiento

- Preparación de la curva:

De la solución stock de 100 ppm de Zn se preparan estándares de 0.5, 1.0 y 1.5 ppm de Zn para un volumen de 100 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$\text{Std}_1 \quad X = \frac{100 \times 0.5}{100} \quad X = 0.5 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_2 \quad X = \frac{100 \times 1}{100} \quad X = 1 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_3 \quad X = \frac{100 \times 1.5}{100} \quad X = 1.5 \text{ mL}$$

Para preparar los estándares de 0.5, 1.0 y 1.5 ppm de Zn (Std₁, Std₂ y Std₃, correlativamente) se necesitan 0.5, 1.0 y 1.5 mL de la solución stock de 100 ppm de Zn (Tabla 15).

Estándares	Alícuota de solución stock de 100 ppm de Zn (mL)	Volumen final con agua destilada (mL)	Concentración conocida (ppm)
Std ₁	0.5	100	0.5
Std ₂	1.0	100	1.0
Std ₃	1.5	100	1.5
Blanco	0	100	0

Tabla 15. Estándares para la curva de Zn

- Lectura:

No se necesita dilución.

- ▶ Para Zn, tomar aproximadamente 10 mL del extracto original en un tubo de ensayo.
- ▶ Homogenizar el extracto original y realizar la lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica frente a soluciones estándares.

4.10.2.3. Manganeso (Mn)

Reactivos

- Solución stock de 1000 ppm de Mn.
- Solución stock de 100 ppm de Mn.

A partir de 1000 ppm de Mn preparar solución stock de 100 ppm de Mn para 1 L.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$X = \frac{1000 \times 100}{1000}$$

$$X = 100 \text{ mL}$$

Para preparar la solución stock de 100 ppm de Mn se necesita 100 mL de estándar de 1000 ppm de Mn.

Procedimiento

- Preparación de la curva:

De la solución stock de 100 ppm de Mn se prepara estándares de 0.5, 1.0 y 2.0 ppm de Mn para un volumen de 100 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$\text{Std}_1 \quad X = \frac{100 \times 0.5}{100} \quad X = 0.5 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_2 \quad X = \frac{100 \times 1}{100} \quad X = 1 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_3 \quad X = \frac{100 \times 2}{100} \quad X = 1.5 \text{ mL}$$

Para preparar los estándares de 0.5, 1.0 y 2.0 ppm de Mn (Std₁, Std₂ y Std₃, correlativamente) se necesitan 0.5, 1 y 2 mL de la solución stock de 100 ppm de Mn (Tabla 16).

Estándares	Alícuota de solución stock de 100 ppm de Mn (mL)	Volumen final con agua destilada (mL)	Concentración conocida (ppm)
Std ₁	0.5	100	0.5
Std ₂	1.0	100	1.0
Std ₃	2.0	100	2.0
Blanco	0	100	0

Tabla 16. Estándares para la curva de Mn

- Lectura:

No se necesita dilución

- Para Mn, tomar aproximadamente 10 mL del extracto original en un tubo de ensayo.
- Homogenizar el extracto original y realizar la lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica frente a soluciones estándares.

4.10.2.4. Cálculos

$$\text{Micronutrientes (mg/Kg)} = \frac{\text{Lect. EAA} \times \text{Dis} \times \text{Sol}}{g}$$

Donde:

Lect. EAA = Lectura en el equipo de absorción atómica

Dis = Disolución de lectura

Sol = Mililitros de Acetato de amonio

g = Gramos de suelo

Ejemplo de cálculo

Lectura en espectrofotómetro de absorción atómica es 0.30 ppm de Fe.

$$\text{Cu (mg/kg)} = \frac{0.30 \times 10 \times 20}{2.5} = 24 \text{ mg/kg}$$

4.11. Determinación de boro

Principio

Este enfoque utiliza reacciones específicas de boro con compuestos capaces de formar complejos productores de color. Colorantes orgánicos como azometina-H, curcumina, carmín sulfúrico, quinalizarina, el arsenazo, el cristal violeta y el azul de metileno producen complejos coloreados con boro y se han utilizado para la determinación colorimétrica de este elemento (Sah y Brown, 1997).

El método azometina-H, quizás el método espectrofotométrico más utilizado, se basa en la formación de un complejo coloreado con ácido bórico a pH 5.1. La absorbancia a 420 nm (absorción máxima) es lineal entre el rango de concentración de 0.5 y 10 mg B x L⁻¹. Este método sufre menos interferencias y es más confiable, rápido, simple, sensible y conveniente que otros métodos colorimétricos (Bingham, 1982).

Dos complejos de B-curcumina, rubocurcumina y rosocianina, son de importancia práctica para el análisis de boro. Los métodos de curcumina comúnmente utilizados emplean el complejo de rosocianina de color marrón rojizo que tiene un máximo de absorción de 545 nm a pH 1, aproximadamente. El método del carmín sulfúrico utiliza el complejo de carmín (un tinte de antraquinona) con ácido bórico en H₂SO₄ concentrado que tiene un máximo de absorción de 585 nm y un rango de detección lineal de 0.5 a 10 mg B x L⁻¹. Los reactivos químicos necesarios para la determinación de boro mediante los métodos de curcumina y carmín sulfúrico son peligrosos, lo que limita su utilidad (Sah y Brown, 1997).

4.11.1. Metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-15]

La metodología NOM-021-RECNAT-2000 [AS-15] (SEMARNAT, 2002, pp. 35) indica:

Equipo y materiales

- Material común de laboratorio.
- Espectrofotómetro UV/Vis.
- Parrilla eléctrica.

Reactivos

- **Solución amortiguadora.** Disolver 250 g de acetato de amonio y 15 g de EDTA disódica en 400 mL de agua destilada. Luego, añadir lentamente 125 mL de ácido acético glacial.
- **Azometina-H.** Disolver 0.45 g de azometina-H y 1 g de ácido ascórbico en un matraz aforado de 100 mL, aforar al volumen. Esta solución puede almacenarse en refrigeración hasta por 15 días sin alterarse.
- **Solución estándar de boro.** Disolver 0.114 g de ácido bórico en agua destilada y aforar a 1 L.
- **Solución extractora de cloruro de calcio 1 M.** Disolver 110.98 g de cloruro de calcio anhidro y aforar a 1 L.

Procedimiento

- Pesar 15 g de suelo en un matraz Erlenmeyer de 125 mL y agregar 30 mL de la solución extractora.
- Colocar en la parrilla eléctrica y dejarlo hervir durante 5 minutos.
- Filtrar para obtener un extracto claro.
- Series estándar de boro: Tomar 10, 20, 30, 40 y 50 mL de la solución patrón en matraces aforados de 100 mL y llevar a volumen con agua destilada. Estas soluciones tendrán una concentración de 2, 4, 6, 8 y 10 mg/L.
- Tomar 1 mL del extracto en un tubo de ensayo. Agregar 2 mL de la solución amortiguadora y 1 mL de la solución de azometina-H.
- Agitar y dejar reposar 1 hora, aproximadamente.
- Leer en el espectrofotómetro UV/Vis a 415-420 nm.
- Seguir el mismo procedimiento para obtener la curva de calibración.
- Si la lectura de las muestras cae fuera del rango de la curva de calibración, hacer una dilución.
- Se puede utilizar la técnica de absorción atómica después de realizar la extracción.

Cálculos

$$B \text{ (mg/kg)} = \frac{\text{Sol (mg/L)} \times Fd}{g}$$

Donde:

Sol = Mililitros de extractante

Fd = Factor de dilución (4 [relación de volumen donde se desarrolló color] x 30 [mL de solución extractora])

g= Gramos de suelo

Rango	ppm (mg/kg)
Muy bajo	Menor de 0.39
Bajo	0.39-0.79
Medio	0.80-1.29
Alto	1.30-2.10
Muy alto	Mayor de 2.10

Tabla 17. Interpretación de resultados del boro

4.11.2 Metodología empleada en la EEA Donoso

Equipos y materiales

- Matraz de 150 mL.
- Probeta.
- Embudos.
- Papel de filtro.
- Gradilla.
- Balanza analítica (no menor de 1 mg de precisión).
- Plancha de calefacción.
- Agitador.
- Colorímetro o espectrofotómetro de luz visible.

