

# **ANALISIS DE SUELOS Y PLANTAS TROPICALES**

**Thomas T. Cochrane  
Richard G. Barber**

*Centro de Investigación Agrícola Tropical  
Misión Británica en Agricultura Tropical*

**Santa Cruz de la Sierra, Bolivia  
1993**

Copyright © 1993 by  
Centro de Investigación Agrícola Tropical (CIAT)  
Misión Británica en Agricultura Tropical (MBAT)

Los autores (tanto institucionales como individuales) de este documento consideramos conveniente estimular la divulgación libre y rápida de la información que contiene, para el beneficio de todas las personas involucradas en el desarrollo agropecuario. Por esta razón autorizamos su reproducción, transmisión o archivo en cualquier forma: electrónica, mecánica, fotocopias u otra. Se agradecerá mencionar la fuente del documento y enviar al CIAT un ejemplar del material producido.

**Centro de Investigación Agrícola Tropical (CIAT)**

Av. Ejército Nacional 131  
Casilla 247, Santa Cruz - Bolivia  
Fax: (591 3) 342996

**Misión Británica en Agricultura Tropical (MBAT)**

Av. Ejército Nacional 131  
Casilla 359, Santa Cruz-Bolivia  
Fax: (591 3) 350315 / Telex: 4222 BTAM BV

*Citation: Cochrane, T.T. y Barber R.G. 1993. Análisis de Suelos y Plantas Tropicales. Centro de Investigación Agrícola Tropical/Misión Británica en Agricultura Tropical. Santa Cruz, Bolivia.*

La impresión de este documento está financiada por el Proyecto de Desarrollo Tierras Bajas del Este (Banco Mundial). Santa Cruz - Bolivia.

---

Impreso en Editora EL PAIS  
Campero 250 - Tel. 343996  
Santa Cruz - Bolivia

Impreso en Bolivia - Printed in Bolivia



## **PREFACIO**

*Este documento fue elaborado entre los meses de Junio de 1992 y Marzo de 1993, mientras el autor senior trabajaba en el Laboratorio de Suelos del Centro de Investigación Agrícola Tropical (CIAT) Santa Cruz como consultor para la Misión Británica en Agricultura Tropical de la Administración de Desarrollo de Ultramar (O.D.A.) del Reino Unido. El segundo autor era el científico de suelos de la Misión Británica que trabajaba dentro de la Sección de Suelos del CIAT durante ese mismo período.*

*El propósito de este manual es el de presentar métodos de análisis de suelos y de plantas al corriente que han sido verdaderamente probados en el Laboratorio de Suelos del CIAT como referencia de metodologías aptas no solamente para Bolivia sino para otros países latinos en desarrollo. Un manual de este tipo en el idioma español se considera necesario debido a la falta de textos disponibles que contengan métodos bien probados y que no requieran equipos demasiado sofisticados.*

*En lo posible, los métodos químicos presentados son compatibles con los métodos elaborados por ISRIC (International Soil Reference and Information Centre, Wageningen, Holanda, en la publicación "Procedures for Soil Analysis", Editor L.P. van Reeuwijk, Technical Paper No. 9, ISRIC, 1987). Los métodos físicos están basados mayormente en las metodologías elaboradas por el American Society of Agronomy de los Estados Unidos (Methods of Soil Analysis, Part I. "Physical and Mineralogical Methods", Second Edition, A. Klute (ed.) 1986, and First Edition, C.A. Black (ed.) 1965. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA). En cuanto al análisis foliar los métodos presentados dependen mayormente en la calcificación de las muestras foliares debido a las dificultades en obtener ácidos en Bolivia. Sin embargo, estos métodos dan buenos resultados y son aptos para el análisis de cantidades bastante grandes de muestras foliares en forma rutinaria.*

*Este manual también proporciona una guía para la comprobación estadística de los métodos en cuanto a su precisión y a su reproductibilidad. Además, presenta ecuaciones útiles para convertir las unidades de los resultados de una forma u otra. Se utiliza la terminología estándar internacional de unidades en todo el manual, aunque las formas antiguas que todavía se usan comunmente se presentan en paréntesis.*

*En la sección que trata del análisis físico de suelo, están incluidos formularios para cada metodología que pueden ser ampliados y fotocopiados para su uso en el laboratorio.*

*Los autores agradecen al Señor Hugo Pérez, encargado del Laboratorio de Suelos del CIAT Santa Cruz, a los técnicos Señor Miguel Paz e Ing. Carlos Herrera por su gran colaboración en el desarrollo de pruebas de las metodologías investigadas.*

*Va también nuestro agradecimiento al Ing. Rufo Angulo quien realizó la última edición del presente manual y a la Señora Delicia Gutiérrez por el procesamiento del texto.*

*Asímismo, agradecemos al Proyecto de Tierras Bajas del Este del Banco Mundial por financiar la producción y publicación de este manual, al Ing. César Samur Director del CIAT, Santa Cruz Bolivia y a la Administración del Desarrollo de Ultramar, Reino Unido por conceder el permiso para publicar este manual.*