Reactivos

- Solución extractante (cloruro de calcio 1 %). Disolver 1 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y llevar a volumen de 1000 mL.
- Solución de carmín sulfúrico (para desarrollo de color). Pesar 0.460 g de rojo carmín, disolver en 500 mL de ácido sulfúrico concentrado mediante agitación. Llevar a volumen de 1000 mL con ácido sulfúrico concentrado.
- Solución stock estándar de boro (B).
 - ▶ Solución stock estándar de 20 mg/L o ppm de B: Disolver 0.114 g de ácido bórico (H_3BO_3) en agua destilada. Llevar a volumen de 1 L.
 - ▶ Solución estándar de 5 mg/L o ppm de B: A partir de 20 ppm de boro, preparar solución estándar patrón de trabajo de 5 ppm de boro para 500 mL.

Ambas soluciones stock deben guardarse en un frasco de polietileno (plástico).

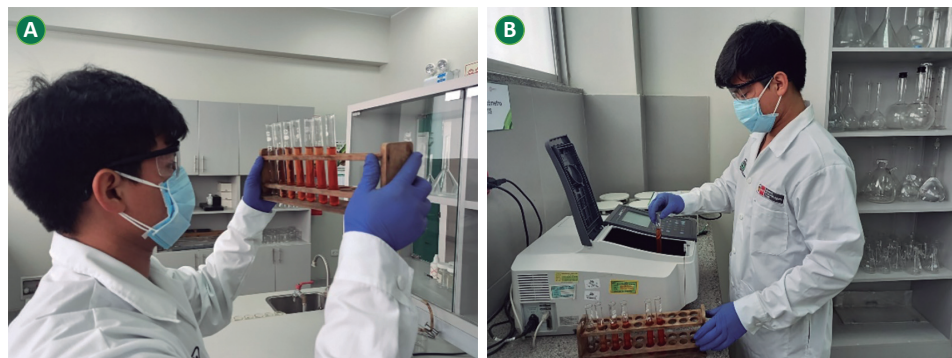


Figura 32. (A) Desarrollo de color en el análisis de boro y (B) análisis de boro en el espectrofotómetro UV-VIS

Procedimiento

Extracción de boro:

- Pesar 10 g de suelo y colocarlo en un matraz de 150 mL.
- Añadir 20 mL de solución extractante ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ al 1 %).
- Hervir por 5 minutos (cuidar que no derrame para no tener pérdida).
- Dejar enfriar ligeramente y luego retirar de la plancha de calefacción.
- Una vez frío, filtrar para obtener el extracto. No olvidar trabajar el blanco.

Determinación de boro:

- Tomar alícuota de 1 mL del extracto y vaciar en un tubo o vaso de plástico.
- Adicionar 10 mL de solución carmín sulfúrico. Agitar para homogenizar.
- Dejar en reposo por 40 minutos (para desarrollo de color).
- Leer absorbancia a 430 nm de longitud de onda.
- En forma paralela a la determinación del boro en las muestras, hacer una curva patrón preparando una serie de estándares de concentraciones como: 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 y 3.0 ppm de boro a partir de la solución estándar patrón de trabajo de 5 ppm de boro.

Preparación de los estándares:

A partir de la solución stock estándar de 20 ppm de B, preparar por dilución la solución estándar patrón de trabajo de 5 ppm de B para 500 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$X = \frac{500 \times 5}{20} = 125 \text{ mL}$$

Para preparar la solución estándar patrón de trabajo de 5 ppm de B para 500 ml se necesitan 125 mL de estándar de 20 ppm de B.

Preparación de la curva:

A partir de la solución de 5 ppm de B preparar soluciones estándares para la curva de 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 y 3.0 ppm de B (que corresponde correlativamente los estándares std_1 , std_2 , std_3 , std_4 , std_5 y std_6) para un volumen de 100 mL.

$$mLa (X) \times []a = mLb \times []b$$

$$\text{Std}_1 \quad X = \frac{100 \times 0.5}{100} \quad X = 0.5 \text{ mL}$$

$$\text{Std}_2 \quad X = \frac{100 \times 1.0}{100} \quad X = 1.0 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Std}_3 & X = \frac{100 \times 1.5}{100} & X = 1.5 \text{ mL} \\ \text{Std}_4 & X = \frac{100 \times 2.0}{100} & X = 2.0 \text{ mL} \\ \text{Std}_5 & X = \frac{100 \times 2.5}{100} & X = 2.5 \text{ mL} \\ \text{Std}_6 & X = \frac{100 \times 3.0}{100} & X = 3.0 \text{ mL} \end{aligned}$$

Para preparar los estándares de 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 y 3.0 ppm de boro (Std₁, Std₂, Std₃, Std₄, Std₅ y Std₆, correlativamente) se necesitan 10, 20, 30, 40, 50 y 60 mL de la solución stock de 5 ppm de B para cada estándar y un volumen final de 100 mL y enrase con agua destilada (guardar en frasco de polietileno).

Preparación de estándares de B para la curva en el día de trabajo:

- De los estándares de 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 y 3.0 ppm de B que corresponde correlativamente los estándares std₁, std₂, std₃, std₄, std₅ y std₆; tomar una alícuota de 1 mL de cada estándar y vaciar en un tubo o vaso de plástico.
- Añadir 10 mL de solución de carmín sulfúrico y agitar para homogenizar.
- Dejar en reposo por 40 minutos (para desarrollo de color).
- Leer absorbancia a 430 nm de longitud de onda y registrar (Tabla 18).

Estándar	B []s (ppm)	Alícuota (mL)	H ₂ O destiada (mL)	Solución carmín (mL)	Volumen final (mL)	Abs. (%)
Std ₁	0.5	1	0	10	11.0
Std ₂	1.0	1	0	10	11.0	
Std ₃	1.5	1	0	10	11.0	
Std ₄	2.0	1	0	10	11.0	
Std ₅	2.5	1	0	10	11.0	
Std ₆	3.0	1	0	10	11.0	
Blanco	0	0	1	10	11.0	

Tabla 18. Estándares de boro para la curva en el día de trabajo

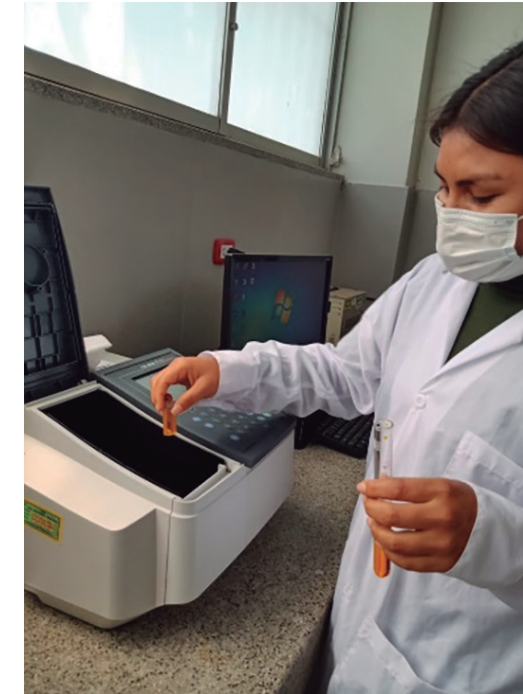


Figura 33. Lectura en el espectrofotómetro UV/Vis a 420 nm

Cálculo

$$B \text{ (mg/kg)} = \frac{\text{Lect. curva} \times \text{Dis} \times \text{Sol}}{g}$$

Donde:

Lect. curva = Lectura en el equipo UV-Vis

Dis = Disolución de lectura

Sol = Mililitros de extractante

g = Gramos de suelo

5. ANÁLISIS DE LA CALIDAD DEL AGUA DE RIEGO

Al igual que en las muestras de suelo, la recolección y preparación de las muestras de agua influyen de manera importante en el resultado de los análisis. El tipo de muestreo y características de la muestra dependen del tipo de análisis a realizar. Las descritas en el presente manual están orientadas para un análisis físico-químico.

La cantidad de muestra necesaria para realizar los análisis de agua es aproximadamente 1 L. Se debe tener mucho cuidado durante la obtención de la muestra que, en principio, debe representar las condiciones originales y, por otro lado, se deben manejar las muestras de forma tal que no se deterioren ni se contaminen antes de llegar al laboratorio.

Es importante utilizar envases para la obtención de muestras (de vidrio o plástico) limpios y que no hayan sido utilizados para contener sustancias que puedan alterar la composición del agua que se desea analizar. Es necesario que se llene completamente el envase para no dejar espacios de oxígeno que alteren la composición del agua.

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

5.1 Determinación del pH

Principio

El principio básico de la medición electrométrica del pH es la determinación de la actividad de los iones hidrógeno mediante métodos potenciométricos, usando un electrodo de vidrio y un electrodo de referencia. La fuerza electromotriz producida en el sistema del electrodo de vidrio varía linealmente con el pH, es por esto que el pH de una muestra se determina por extrapolación. Se asume que la fuerza electromotriz de las celdas que contienen la muestra y la solución amortiguadora se debe solamente a la actividad del ión hidrógeno y no es afectado por la composición de la muestra. En la práctica, tanto las variaciones en la fuerza iónica y especies iónicas en la muestra afectan la actividad del ión hidrógeno. Esto impone una limitación experimental en la medición de pH. Las muestras deben ser soluciones acuosas diluidas de solutos simples (<0.2 M). La determinación del pH no se puede realizar con precisión en medio no acuoso, suspensiones, coloides o soluciones de alta fuerza iónica (Instituto Nacional de Calidad [INACAL], 2015a).

5.1.1. Metodología NTP 214.029

En la metodología de la NTP 214.029 (INACAL, 2015a) se tiene lo siguiente:

Equipos y materiales

- Potenciómetro con electrodos o con electrodo de combinación.
- Baguetas para agitación.
- Vasos de vidrio.
- Agitador magnético.

Reactivos

- Agua destilada o desionizada con una conductividad menor que 2 uS/cm (uS=microsiemens) ó 2 μmhos/cm.
- Soluciones de limpieza, llenado y almacenamiento de los electrodos, según las especificaciones del fabricante. Dado que las soluciones amortiguadoras se pueden deteriorar como consecuencia del crecimiento de hongos o por contaminación, usar soluciones frescas a medida que se necesiten para un trabajo más preciso.

Procedimiento

Para el análisis de la muestra se debe establecer el equilibrio entre el electrodo y la muestra agitándola para asegurar su homogeneidad. La agitación será suave para reducir al mínimo el arrastre de dióxido de carbono. Para muestras amortiguadas o con gran fuerza iónica, acondicionar el electrodo después de limpiarlos, introduciéndolos en la muestra durante 1 minuto. Secar y sumergirlos en otra porción nueva de la misma muestra y leer el pH. Con soluciones de baja capacidad amortiguadora, equilibrar el electrodo por inmersión en tres o cuatro porciones sucesivas de la muestra. Tomar una muestra nueva para medir el pH.

Expresión de resultados

De acuerdo al tipo de electrodo se puede conseguir una precisión de ± 0.02 unidades de pH y una exactitud de ± 0.05 unidades de pH. Sin embargo, en condiciones normales y para trabajos de rutina se debe usar un medidor de pH exacto y reproducible hasta ± 0.1 unidades de pH, especialmente para determinaciones en el agua y soluciones de baja capacidad amortiguadora. Por esa razón, el pH se debe reportar en valores próximos a 0.1 unidades de pH.

Nota:

Las soluciones amortiguadoras y las muestras siempre deben conservarse en frascos de polietileno. Descartarlas si se observa presencia de hongos. Renovar las soluciones amortiguadoras cada 4 semanas.

5.1.2. Metodología empleada en la EEA Donoso

Equipos y reactivos

- Soluciones buffers de pH: 4, 7 y 10.
- Potenciómetro con electrodos o con electrodo de combinación.
- Baguetas para agitación.
- Vasos de vidrio.

Procedimiento

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

Nota:

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

5.2. Determinación de la conductividad eléctrica

Principio

La conductividad eléctrica (CE) de una muestra de agua es un indicador muy usado para conocer la concentración total de solutos en la muestra. Desde que la mayoría de las aguas tienen una conductividad eléctrica menor a 1 dS/m (milimho por centímetro) para trabajos de salinidad, esta unidad es la más conveniente. La conductividad eléctrica de una solución salina acuosa se incrementa con el aumento de la temperatura por cada grado Celsius. Por lo tanto, la conductividad eléctrica debe ser referida a una temperatura estándar de 25 °C por ajuste o por un circuito interno dentro del equipo de conductividad (Bazán, 2017).

5.2.1. Metodología NTP 214.049

La metodología de la NTP 214.049 (INACAL, 2015b) describe lo siguiente:

Interferencias

La medida de la conductividad eléctrica es afectada directamente por cualquier agente que impida al electrodo realizar la lectura de la muestra. De encontrar impurezas (presencia de películas de grasa adherida al electrodo entre otros), lavar con abundante agua desionizada o agua reactiva.

Equipos y materiales

- Instrumento de medición de conductividad: Capaz de medir la conductividad con un error que no exceda el 1 %, 1 μmho/cm o 1 μS/cm; con compensador de temperatura manual o automático.

- Celda de Conductividad: La constante de celda cambia de acuerdo al rango de conductividad.
 - Electrodo tipo platino, posible de ser utilizado en cualquier recipiente y forma de inmersión.
 - Electrodo tipo no platino, usa celda de conductividad hecha de metales comúnmente durables (acero inoxidable) para monitoreos continuos y estudios de campo.

Reactivos

- Agua de grado reactiva.
- Solución estándar de KCl 0.01 M. Disolver 745.6 mg de KCl anhidro con agua de grado reactivo y diluir a 1 L en un matraz volumétrico Clase A a 25 °C y almacenar en una atmósfera libre de CO₂. Esta solución estándar de referencia tiene una conductividad de 1412 μmhos/cm.

Esta solución es satisfactoria para la mayoría de las muestras cuando la celda tiene una constante entre 1 a 2 cm⁻¹. Para otras constantes de celda, utilice soluciones de KCl más fuertes o más débiles que figuran en la tabla adjunta. Se debe tener cuidado al usar soluciones de KCl menores a 0.001 M, que pueden ser inestables debido a la influencia del dióxido de carbono en la pureza del agua. Para los estándares de baja conductividad, utilice el Material de Referencia 3190, con una conductividad certificada de 25.0 μS/cm ± 0,3 μS/cm, que se puede obtener también a partir de una solución trazable al NIST. Almacenar tapado en una botella de vidrio de borosilicato.

KCl (M o equivalente/L)	Conductividad, k _s (μmho/cm)
0	---
0.0001	14.9
0.0005	73.9
0.001	146.9
0.005	717.5
0.01	1412
0.02	2765
0.05	6.667
0.1	12 890
0.2	24 800
0.5	58 670
1	111 900

Tabla 19. Tabla de calibración de la constante de la celda

Nota. Los valores tienen una exactitud de ± 0,1 % (0.01) μS/cm

Muestreo

Realizar la determinación de la conductividad directamente en el punto de muestreo. Si no es posible, tomar un volumen mínimo requerido según el instrumento empleado, colocarlo en un envase de polietileno limpio, refrigerar y analizar antes de las 24 horas.