***Thomas T. Cochrane***

***Richard G. Barber***

***Misión Británica en Agricultura Tropical  
Administración del Desarrollo de Ultramar, Reino Unido***

# CONTENIDO

## *ANALISIS QUIMICO DE SUELOS*

<b>1.</b>	Comentarios Técnicos Preliminares.	1
<b>2.</b>	Preparación de Muestras de Suelos.	2
<b>3.</b>	Análisis Preliminar. Pre-Clasificación para el Análisis de Cationes Intercambiables, P y Otros.	4
<b>4.</b>	Humedad de Suelos: Factor de Corrección y % de Humedad .	6
<b>5.</b>	Determinación de pH en Suelos, pH-H <sub>2</sub> O y pH-KCl.	8
<b>6.</b>	Identificación de Salinidad de Suelos y Sales Solubles. Conductividad Eléctrica.	10
<b>7.</b>	Carbonatos en Suelo. Su Identificación y la Determinación del Equivalente de Carbonato de Calcio.	12
<b>8.</b>	Yeso: Prueba de Sulfato en Suelos.	15
<b>9.</b>	Carbón Orgánico - Materia Orgánica.	18
<b>10.</b>	Pérdida por Calcinación. Determinación de Materia Orgánica en Suelos No Calcáreos y no Alopánicos.	21
<b>11.</b>	Nitrógeno Total.	23
<b>12.</b>	Determinación de Amonio-N, Nitrato-N y Nitrito-N (Nitrógeno), en Suelos.	26
<b>13.</b>	Indice de la Disponibilidad de Nitrógeno por Incubación en Condiciones Anegadas.	30
<b>14.</b>	Fósforo Soluble en Bicarbonato de Sodio. Método Olsen Modificado.	35

<b>15.</b>	Fósforo Soluble en una Solución Fluórico-Acida Débil. Método "Bray y Kurtz No. 1" (Para suelos con pH < 5,4).	38
<b>16.</b>	Azufre Disponible.	42
<b>17.</b>	Ca, Mg, K, Na, Mn y Fe Intercambiables y Parámetros Derivados	47
<b>18.</b>	Aniones Solubles.	60
<b>19.</b>	Acidez Intercambiable y Aluminio por Titulación. CIC Efectivo Derivado para Suelos Acidos.	63
<b>20.</b>	Un Método para Determinar Cationes y Aniones Intercambiables, CIC y CIA en Suelos Acidos.	66
<b>21.</b>	Zn, Cu, Mn y Fe Disponible en Suelos Acidos sin Carbonatos: Método Acido-Duplo.	70
<b>22.</b>	Zn, Cu, Fe y Mn Disponible en Suelos Alcalinos: Método de Soltanfur y Schwab con Determinaciones de NO <sub>3</sub> , P y K Opcional.	72
<b>23.</b>	Boro Disponible - Método de Agua Caliente.	75
<b>24.</b>	Aluminio, Método Aluminon para Suelos y Plantas.	78
<b>25.</b>	Molibdeno Extraíble.	81
<b>26.</b>	Determinación de Nitratos (En Extractos de Suelos y Materiales de Plantas).	85

#### **ANALISIS QUIMICO DE PLANTAS**

<b>27.</b>	Preparación de Muestras de Plantas.	87
<b>28.</b>	Determinación de N total en Materiales de Plantas. Método Micro-Kjeldahl Modificado.	88

29.	Determinación de P, Ca, Mg, K, Na y Al en Materiales de Plantas. Método de Calcinación.	91
30.	Determinación de P, Ca, Mg, K, Na y Al en Materiales de Plantas. Método de Digestión en ácido Perclórico.	97
31.	Determinación de S y P en Materiales de Plantas: (Más K, Na y Al).	102
32.	Determinación de B, Cu, Zn, Fe y Mo (Más Ca, Mg, K, Na y Al), en Materiales de Plantas.	108

### ***ANALISIS QUIMICO DE SUELOS Y PLANTAS***

	Apéndice 1: Precisión, Errores, Control de Calidad y Reportaje de Resultados.	116
	Apéndice 2: La Concentración de Reactivos Líquidos.	121

### ***ANALISIS FISICO DE SUELOS***

33.	Distribución del Tamaño de Partículas en 3 Clases (Para Textura) - Método de Hidrómetro.	122
34.	Arcilla Dispersable por Agua - Parámetro Derivado:Índice de Floculación.	127
35.	Distribución del Tamaño de Partículas en 8 Clases - Método del Hidrómetro.	130
36.	Densidad Real.	143
37.	Densidad Aparente (Método de Campo) Parámetro. Derivado: Porosidad Total.	149
38.	Densidad Aparente de Agregados.	154

<b>39.</b>	Distribución del Tamaño de Agregados Secos.	159
<b>40.</b>	Estabilidad de Agregados - Método de Tamizado y Rociado con Agua.	163
<b>41.</b>	Estabilidad de Agregados - Método de Emerson.	169
<b>42.</b>	Fuerzas de Retención de la Humedad del Suelo. Parámetros Derivados: Poros de Transmisión, Poros de Almacenamiento, Poros Residuales, Punto de Marchitez Permanente, Capacidad de Campo, . Capacidad de Agua Disponible.	175
<b>43.</b>	Límite Plástico y Límite Líquido - Parámetro Derivado: Índice de Consistencia.	195
<b>44.</b>	Tasas de Infiltración. (Método de Campo)	203
<b>45.</b>	Resistencia del Suelo al Penetrómetro (Método de Campo).	211
<b>46.</b>	Capacidad de Campo (Método de Campo).	223



# ANALISIS QUIMICO DE SUELOS



## 1. COMENTARIOS TECNICOS PRELIMINARES

1. Cuando se usa agua en los análisis se refiere a agua desionizada (o desmineralizada). Se podría usar agua destilada, pero solamente es necesario cuando se hace nota.
2. Para la preparación de los estándares básicos, se aconseja el uso de agua destilada, desionizada y después hervida durante 10 minutos para botar afuera el gas  $\text{CO}_2$ .
3. Se usa unidades SI (Standard Internacional) en el texto, con unidades populares como partes por millón **ppm**, y miliequivalentes **me**, como alternativos. Se podría usar lo siguiente para convertir unidades:

ppm (partes por millón)	=	mg/kg, ug/g, mg/l
%	=	mmol/kg x MW/10.000 ó mmol/kg = % x 10.000/MW
me (miliequivalentes)	=	mmol $\text{Na}^+$ , ó mmol x $\frac{1}{2}$ $\text{Ca}^{2+}$ , ó mmol x $\frac{1}{3}$ $\text{Al}^{3+}$ , etc
me/100g	=	cmol <sub>c</sub> kg <sup>-1</sup> por CIC y CIA

4. Para el control interno de los análisis es imprescindible incluir blancos y muestras de referencias con cada lote de análisis.
5. Para el control externo de los análisis, se recomienda la participación en programas como el "International Soil - Analytical Exchange" y el International Plant-Analytical Exchange", Department of Soil Science and Plant Nutrition, Wageningen Agricultural University, Holanda. También con el Tropical Soils Analysis, Forestry Section, Natural Resources Institute, Central Avenue, Chatham Maritime, Kent ME4 4TB, U.K.
6. Los métodos de análisis químicos de suelos, con algunas excepciones, son compatibles con los métodos del International Soil Reference and Information Centre ISRIC, P.O. Box 353, 6700 AJ Wageningen, Holanda, "Procedures for Soil Analysis", Editor L.P. van Reeuwijk, (Technical Paper No. 9, 1987).
7. Los métodos de análisis de plantas son adaptados de varias fuentes, para dar flexibilidad y para la conveniencia del laboratorio.



## 2. PREPARACION DE MUESTRAS DE SUELOS

1. Las muestras de suelos deben ser colocadas en una bandeja plástica para ser secadas en el gabinete secador a 35 - 40°C. Hay que romper los pedazos grandes de suelos y botar residuos grandes de plantas como raíces.
2. Después de secada, la muestra entera debe ser pesada. Luego, tamizar el suelo por un tamiz de 2mm. Agregados grandes de suelo deben ser triturados (no molidos) usando un "pistadero y mortero" y el suelo tamizado de nuevo.
3. Pedazos de grava, fragmentos de roca, etc. que no pueden pasar por el tamiz, deben ser pesados y su contenido recordado como una fracción de la muestra entera, la fracción gruesa.

### Cálculo:

$$\text{Fracción Gruesa suelo} = \frac{(a-b)}{a} \times 100$$

en lo cual,

a = peso muestra secada en aire.

b = peso fracción <2mm

4. Características especiales como "concreciones" deben ser apartadas de la muestra para su identificación separadamente.
5. La fracción "suelo <2mm secada en aire" debe ser homogenizada y guardada en cajones plásticos, marcados con el número de laboratorio de la muestra.

### Sub-muestreo

Las sub-muestras de suelo que llegan al laboratorio para el análisis químico tienen que representar la muestra entera. Para hacer un submuestreo confiable, distribuir el suelo en una hoja de papel limpio y dividirlo en pequeños cuadrados de aproximadamente 5cm x 5cm usando una regla de plástico. Entonces, se toman pequeñas muestras de suelo con una espátula de por lo menos 20 de los cuadros, para obtener un "submuestreo" representativo. Las submuestras de suelo, deben ser guardadas en pequeños recipientes plásticos tapados.

6. Para algunos análisis se usa suelo  $<0,5\text{mm}$ . Para estos fines, una sub-muestra de aproximadamente 25g de suelo  $<2\text{mm}$ , debe ser triturada en un mortero para pasar por un tamiz de 0,5mm. Esta muestra debe ser guardada en una pequeña caja plástica separadamente.
7. **La cantidad de muestra que se utiliza en los análisis siempre debe ser pesada hasta una precisión de  $\pm 1\%$ .**

### 3. ANALISIS PRELIMINAR. PRE-CLASIFICACION PARA EL ANALISIS DE CATIONES INTERCAMBIABLES, P Y OTROS

Debido a diferencias en las propiedades químicas de los suelos, es necesario usar métodos diferentes para algunos análisis, especialmente para la determinación de cationes intercambiables, capacidad de intercambio catiónico CIC, P, y micro-elementos. Con este fin, generalmente se realizan análisis preliminares en todos los suelos para su "pre-clasificación"; pH, conductividad eléctrica CE, y la determinación de la presencia de carbonatos libres. Adicionalmente para muestras de suelos procedentes de algunas zonas áridas o semiáridas, es necesario determinar la presencia de  $\text{CaSO}_4$ .

Los suelos se clasifican como sigue:

pH	CE $\mu\text{S}/\text{cm}$ a $25^\circ\text{C}$	$\text{CaCO}_3$ , y/o $\text{CaSO}_4$ libre	Pre-clasificación (Tipo de suelo)
< 5,4	< 400	ausente	muy ácido
5,4-7,0	< 400	ausente	ácido
> 7,0	< 400	presente	calcáreo y/o yesífero, no salino
	> 400	ausente	salino, no calcáreo
	> 400	presente	calcáreo y/o yesífero, salino

Se dan detalles de estos análisis en las secciones 5, 6, 7 y 8. En las siguientes secciones 9 a 25 se especifica cuándo es necesario, el análisis apropiado para el tipo de suelo.

#### Notas:

En adición de los análisis preliminares, cuando se necesitan análisis de suelos bien exactos, se determinan la humedad de suelo secado al aire, para calcular el "factor de corrección de humedad, fch", Sección 4.

Sin embargo, se ha encontrado, según la mayoría de suelos comunmente analizados del trópico boliviano, con la excepción de algunos suelos con alto

contenido de materia orgánica y algunos pocos con altos niveles de montmorillonita, que para suelos secados al aire a 35 - 40°C, el "factor de corrección de humedad" es menor de 1%. Por eso, generalmente no es necesario hacer determinaciones de humedad, solamente para trabajos bien exactos.