Calibración y verificación

Realizar la calibración y verificación según manual del fabricante.

5.2.2. Metodología empleada en la EEA Donoso

Equipos y materiales

- Potenciómetro con electrodos o con electrodo de combinación.
- Baguetas para agitación.
- Vasos de vidrio.
- Agitador magnético.
- Equipo para medir la conductividad eléctrica.
- Celda de conductividad con valor K conocido, tipo pipeta o tipo electrodo.

Reactivos

- Solución de KCl 0.01 N; CE=1.412 mmho/cm a 25 °C.

Procedimiento

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

Nota:

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

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

5.3. Determinación de cationes**Principio**

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

Equipos y reactivos

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

Procedimiento**Para Ca y Mg**

- Tomar 1 mL de muestra de agua.
- Añadir 9 mL de solución de lantano al 1 %.
- Para muestras con CE mayores a 2 dS/m hacer diluciones hasta 1/10000.
- Calibrar el equipo de acuerdo a su manual.
- Leer la concentración de cada uno de los cationes.

Para K y Na

- En el caso del Na, tomar del filtrado 1 mL y adicionar 19 mL de agua destilada (1:20).
- En el caso del K, tomar 1 mL del filtrado y adicionar 9 mL de agua destilada (1:10).
- Llevar al Espectrofotómetro de Absorción Atómica para las lecturas respectivas.

Cálculos

$$\text{Cación (meq/L)} = \frac{\text{Lect. EAA} \times \text{Dis}}{\text{Pmeq}}$$

Donde:

Lect. EAA = Lectura en el equipo de absorción atómica

Dis = Disolución de lectura

Pmeq = Peso equivalente del catión (mg)

Ejemplo de cálculo

Si se tiene: Lect. $\text{EAA}_{\text{Ca}}=1.2$ y $\text{Dis}=10$

$$\text{Ca (meq/L)} = \frac{1.2 \times 10}{20}$$

$$\text{Ca} = 0.6 \text{ meq/L}$$

5.4. Determinación de aniones

5.4.1. Carbonatos y bicarbonatos, metodología empleada en la EEA Donoso

Principio

Los carbonatos y bicarbonatos en una solución pueden ser determinados por titulación de la muestra usando un ácido de normalidad conocida y los indicadores fenolftaleína y anaranjado de metilo o *methyl orange*. Cuando el color de la fenolftaleína desaparece, indica la mitad de la neutralización del carbonato. En este momento el indicador anaranjado de metilo es adicionado y se continúa con la titulación. Cuando el color cambia, el punto final para la completa neutralización del bicarbonato se ha alcanzado (Bazán, 2017).

Las ecuaciones que representan son:



Materiales

- Matraz Erlenmeyer.
- Bureta para la titulación.
- Material común de laboratorio.

Reactivos

- **H₂SO₄ N.** Medir 27.17 mL de H₂SO₄ Q.P. $\delta = 1.84 \text{ g/cc}$ y llevar a 1 L. A partir de esta solución preparar 0.01 N H₂SO₄
- **Anaranjado de metilo o methyl orange al 0.1 %.** Disolver 0.1 g del indicador en 100 mL de agua destilada.
- **Fenolftaleína al 0.25 %.** Disolver 0.25 g de fenolftaleína en 100 mL de alcohol etílico al 50 %.

Procedimiento

- Tomar una muestra de agua según la CE del agua y agregar en un matraz de 50 mL.
 - ▶ CE < 1, tomar 20 mL de alícuota.
 - ▶ CE \rightarrow 1 a 2, tomar 10 mL de alícuota.
 - ▶ C.E. > 2, tomar 5 mL de alícuota.
- En un matraz Erlenmeyer, poner una alícuota (50 mL) de muestra y 5 gotas de fenolftaleína. Si aparece la coloración rosada, indica la presencia de carbonatos.
- Si el carbonato está presente, titular con 0.01 N de H₂SO₄ desde una bureta hasta que la solución se vuelva incolora. Registrar el gasto de 0.01 N H₂SO₄. No descartar la muestra titulada.
- Adicionar 5 gotas de anaranjado de metilo.
- Titular hasta el cambio a color naranja.
- Registrar el gasto.



Figura 34. Titulación con anaranjado de metilo

Cálculos

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

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

Donde:

Y = El volumen de H₂SO₄ 0.01 N gastado en presencia de la fenolftaleína

Z = El volumen de H₂SO₄ 0.01 N gastado en presencia del rojo de metilo

Ejemplo de cálculo

Si se tiene: Y=4 y Z=12

$$\text{CO}_3 = \frac{2 \times 4 \times 0.01 \times 1000}{20} = 4 \text{ meq/L}$$

$$\text{HCO}_3^- = \frac{[12 - (2 \times 4)] \times 0.01 \times 1000}{20} = 2 \text{ meq/L}$$

5.4.2. Cloruros

5.4.2.1. Titulación con nitrato de plata (AgNO₃)

Principio

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

Materiales

- Matraz Erlenmeyer.
- Bureta para la titulación.
- Material común de laboratorio.

Reactivos

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

Procedimiento

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

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

Donde:

G = Volumen de 0.01 N AgNO₃ gastado en la muestra

B = Titulación del blanco

N = Normalidad de la solución de AgNO₃

V = Volumen de muestra tomada para titulación

Ejemplo de cálculo

Si se tiene: G=6, B=2 y V=20

$$Cl = \frac{(6 - 2) \times 0.01 \times 1000}{20} = 2 \text{ meq/L}$$

Nota:

Estandarización del AgNO₃:

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

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{10 \times N_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}}$$

Donde:

N_{AgNO₃} = Normalidad del AgNO₃

N_{NaCl} = Normalidad del NaCl

V_{AgNO₃} = Cantidad de AgNO₃ usada (mL)

5.4.2.2. Alternativa usando solución ácida de nitrato de mercurio**Reactivos**

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

Procedimiento

- Tomar una alícuota de la muestra (normalmente 10 mL). Adicionar 10 mL de 0.05 N HNO₃ más 0.5 mL de diphenylcarbazone.
- Titular con solución diluida ácida de nitrato de mercurio y registrar el gasto.
- Controlar el valor de titulación de la solución diluida ácida de nitrato de mercurio contra un estándar de 20 µg de cloruro por 1 mL (Cl/mL).

Cálculos

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

Ejemplo de cálculo

Si se tiene 15 mL de Hg(NO₃)₂ y 10 mL de muestra.

$$\mu\text{g Cl/mL} = \frac{15 \times 35.45}{10} = 53$$

5.4.3. Nitratos**Principio**

El complejo formado por la nitración del ácido salicílico en condiciones altamente ácidas absorbe al máximo a 410 nm en soluciones básicas (pH>12). La absorbancia es directamente proporcional a la cantidad de nitrato presente. Los iones de amonio, nitrato y cloruro no interfieren (Cataldo et al., 1975).

Materiales

- Matraz Erlenmeyer.
- Bureta para la titulación.
- Material común de laboratorio.
- Espectrofotómetro para leer a 410-420 nm y celdas de vidrio.

Reactivos

- Preparar 160 g/L de NaOH 4 N, de preferencia, el mismo día.
- **Ácido salicílico/H₂SO₄ al 5 %.** Disolver 5 g de ácido salicílico en 95 mL de H₂SO₄ Q.P. Agitar por 30 minutos para disolver completamente. Preparar un día antes del análisis. Se mantiene estable por una semana.
- **Solución stock de nitratos.** Disolver 7.2227 g de KNO₃ en 1 L de agua destilada. La concentración es de 1000 mg N-NO₃/L. De esta solución stock preparar la solución de trabajo de 50 mg N-NO₃/L. A partir de la disolución de 50 mg/L preparar soluciones de 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 16 y 32 mg N-NO₃/L. Es estable por un mes.