Algunos agrónomos prefieren usar valores de parámetros de suelo expresado en términos de volumen (peso/volumen) en lugar de la base de peso (peso/peso). Se podría convertir el peso de suelo a volumen usando la densidad aparente (bulk density). Así, un suelo con un CIC de  $10 \text{ cmol}_c \text{ kg}^{-1}$  con una densidad aparente de  $1,5 \text{ kg/l}$  tendría un CIC de  $15 \text{ cmol}_c \text{ l}^{-1}$ .

## 4. HUMEDAD EN SUELOS : FACTOR DE CORRECCION Y % DE HUMEDAD

### Principio:

El Cálculo de los resultados del análisis de suelo está hecho sobre la base de suelo secado al horno. Se hace la determinación del porcentaje de humedad antes de cualquier análisis de suelo.

### Equipos:

- Latas de humedad con tapas
- Horno para secar
- En el caso del determinación de material orgánico M.O. por calcinación después de la determinación de humedad, crisoles tipo "vitreosil" de sílica.

### Procedimiento:

- 1) Transferir aproximadamente 5g de suelo secado en aire (35-40°C) a una lata de humedad o crisoles vitreos y pesar con una precisión de 0,001g.
- 2) Secar la muestra por la noche a 105°C con tapa abierta.
- 3) Sacar la lata del horno, cerrar la tapa y pesar de nuevo.

### Cálculo:

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

en lo cual,

a = peso de muestra secada al aire

b = peso de muestra secada al horno

**Nota:**

El factor de corrección de humedad **fch**, para los resultados analíticos es:

$$\text{factor de corrección de humedad} = \frac{100 + \% \text{humedad}}{100}$$

## 5. DETERMINACION DE pH EN SUELOS, pH-H<sub>2</sub>O Y pH-KCl

### Principio:

Se mide el pH del suelo potenciométricamente en la supernatante de la suspensión de un extracto de suelo-extractante de 1:5. El extractante podría ser agua (pH-H<sub>2</sub>O) o 1M KCl (pH-KCl).

### Equipos:

- Potenciómetro (pH-metro) con electrodos vidrio y calomel combinado
- Agitadora recíproca.

### Reactivos:

- A) KCl 1M
- B) Soluciones amortiguadas, pH 4,0; 7,0 y 9,0

### Procedimiento:

#### a) pH-H<sub>2</sub>O (relación suelo a agua, 1:5)

1. Pesar 10g de suelo secado al aire, (35-40°C), (pasado por un tamiz de 2mm). Ponerlo en una botella de polietileno tipo boca-ancha. Añadir 50ml de agua desionizada y agitar durante 2 horas en la agitadora recíproca. Antes de abrir la botella, agitar de nuevo manualmente.
2. Colocar los electrodos del potenciómetro en la parte superior de la suspensión parcialmente reposada, y medir el pH cuando el potenciómetro se ha estabilizado, con una precisión de 0,1 de una unidad.

#### b) pH-KCl (relación suelo a KCl 1M, 1:5)

1. Añadir 50ml KCl a 10g de la muestra de suelo y agitar durante dos horas, usando el mismo procedimiento como para pH-H<sub>2</sub>O.
2. Leer pH con el potenciómetro.

**Nota:**

- 1) Los electrodos deben ser lavados con agua desionizada y secados con papel tipo "tissue" limpio o papel filtro, después de cada lectura.
- 2) El potenciómetro debe ser calibrado con soluciones amortiguadoras de pH 4,0 y pH 7,0 antes de usarlo para la mayoría de las muestras. Si la lectura es superior de pH 7,5 debe recalibrar el potenciómetro con soluciones amortiguadoras de pH 7,0 y 9,0.
- 3) Las soluciones amortiguadoras no deben ser conservadas por períodos prolongados. Las soluciones de pH 9,0 a 10,0 son especialmente sensibles al CO<sub>2</sub> y rápidamente pierden su confiabilidad.
- 4) Se usa una relación 1:1 suelo a agua para identificar horizontes tipo sulfato ácido en suelos.
- 5) La presencia de sales solubles en suelos podría ser identificada midiendo la conductividad eléctrica del extracto pH-H<sub>2</sub>O. Ver determinación de Conductividad Eléctrica, Sección 6.

**Notas adicionales para la preparación de reactivos.**

**KCl 1M.** Disolver 74,5g KCl (secado en horno a 105°C durante 2 horas) en un litro de agua.

**Soluciones amortiguadoras.** Disolver cápsulas estándares o diluir ampollas de estándares de acuerdo con las instrucciones.

---

**Referencias:**

- VAN REEUWIK, L.P (ed.) 1987. *Procedures for soil analysis*. Technical paper No.9. International Soil Reference and Information Centre, Wageningen. p.4.1
- PAGE, A.L. (ed.). 1982. *Methods of soil analysis*. Agronomy No. 9. pt. 2 p.199-209. Amer.Soc. Agronomy, Madison, Wisconsin.



**Nota:** Esta lectura está automáticamente ajustada a 25°C.

2. Meter la célula de inmersión al extracto y leer la conductividad.
- c) **La identificación rutinaria de salinidad de suelos y la presencia de sales solubles.**
1. Medir la conductividad eléctrica de la suspensión suelo a agua, 1:5, preparada para la determinación de pH-H<sub>2</sub>O antes de leer el pH de tal suspensión. La célula de inmersión debe ser metida en la parte superior de la suspensión.
  2. Use el siguiente criterio para la categorización preliminar de salinidad de suelo y la presencia de sales solubles:
    - C.E.1:5 < 400  $\mu\text{S/cm}$ . no-salina, sales solubles negligibles
    - C.E.1:5 > 400  $\mu\text{S/cm}$ . salina, sales solubles deben ser determinadas

#### Notas adicionales para la preparación de reactivos

**KCl 0,01M**, solución estándar. Diluir una ampolla estándar de KCl 0,1M de acuerdo con las instrucciones. Luego pipetear 10ml de KCl 0,1M en un balón volumétrico de 100ml. y completar el volumen con agua.

De otra manera, disolver 0,7456g de KCl (secado en horno a 105°C por 2 horas) en un balón volumétrico de un litro y completar el volumen con agua.

---

#### Referencias:

- VAN REEUWIJK, L.P.. (ed.).1987. *Procedures for soil analysis*. Technical Paper No. 9. International Soil and Information Centre, Wageningen. p.13-4.

## **7. CARBONATOS EN SUELO. SU IDENTIFICACION Y LA DETERMINACION DEL EQUIVALENTE DE CARBONATO DE CALCIO.**

### **Principio:**

**Identificación:** La presencia de carbonatos se detecta colocando algunas gotas de HCl en el suelo secado en aire. La efervescencia por la evolución de CO<sub>2</sub> gas, indica la presencia de carbonatos.

**Determinación:** Se trata una muestra de suelo con HCl diluído, y el ácido no neutralizado por los carbonatos está titulado con NaOH. Al resultado se llama el "equivalente de carbonato de calcio", porque la disolución no solamente afecta la calcita, sino también otros carbonatos como dolomita.

### **Equipos:**

- Bureta
- Agitadora recíproca.

### **Reactivos:**

- A) HCl 30%
- B) HCl 1M
- C) HCl 0,5M solución estándar
- D) NaOH 0,5M solución estándar
- E) Indicador fenolftaleína 0,1%. Disolver 100mg de fenolftaleína en 100ml de etanol al 96%.

### **Procedimiento:**

- a) **Identificación de carbonatos. "Prueba de efervescencia"**
  1. Hacer pequeños montículos de aproximadamente 2g de muestras de suelos sobre una plancha de vidrio. Usando una botella gotera, colocar algunas gotas de HCl 30% sobre las muestras.

2. La efervescencia debido a la evolución de CO<sub>2</sub> gas, indica la presencia de carbonatos.

**b) Determinación de carbonatos.** (Cuando se requiere)

1. Pesar 5g de suelo secado en aire (precisión 0,01g) en una botella de polietileno con boca ancha. Incluir 3 blancos y una muestra de suelo de referencia o 500mg de polvo de CaCO<sub>3</sub>.

**Nota:** Con niveles altos de CaCO<sub>3</sub> (> 50%) pesar 2,5g de suelo.

2. Añadir 100ml de HCl 1M con pipeta y agitar suavemente.
3. Colocar la tapa de la botella parcialmente. No se debe apretar debido a la evolución de CO<sub>2</sub> gas. Agitar durante la próxima hora. Dejar durante la noche.
4. Al día siguiente, apretar la tapa de la botella y agitar durante 2 horas en la agitadora recíproca.
5. Dejar la suspensión reposar, pipetear 10ml de la solución supernatante en una botella Erlenmeyer de 100ml, y añadir 25ml de agua.
6. Añadir algunas gotas del indicador fenolftaleína y titular con NaOH 0,5M. (Si se usa una tituladora automática, colocar el punto final al pH 7,8).

**Cálculo:**

$$\% \text{ equivalente de CaCO}_3 = M \times \frac{a-b}{s} \times 50 \times fch$$

en lo cual,

a	=	ml NaOH usado para la muestra
b	=	ml NaOH usado en el blanco
s	=	peso en g. de la muestra seca al aire
M	=	molaridad de la solución NaOH
50	=	derivado de: $50 \times 10^{-3} \times 10 \times 100\%$ (50=peso equivalente de $\text{CaCO}_3$ )
fch	=	factor de corrección de humedad

**Nota:** En este método, el equivalente de  $\text{CaCO}_3$  podría ser sobre-estimado porque algunos otros componentes del suelo podrían tener una reacción con HCl. Para niveles muy bajos de carbonatos (<1%), los errores podrían ser relativamente grandes.

#### Notas adicionales para la preparación de reactivos

**HCl 1M** (aprox.). Añadir aproximadamente 800ml de agua a un balón volumétrico de un litro. Después añadir 85ml de HCl conc. despacio, dejar enfriar y completar el volumen con agua.

---

#### Referencias:

- VAN REEUWIJK, L.P. (ed.) 1987. *Procedures for soil analysis*. Technical Paper No.9. ISRIC, Wageningen. p.7 - 1:2.

## 8. YESO: PRUEBA DE SULFATO EN SUELOS

### Principio:

Se disuelve yeso agitando una muestra de suelo con agua. Esta última está precipitada selectivamente por acetona, disuelta de nuevo en agua y determinada midiendo Ca en solución.

### Equipos:

- Centrífuga
- Agitadora recíproca
- Espectrofotómetro de Absorción Atómica AAS

### Reactivos:

- A)  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- B) Acetona.
- C)  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  1M
- D) HCl 1M
- E)  $\text{HNO}_3$  6M
- F) Solución de Lantano, La 1%, (solución bloqueadora)
- G) 1000mg/l(ppm) Ca estándar
- H) **Estándares de Ca.**

1) 100mg/l(ppm) Ca. Mezclar 25ml 1000mg/l (1000 ppm) Ca con 125ml solución de La 1%, y diluir a 250ml con agua.

2) Pipetear 0, 5, 10, 15, 20 y 25ml de solución estándar 100mg/l Ca en frascos volumétricos de 100ml y hacer volumen con agua para obtener la serie de estándares de 0, 5, 10, 15, 20 y 25mg/l(ppm) de Ca.

### Procedimiento:

1. Pesar 10g de suelo secado en aire, tamizado <2mm (precisión 0,1g), en una botella de polietileno. Incluir muestra de suelo de referencia o 100mg  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Añadir 100ml de agua. Tapar y agitar por 30 minutos.