Procedimiento

- Tomar alícuota de 0.5 mL para realizar análisis y seguir el procedimiento indicado para la curva.
- Desarrollo de curva:
 - ▶ Alícuota de 0.5 mL de cada estándar en tubos de prueba de 20-30 mL.
 - ▶ Adicionar durante agitación, 1 mL de solución de ácido salicílico y dejar en reposo por 30 minutos.
 - ▶ Mediante agitación constante, adicionar 10 mL de NaOH 4 N (reacción exotérmica).
 - ▶ Dejar en reposo hasta que se enfríe y leer la absorbancia a 420 nm.
 - ▶ Graficar resultados.

Cálculos

$$\text{mg de N-NO}_3/\text{L} = \frac{4 \times \text{Lect. Curva}}{0.5}$$

Donde:

Lect. Curva = Lectura en la curva

Ejemplo de cálculo

Si se tiene: Lect.Curva=0.25 mg/L

$$\text{mg de N-NO}_3/\text{L} = \frac{4 \times 0.25}{0.5} = 2$$

5.4.4. Sulfatos

Principio

Los sulfatos en las aguas de riego se cuantifican utilizando la medida de la turbidez generada por la reacción de los sulfatos presentes en el agua y el bario. Para el caso de sulfatos, existen varias alternativas. Una puede ser la descrita para el extracto de saturación en suelos o también lo descrito por Tabatabay y Bremer (1970) que consiste en lo siguiente:

Materiales

- Matraz Erlenmeyer.
- Bureta para la titulación.
- Material común de laboratorio.
- Espectrofotómetro para leer a 410-420 nm y celdas de vidrio.

Reactivos

- Gelatina libre de color.
- Cloruro de bario (BaCl₂·H₂O).
- Pesar 0.1 g de gelatina para laboratorio, libre de color; y disolverla en 100 mL de agua destilada caliente (60-70 °C). Agitar y dejar enfriar a temperatura ambiente. Adicionar 2.5 g de BaCl₂·2H₂O, agitar hasta su completa disolución y llevar a volumen de 500 mL.
- Preparar solución estándar de 100 mg de S-SO₄/L, usando la sal K₂SO₄.

Procedimiento

- Tomar alícuota de la muestra: 10 mL.
- Llevar a volumen de 20 mL con agua destilada.
- Adicionar 10 mL de la solución de gelatina y cloruro de bario.
- Llevar a volumen final de 50 mL y homogenizar.
- Dejar en reposo por 10 minutos. Leer transmitancia a 420 nm.
- En paralelo, desarrollar la curva de calibración utilizando alícuota de 10 mL de los siguientes estándares: 0.0, 0.4, 0.8, 1.6, 2.4 y 3.2 mg de S-SO₄/L preparados a partir de la solución de 100 mg de S-SO₄/L.

Cálculos

$$\text{mg de S-SO}_4/\text{L} = \frac{50 \times \text{Lect. Curva}}{10}$$

Donde:

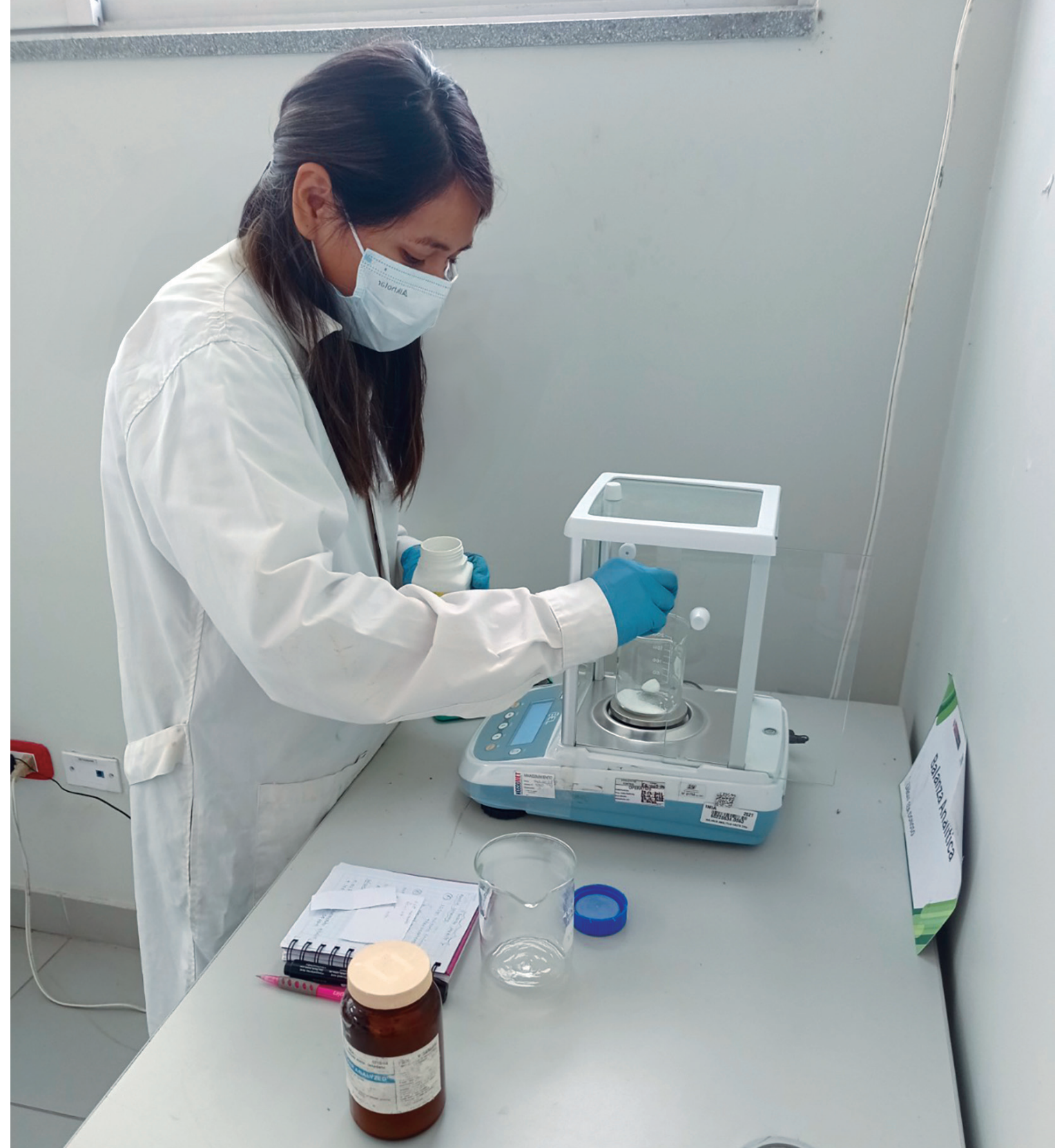
Lect. Curva = Lectura en la curva

Ejemplo de cálculo

Si se tiene: Lect. Curva=0.50 mg/L

$$\text{mg de N-NO}_3/\text{L} = \frac{50 \times 0.50}{10}$$

$$\text{mg de S-SO}_4/\text{L} = 2.5$$



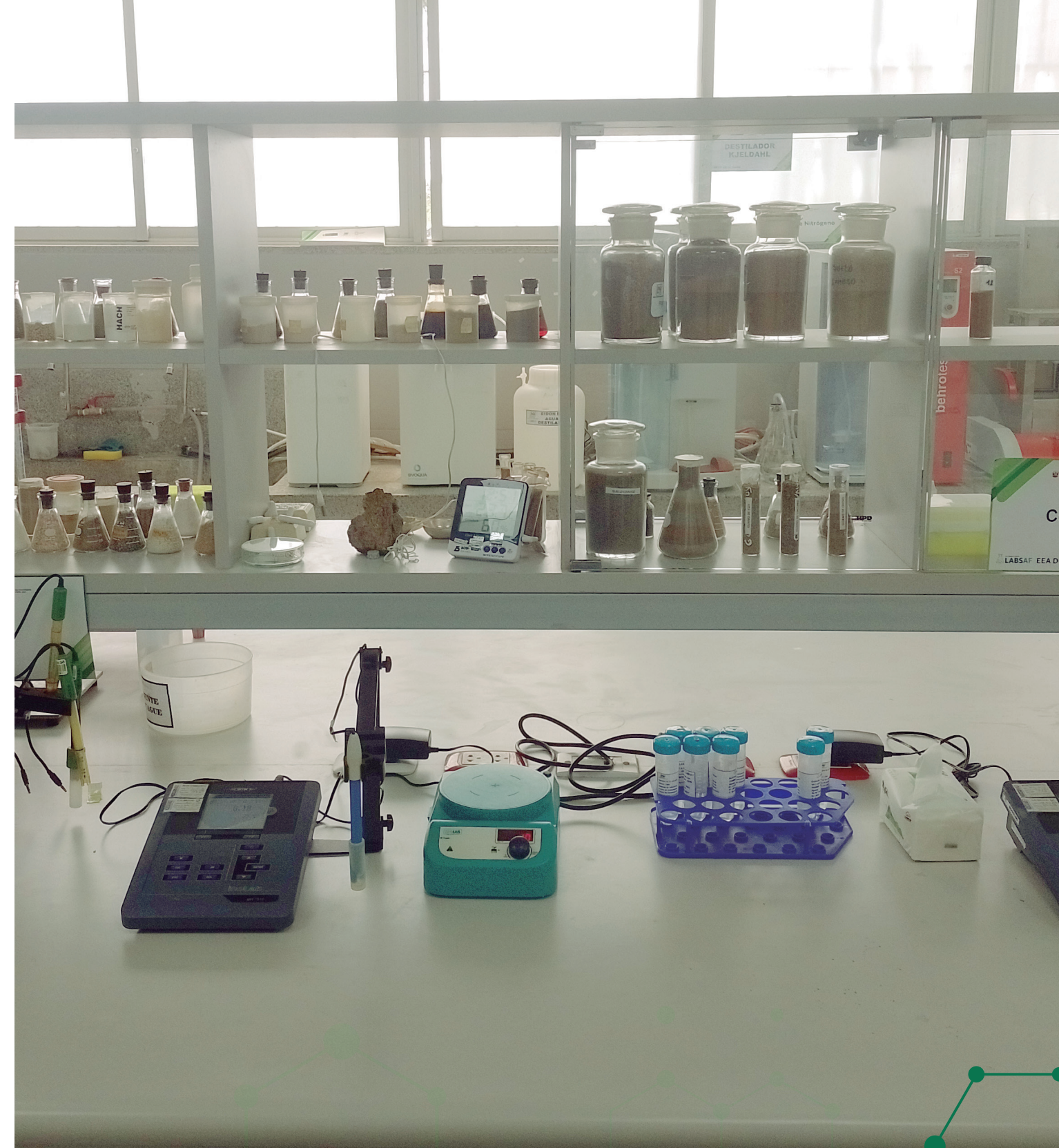
6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Acosta, J. C. & Salvadori, J. A. (2017). *Evaluación de la calidad de agua para riego mediante el empleo de criterios actualizados* [Tesis de titulación, Universidad Nacional de La Palma]. Repositorio institucional de la Universidad Nacional de La Palma. <https://repo.unlpam.edu.ar/handle/unlpam/1376>
- American Society for Testing and Materials (ASTM). (2020). Standard Test Methods for Determining the Water (Moisture) Content, Ash Content, and Organic Material of Peat and Other Organic Soils (ASTM D2974-20e1, Book of Standards Volume: 04.08). American Society for Testing and Materials (ASTM). <https://www.doi.org/10.1520/D2974-20E01>
- Bazán, R. (2017). *Manual de procedimientos de los análisis de suelos y agua con fines de riego*. Instituto Nacional de Innovación Agraria [INIA]. <https://hdl.handle.net/20.500.12955/504>
- Bingham, F. (1982). Boron. En A. L. Page, R. Miller, & D. Keeney (Eds.), *Methods of Soil Analysis, Part 2: Chemical and Microbiological Properties* (2ª ed., Vol. 9, pp. 431–447). American Society of Agronomy.
- Blake, G. & Hartge, K. (1986). Bulk density. En A. Klute (Ed.), *Methods of Soil Analysis, Part 1: Physical and Mineralogical Methods*. American Society of Agronomy.
- Bouyoucos, G. J. (1962). Hydrometer Method Improved for Making Particle Size Analyses of Soils. *Agronomy Journal*, 54(5), 464–465. <https://doi.org/10.2134/agronj1962.00021962005400050028x>
- Cataldo, D. A., Haroon, M. H., Schrader, L. E., & Youngs, V. L. (1975). Rapid colorimetric determination of nitrate in plant tissue by nitration of salicylic acid. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 6(1), 71–80. <https://doi.org/10.1080/00103627509366547>
- Chavira, J.G., & Castellanos, J.Z. (1987). Sales solubles. En A. Aguilar-Santelises, J. D. Etchevers Barra & J. Z. Castellanos-Ramos. (Eds.), *Análisis químico para evaluar la fertilidad del suelo* (pp. 120-121). Sociedad Mexicana de la Ciencia del Suelo.
- Dai, K. H., & Richter, D. D. (2000). A re-examination of exchangeable acidity as extracted by potassium chloride and potassium fluoride. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 31(1–2), 115–139. <https://doi.org/10.1080/00103620009370424>
- United States Environmental Protection Agency (EPA). (1986). *EPA Method 9081. SW-846 Test Method 9081: Cation-Exchange Capacity of Soils (Sodium Acetate)*. United States Environmental Protection Agency (EPA). <https://www.epa.gov/hw-sw846/sw-846-test-method-9081-cation-exchange-capacity-soils-sodium-acetate>
- Fassbender, H. (1987). *Química de suelos con énfasis en suelos de América Latina* (2ª ed.). Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura.
- Fixen, P. E., & Grove, J. H. (1990). Testing Soils for Phosphorus. En R. L. Westerman (Ed.), *Soil Testing and Plant Analysis*, (3ª ed., pp. 141–181). Soil Science Society of America.