Centrifugar la suspensión a 3000 RPM por 5 minutos ó hasta que la supernatante esté clara.

2. **Para hacer la Prueba de sulfato.** Transferir aproximadamente 3ml de extracto en un tubo de ensayo y adicionar 10 gotas de HCl 1M y aproximadamente 2ml de BaCl<sub>2</sub> 1M. Si hay turbidez se prosigue con el análisis. Si no hay turbidez no existe yeso en la muestra de suelo.

**Nota:** Para esta prueba, se podría usar el extracto para pH-H<sub>2</sub>O

3. Pipetear 20ml de extracto en un tubo de centrifuga de 50ml. Adicionar 20ml de acetona, mezclar bien y dejar descansar por 10 minutos. Centrifugar hasta que la supernatante esté clara (5 minutos aproximadamente). Decantar la supernatante sin perder el precipitado. Este volver a lavarlo con acetona. Centrifugar, y decantar de nuevo. Secar el tubo y el precipitado en un horno a 50°C aproximadamente (dejando la puerta abierta). Añadir 40ml de agua, tapar y agitar hasta que el precipitado esté disuelto.

Pipetear 2ml de esta solución y 2ml de solución La 1%, supresiva, mezclar bien, y leer Ca en AAS a 422,7 nm.

#### Cálculo:

$$\% \text{ yeso} = \frac{\text{lectura Ca mg/l} \times 0,172 \times \text{f.dil.} \times \text{fch.}}{s}$$

en lo cual,

$$0,172 = \frac{2 \times 40}{1000} \times 10^{-3} \times \frac{100}{20} \times \frac{172,17}{40,08} \times 100\%$$

s = muestra secada en aire en g.

f.dil. = factor de dilución, la corrección para la posible dilución de la solución final para obtener lectura

fch = factor de corrección de humedad

#### Nota:

La solubilidad del yeso en agua es aproximadamente 0,2g/100ml. En este procedimiento, ésto es equivalente a 2% de yeso en una muestra usando la relación 1:10 suelo a agua. Tomando en cuenta que la solubilidad del yeso

cerca al punto de saturación es lenta, se sugiere un contenido máximo de 1,5%. A valores más altos de yeso en suelos, relaciones más altas deben ser usadas; por ejemplo hasta 3%, 5g suelo en 100ml agua (1:20); a 4,5%, 5g suelo en 150ml agua (1:30), etc.

#### Notas adicionales para la preparación de reactivos

**BaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O 1M.** Colocar 60g de BaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O en un balón volumétrico de 250ml, disolver con agua y completar el volumen con agua.

**HCl 1M.** Disolver 21ml de HCl conc. en 200ml de agua en un balón volumétrico de 250ml y completar el volumen con agua.

**HNO<sub>3</sub> 6M.** Diluir 375ml de HNO<sub>3</sub> conc. con agua hasta un litro.

**Solución La 1%.** Diluir 100ml de solución La de 10% hasta un litro con agua.

---

#### Referencias:

HESSE, P.R. 1971. *A text book of soil chemical analysis*. John Murray, London

VAN REEUWIJK, L.P. (ed.) 1987. Technical Paper No.9. ISRIC, Wageningen p.8 - 1:3

## 9. CARBON ORGANICO - MATERIA ORGANICA

### Principio:

El procedimiento de Walkley-Black modificado por Metson (1956) y otros. Este involucra una digestión mojada de M.O con una mezcla de dicromato de sodio (o dicromato de potasio) y ácido sulfúrico. Después de la reacción, se determina el dicromato por absorciometría.

**Nota:** Para suelos no-calcareos y no alofánicos, se podría usar el método "Pérdida por Calcinación" para estimar M.O.

### Equipos:

- Centrifugadora
- Agitadora recíproca
- Espectrofotómetro

### Reactivos:

- A)  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  0,67M, aproximadamente, ó
- B)  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  0,17M, aproximadamente.
- C)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc. (98% w/w)
- D) estándares de carbón, C.

(i) 50g/l C. Disolver 29,68g de sucrosa A.R. secada, en agua y hacer volumen hasta 250ml.

(ii) 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 y 12,5g/l, C. Diluir 5, 10, 15, 20 y 25ml del estándar de carbon 50g/l a 100ml.

### Procedimiento:

1. Pesar 0,5 a 2,0g de muestras de suelos secados en aire, pasados por tamiz de 0,5mm y colocar en un matraz Erlenmeyer de 250ml.
2. Medir alícuotas de 2ml de los estándares de carbon en los matraces Erlenmeyer y evaporar hasta que se sequen en una hornilla.



3. Añadir 10ml de  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  0.67M a las muestras de suelos y estándares. Agitar suavemente durante 20 minutos en la agitadora recíproca. Entonces, añadir 20ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc., agitar por un minuto y dejar una hora.
4. Añadir 100ml de agua y agitar un minuto. Dejar por 4 horas. Transferir el extracto a tubos de centrifuga y centrifugar durante 20 minutos a 2.000 RPM.
5. Leer la absorbancia a 600 nm.

**Cálculo:**

$$\% \text{M.O. (materia orgánica)} = 2 \times \text{fch} \times \frac{\text{C}}{\text{s}}$$

en lo cual,

C	=	carbón, g/100ml
s	=	peso de muestra de suelo
fch	=	factor de corrección de humedad

**Nota:**

- 1) En el cálculo, se usa la relación:  $\% \text{M.O.} = 2 \times \% \text{C.}$
- 2) Si el peso de la muestra de suelo = 0,5g la calibración de concentración del espectrofotómetro podría ser arreglada para permitir lecturas directas en términos de  $\% \text{M.O.}$  de suelos, usando las lecturas de las alícuotas de los estándares de carbón:

Estándar de carbón (B)	% M.O. suelo (x fch)
2,5	2
5,0	4
7,5	6
10,0	8
12,5	10

**Notas adicionales para la preparación de reactivos.**

**Na<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>·2H<sub>2</sub>O A.R. 0,67M.** Disolver 199g de Na<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>·2H<sub>2</sub>O A.R. secado en horno a 105°C durante 2 horas, con agua en un balón de un litro y completar el volumen.

**K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> A.R. 0,17M.** Disolver 49,04g de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> A.R. secado en horno a 105°C durante 2 horas, en agua en un balón de un litro y completar el volumen.

**Sucrosa, A.R. 50g/l estándar.** Disolver 26,68g de sucrosa (seca) en agua en un balón de un litro y completar el volumen.

---

**Referencias:**

METSON, A.J. 1956. *Methods of chemical analysis for soil survey samples*. N.Z. D.S.I.R., Soil Bureau Bul. 12.p 62-69.

VAN REEUWIJK, L.P. (ed.) 1987. *Procedures for soil analysis*. Technical Paper No.9. ISRIC, Wageningen. p 5 - 1:2

## **10. PERDIDA POR CALCINACION. DETERMINACION DE MATERIA ORGANICA EN SUELOS NO CALCAREOS Y NO ALOFANICOS**

### **Principio:**

Después de la determinación de humedad, se calcina el suelo en un horno mufla a 750°C.

En suelos no-calcareos y no alofánicos (sin arcilla tipo "alófano", que se distingue por su característica "grasosa"), la pérdida de peso corresponde a la materia orgánica.

### **Equipos:**

- Horno mufla
- Crisoles tipo "vitreosil", de sílice

### **Procedimiento:**

- 1) Transferir las muestras de la determinación de humedad de suelos en sus crisoles tipo "vitreosil", a un horno mufla y calcinar a 750°C por 3 a 4 horas.
- 2) Dejar enfriar parcialmente y colocar en un desecador.
- 3) Pesar las muestras cuando se enfrien.

### **Cálculo:**

$$\text{PER} = P_1 - P_2$$

en lo cual,

PER	=	pérdida de peso por calcinación
P <sub>1</sub>	=	peso de crisol + peso de suelos secado en horno a 105°C
P <sub>2</sub>	=	peso de crisol + suelo calcinado

$$\% \text{ PER} = \frac{\text{PER}}{P_3} \times 100$$

en lo cual,

%PER = % pérdida de peso por calcinación, ó M.O. en suelos no calcáreos, no alofánicos

PER = pérdida de peso por calcinación

P<sub>3</sub> = peso suelo secado en horno a 105°C

## 11. NITROGENO TOTAL

### Principio:

Se sigue el procedimiento Kjeldahl. La muestra está digestionada en ácido sulfúrico y el nitrógeno orgánico convertido a sulfato de amonio. Luego se hace la solución alcalina y el  $\text{NH}_3$  está destilado. El  $\text{NH}_3$  gas es recogido en ácido bórico y titulado con ácido estándar.

### Equipos:

- Bloque de aluminio digestador
- Destiladora Markham.
- Bureta automática de 10ml.
- Tubos de ensayo, tipo "Pyrex" de 25mm x 20mm, marcada a 50ml.

### Reactivos:

- A)  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 96%, A.R.
- B) Se en polvo (hay que moler a polvo fino)
- C)  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 100 vols, A.R.
- D)  $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . A.R.
- E) NaOH 0,5M
- F) HCl 0,01M, estándar
- G) Indicador mezclado. Disolver 0,13g rojo de metilo y 0,20g de bromocresol verde en 200ml de etanol al 96%.
- H) Solución  $\text{H}_3\text{BO}_3$  1% + indicador. Disolver 10g de  $\text{H}_3\text{BO}_3$  en aproximadamente 900ml de agua caliente, enfriar y añadir 20ml del indicador mezclado. Completar el volumen a un litro con agua.
- I) Mezcla para digestión: Añadir 0,42g de Se y 14g de  $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  a 350ml de  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 100 vol. Mezclar bien y agregar **con cuidado y despacio para que la solución no se caliente mucho**, 420ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado. Enfriar durante la adición del ácido. Conservar la solución a  $2^\circ\text{C}$ , éste es estable durante 4 semanas.

**Procedimiento:**

1. Pesar 0,2 a 0,5g de suelo secado al aire (35 - 40°C) y pasado por un tamiz de 0,5mm y colocar en un tubo de ensayo.
2. Añadir 5ml de mezcla para digestión. Mojar bien.
3. Colocar el tubo en el bloque de aluminio y elevar la temperatura a 368°C, durante una hora aproximadamente.
4. Continúe la digestión hasta que la solución esté clara (aproximadamente 60 minutos), y siga con la digestión durante media hora más.
5. Enfriar y hacer el volumen hasta 50ml. con agua.
6. Pipetear una alícuota de 5ml al equipo de destilación Markham, añadir 5ml de NaOH 5M y recoger el amonio destilado (10ml) en 5ml de solución, ácido bórico 1% + indicador mezclado.
7. Titular contra HCl 0,01M. El punto final se alcanza con un cambio de color de verde a rosado.

**Cálculo:**

$$\%N = \frac{a-b}{s} \times M \times 14 \times fch$$

en lo cual,

a	=	ml HCl 0,01M usado para la titulación
b	=	ml HCl 0,01M usado para la titulación del blanco
s	=	peso muestra secada al aire en g.
M	=	molaridad de HCl
14	=	$14 \times 10^{-3} \times 100 \times 10$
fch	=	factor de corrección de humedad

**Nota:** Método Alternativo para hacer la digestión

Se podría usar el reactivo mezclado de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (4:1) con Se y Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O, usado para la digestión en la determinación de nitrógeno total en

plantas. Este reactivo mezclado permite que la digestión sea más rápida. Se usa la proporción de 0,5g de suelo a 2ml de esta mezcla de digestión, (ó 1,0g de suelo a 3ml), y en esta forma se podría tener economías en el uso de reactivos. (Después de la digestión, que generalmente se completa en 2 a 2,5 horas sin la necesidad de estar vigilándola, se sigue con el análisis en la misma forma como lo descrito arriba).