- Frank, K., Beegle, D., & Denning, J. (1998). Phosphorus. En J. R. Brown (Ed.), *Recommended Chemical Soil Test Procedures for the North Central Region* (Vol. 221, pp. 21–31). Missouri Agricultural Experiment Station. <https://doi.org/10.1201/9781482283860-19>
- García, A. (2007). *Estudio experimental y teórico de la conductividad eléctrica de soluciones ácidas de Níquel y Zinc* [Tesis de postgrado, Universidad de Chile]. Repositorio Académico de la Universidad de Chile. <https://repositorio.uchile.cl/handle/2250/102960>
- Gavriloaiei, T. (2012). The influence of electrolyte solutions on soil pH measurements. *Revista de Chimie*, 63(4), 396–400. <https://www.revistadechimie.ro/Articles.asp?ID=3277>
- Global Soil Laboratory Network [GLOSOLAN]. (2019). *Standard operating procedure for soil or-ganic carbon. Walkley-Black method: titration and colorimetric method*. Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO].
- Graetz, D.A., & Nair, V.D. (2009). Phosphorus sorption isotherm determination. En J.L. Kovar, G.M., Pierzynski (Eds.), *Methods of phosphorus analysis for soils, sediments, residuals, and waters* (2ª ed.). Kansas State University.
- Grant, T. W. (1982). Exchangeable Cations. En A. L. Page (Ed.), *Methods of Soil Analysis, Part 2. Chemical and Microbiological Properties* (2ª ed., Vol. 9, pp. 159–166). American Society of Agronomy. https://doi.org/10.1007/978-3-540-31211-6_22
- Hopkins, C.G., Knox, W.K. & Pettit, J.H. 1903. A quantitative method for determining the acidity of soils. *USDA Bureau of Chemistry Bulletin*, 73, 114-119.
- Indoria, A. K., Sharma, K. L., & Reddy, K. S. (2020). Hydraulic properties of soil under warming climate. En M. Vara-Prasad & M. Pietrzykowski (Eds.), *Climate Change and Soil Interactions* (pp. 473-508). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-818032-7.00018-7>
- Kuo, S. (1996). Phosphorus. En D. L. Sparks, A. L. Page, P. A. Helme, R. H. Loeppert, P. N. Soltanpour, M. A. Tabatabai, C. T. Johnston, & M. E. Sumner (Eds.), *Methods of Soil Analysis, Part 3: Chemical Methods* (pp. 869–919). Soil Science Society of America. <https://doi.org/10.2134/agronmonogr9.2.c22>
- Lamas, F., Irigaray, C., Oteo, C., & Chacón, J. (2005). Selection of the most appropriate method to determine the carbonate content for engineering purposes with particular regard to marls. *Engineering Geology*, 81(1), 32–41. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2005.07.005>
- Lindsay, W. L., & Norvell, W. A. (1978). Development of a DTPA Soil Test for Zinc, Iron, Manganese, and Copper. *Soil Science Society of America Journal*, 42(3), 421–428. <https://doi.org/10.2136/sssaj1978.03615995004200030009x>
- Maximilian, J., Brusseau, M. L., Glenn, E. P., & Matthias, A. D. (2019). Pollution and Environmental Perturbations in the Global System. En M. L. Brusseau, I. L. Pepper & Ch. P. Gerba (Eds.), *Environmental and Pollution Science* (3ª ed., pp. 457-476). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-814719-1.00025-2>

- McKean, S. J. (1993). *Manual de análisis de suelos y tejido vegetal: Una guía teórica y práctica de metodologías*. CGIAR. <https://hdl.handle.net/10568/70025>
- Medina-González, H., García-Coronado, J., & Núñez-Acosta, D. (2007). El método del hidrómetro : base teórica para su empleo en la determinación de la distribución del tamaño de partículas de suelo. *Revista Ciencias Técnicas Agropecuarias*, 16(3), 19–25.
- Naumann, R., Alexander-Weber, C. H., Eberhardt, R., Giera, J., & Spitzer, P. (2002). Traceability of pH measurements by glass electrode cells: Performance characteristic of pH electrodes by multi-point calibration. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 374(5), 778–786. <https://doi.org/10.1007/s00216-002-1506-5>
- Instituto Nacional de Calidad (INACAL). (2015a). *NTP 214.029. Calidad de agua. Determinación de pH en agua. Método electrométrico* (3.ª ed.). <https://www.inacal.gob.pe/cid/categoria/normas-tecnicas-peruanas>
- Instituto Nacional de Calidad (INACAL). (2015b). *NTP 214.049. Calidad de agua. Determinación de conductividad electrolítica* (1.ª ed.). <https://www.inacal.gob.pe/cid/categoria/normas-tecnicas-peruanas>
- International Organization for Standardization (ISO). (1994). *ISO 11265:1994. Soil quality: Determination of the specific electrical conductivity*. International Organization for Standardization (ISO). <https://www.iso.org/standard/19243.html>
- International Organization for Standardization (ISO). (1995). *ISO 11261. Soil quality: Determination of total nitrogen, modified Kjeldahl method*. International Organization for Standardization (ISO). <https://www.iso.org/standard/19239.html>
- International Organization for Standardization (ISO). (2005). *ISO 10390:2005. Soil quality: Determination of pH*. International Organization for Standardization (ISO). <https://www.iso.org/standard/37718.html>
- International Organization for Standardization (ISO). (2006). *ISO 11464:2006. Soil quality: Pretreatment of samples for physico-chemical analysis*. International Organization for Standardization (ISO). <https://www.iso.org/standard/37718.html>
- Olías, M., Cerón, J. C., & Fernández, I. (2005). Sobre la utilización de la clasificación de las aguas de riego del U.S. Laboratory Salinity (USLS). *Geogaceta*, 37, 111-113. <https://sge.usal.es/archivos/geogacetas/Geo37/Geo37-28.pdf>
- Pennock, D., Yates, T., & Braidek, J. (2008). *Soil Sampling and methods of analysis* (2ª ed.). Cambridge University Press. <https://doi.org/10.1017/s0014479708006546>
- Porta, J., López-Acevedo Reguerín, M., & Roquero de Laburu, C. (2003). *Edafología para la agricultura y el medio ambiente*. Mundi-Prensa

- Ruttenberg, K. C. (2013). The Global Phosphorus Cycle. En H. D. Holland & K. K. Turekian (Eds.), *Treatise on geochemistry* (2ª ed., pp. 499–558). <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-095975-7.00813-5>
- Sah, R. N., & Brown, P. H. (1997). Techniques for boron determination and their application to the analysis of plant and soil samples. *Plant and Soil*, 193(1–2), 15–33. <https://doi.org/10.1023/A:1004251606504>
- Sandoval M., Dörner J., Seguel O., Cuevas J., & Rivera, D. (2012). *Métodos de análisis físicos de suelos*. Departamento de Suelos y Recursos Naturales. <https://hdl.handle.net/20.500.14001/59208>
- Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales (SEMARNAT). (2002). *NOM-021-RECNAT-2000: Norma que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos*. SEMARNAT. <http://www.ordenjuridico.gob.mx/Documentos/Federal/wo69255.pdf>
- Tan, K.H. (1998). *Principles of soil chemistry*. Mariel Dekker Inc.
- United States Department of Agriculture [USDA]. (2014). *Kellogg soil survey laboratory methods manual* [Soil Survey Investigations Report N° 42, Version 5.0]. USDA. <https://www.nrcs.usda.gov/sites/default/files/2022-10/SSIR42-v6-pt1.pdf>
- United States Department of Agriculture [USDA]. (2017). *Soil survey manual*. USDA. <https://www.nrcs.usda.gov/resources/guides-and-instructions/soil-survey-manual>
- Van Bladel, R., & Gheyi, H. R. (1975). A comparison of three methods of determining the cation exchange capacity of calcareous soils. *Geoderma*, 13(4), 289–298. [https://doi.org/10.1016/0016-7061\(75\)90042-7](https://doi.org/10.1016/0016-7061(75)90042-7)
- Visconti, F., & de Paz, J. M. (2016). Electrical Conductivity Measurements in Agriculture: The Assessment of Soil Salinity. En L. Cocco (Ed.), *New Trends and Developments in Metrology* (2ª ed.). <https://doi.org/10.5772/62741>
- Yang, L. P., Jin, J. Y., Bai, Y. L., Wang, L., Lu, Y. L., & Wang, H. (2011). Evaluation of agro services international soil test method for phosphorus and potassium. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 42(19), 2402–2413. <https://doi.org/10.1080/00103624.2011.605498>
- Yuan, T.L. (1959). Determination of exchangeable hydrogen in soils by a titration method. *Soil Science*, 88(3), 164-167.



7. ANEXOS

Lectura	pH
Extremadamente ácido	3.6-4.4
Muy fuertemente ácido	4.5-5.0
Fuertemente ácido	5.1-5.5
Moderadamente ácido	5.6-6.0
Ligeramente ácido	6.1-6.5
Neutro	6.6-7.3
Ligeramente alcalino	7.4-7.8
Moderadamente alcalino	7.9-8.4
Fuertemente alcalino	8.5-9.0
Muy fuertemente alcalino	> 9.0

Lectura	Sin peligro de sales	Peligro de sales	Fuertemente salino
CE (mS/cm)	0.0-3.9	4.0-8.0	> 8.0

Elementos	Bajo	Medio	Alto
M. O. (%)	< 2.0	2.0-4.0	> 4.0
N (%)	< 0.1	0.1-0.2	> 0.2
P (ppm)	< 7	7-14	> 14
K (ppm)	< 120	120-240	> 240

Elementos	Bajo	Medio	Alto
Ca (meq/100 g)	< 8.0	8.0-14.0	> 14.0
Mg (meq/100 g)	< 1.5	1.5-2.5	> 2.5
Na (meq/100 g)	< 0.25	0.25-0.50	> 0.50
K (meq/100 g)	< 0.50	0.50-0.80	> 0.80

Microelementos	Deficiente	Bajo	Normal	Alto	Exceso
Fe (ppm)	0-10	11-69	70-120	121-219	> 220
Zn (ppm)	0-5	6-14	15-25	26-39	> 40
Cu (ppm)	0.0-0.2	0.3-1.5	2-3	3.5-4.5	> 4.6
B (ppm)	0.0-0.7	0.7-1.5	1.6-2.9	> 3	

Tabla 20. Rangos para la interpretación de análisis de suelo

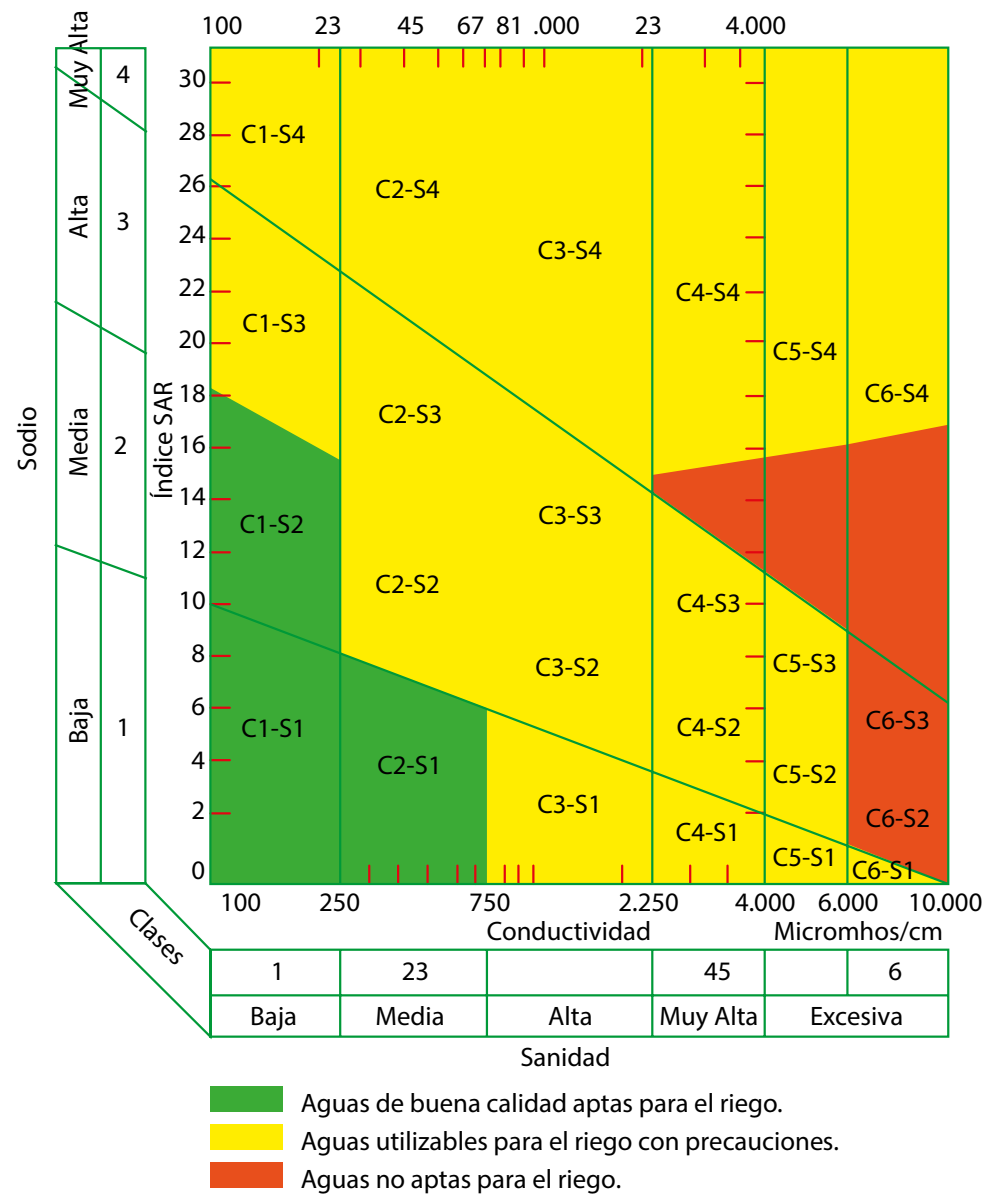


Figura 35. Gráfico de interpretación de análisis de la calidad de las aguas de riego (Olías et al., 2005)

Tipos		Calidad y normas de uso
C ₁	Agua de baja salinidad, apta para el riego en todos los casos. Pueden existir problemas sólo en suelos de muy baja permeabilidad.	
C ₂	Agua de salinidad media, apta para el riego. En ciertos casos puede ser necesario emplear volúmenes de agua en exceso y utilizar cultivos tolerantes a la salinidad.	
C ₃	Agua de salinidad alta que puede utilizarse para el riego de suelos con buen drenaje, empleando volúmenes de agua en exceso para lavar el suelo y utilizando cultivos muy tolerantes a la salinidad.	
C ₄	Agua de salinidad muy alta que en muchos casos no es apta para el riego. Sólo debe usarse en suelos muy permeables y con buen drenaje, empleando volúmenes en exceso para lavar las sales del suelo y utilizando cultivos muy tolerantes a la salinidad.	
C ₅	Agua de salinidad excesiva, que sólo debe emplearse en casos muy contados, extremando todas las precauciones apuntadas anteriormente.	
C ₆	Agua de salinidad excesiva, no aconsejable para riego.	
S ₁	Agua con bajo contenido en sodio, apta para el riego en la mayoría de los casos. Sin embargo, pueden presentarse problemas con cultivos muy sensibles al sodio.	
S ₂	Agua con contenido medio en sodio, y por lo tanto, con cierto peligro de acumulación de sodio en el suelo, especialmente en suelos de textura fina (arcillosos y franco-arcillosos) y de baja permeabilidad. Deben vigilarse las condiciones físicas del suelo y especialmente el nivel de sodio cambiante del suelo, corrigiendo en caso necesario	
S ₃	Agua con alto contenido en sodio y gran peligro de acumulación de sodio en el suelo. Son aconsejables aportaciones de materia orgánica y empleo de yeso para corregir el posible exceso de sodio en el suelo. También se requiere un buen drenaje y el empleo de volúmenes copiosos de riego.	
S ₄	Agua con contenido muy alto de sodio. No es aconsejable para el riego en general, excepto en caso de baja salinidad y tomando todas las precauciones apuntadas.	

Tabla 21. Calidad y normas de uso del agua de riego (Acosta y Salvadori, 2017, citando a Richards, 1954)



Instituto Nacional de Innovación Agraria



D. : Av. La Molina 1981, La Molina

T. : (511) 240-2100 / 240-2350

www.gob.pe/inia

ISBN: 978-9972-44-151-6



PERÚ

Ministerio
de Desarrollo Agrario
y Riego



Instituto Nacional de Innovación Agraria



@INIAPeru



@INIAPeru



@iniaperu



@IniaPeru



@iniaperu



@iniaperu