---

**Referencias:**

- VAN REEUWIJK, L.P. (ed.) 1987. *Procedures for soil analysis*. Technical Paper No. 9. Soil Reference and Information Centre, Wageningen, 6 - 1 a 6 - 2.
- VARLEY, J.A. 1966. *Automatic method for the determination of nitrogen, phosphorus and potassium in plant material*. Analyst 91: 119.
- PAGE, A.L., MILLER, R.H. and KEENEY, D.R. (eds) 1982. *Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and microbiological properties*. 2nd. ed. Agronomy Series 9, ASA, SSSA, Madison, Wisconsin, USA: 595 - 641.

## 12. DETERMINACION DE AMONIO-N, NITRATO-N Y NITRITO-N (NITROGENO), EN SUELOS .

### Principio:

En la gran mayoría de los suelos, el nitrógeno inorgánico se encuentra en las formas de  $\text{NH}_4^+$  y  $\text{NO}_3^-$ ; el  $\text{NO}_2^-$  existe en cantidades insignificativas. (Sin embargo, ocasionalmente, los niveles de  $\text{NO}_2^-$  podrían ser tóxicos para algunos cultivos después de la aplicación de fertilizantes alcalinos).

La determinación de  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{NO}_3^-$  y  $\text{NO}_2^-$  intercambiable es complicado por las transformaciones rápidas que podrían ocurrir entre los tipos de N inorgánico en suelos, y pérdidas por vaporización. Para disminuir tales efectos, se hace una extracción con KCl 2M lo más antes posible cuando las muestras llegan al laboratorio, y generalmente antes de secarlas. Se determina  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{NO}_3^-$  y  $\text{NO}_2^-$  en la extracción, usando el método de destilación con vapor de agua. Se usa MgO como reactivo alcalino para convertir  $\text{NH}_4^+$  a  $\text{NH}_3$  gas en la destilación, y "Aleación de Devarda" como agente reductor para convertir  $\text{NO}_3^-$  a  $\text{NH}_4^+$ . El  $\text{NO}_2^-$  podría ser estimado por diferencia con o sin un pretratamiento con solución de ácido sulfámico. Se recoge la  $\text{NH}_3$  gas en una solución débil de ácido bórico, y se determina la cantidad de  $\text{NH}_4^+$  en esta solución titulando con un ácido estándar (HCl).

### Importante:

#### Recomendaciones para la recolección, transporte y preservación de muestras.

1. Cada muestra compuesta debería constar de por lo menos 15 a 20 submuestras.
2. Después de sacar muestras de suelos en bolsas plásticas bien cerradas, póngalas inmediatamente en una caja fría que contenga hielo.
3. Cuando llegue al laboratorio, ponga las muestras en la congeladora a una temperatura de  $-5^\circ\text{C}$ , si no es posible analizar los suelos inmediatamente. Se puede preservar muestras a esta temperatura sin cambios significativos por 48 horas.



4. En el caso que no se necesite análisis de  $\text{NO}_2^-$  y si no es posible hacer los análisis de inmediato, se puede secarlas a  $35-40^\circ\text{C}$ . Sin embargo, tienen que ser analizadas lo más antes posible, para evitar el incremento de  $\text{NH}_4^+-\text{N}$ .

**Equipos:**

- Micro destiladora con vapor de agua para destilar  $\text{NH}_3$  gas.
- Máquina agitadora recíproca

**Reactivos:**

- A) KCl 2M.
- B) MgO, pesada. Calcinarse el MgO en el horno mufla a  $700^\circ\text{C}$  por 2 horas. Si el MgO fue calcinado hace mucho tiempo, es aconsejable calcinarlo nuevamente (también se podría usar MgO liviano después de calcinación). Dejar enfriar en un desecador que contenga granos de NaOH; preservarlo en una botella bien cerrada.
- C) Aleación de Devarda, polvo. Debe ser bien fina para pasar de un tamiz No. 100 y por lo menos 75% por un tamiz de No.300.
- D) Solución ácido sulfámico,  $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ . Disolver 2g en 100ml de agua. Guardar en el refrigerador (El  $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$  tiene que ser de buena calidad).
- E) Indicador mezclado. Disolver 0,13g rojo de metilo y 0,20g bromocresol verde en 200ml de etanol al 96%.
- F) Solución  $\text{H}_3\text{BO}_3$  1% + indicador mezclado. Disolver 10g  $\text{H}_3\text{BO}_3$  en aproximadamente 900ml de agua caliente. Dejar enfriar y añadir 40ml del indicador mezclado. Completar el volumen a un litro con agua.
- G) HCl 0,01M estándar.
- H) Solución estándar de  $\text{NH}_4$ , 50mg/l(ppm) N. Disolver 0,236g de  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  (previamente secado a  $105^\circ\text{C}$  por 2 horas), en agua destilada y desionizada y diluir hasta 1000ml. Almacenar la solución en una refrigeradora.

**Procedimiento:****(a) Extracción y determinación de fch.**

1. En el caso que se use muestras del congelador, dejar a temperatura ambiental (con aire acondicionado) por 8-10 minutos no más.
2. Pesar 10g suelo submuestreado usando la técnica de cuadrillas y pasado por un tamiz de 2mm, a una botella de polietileno.

3. Añadir 100ml de KCl 2M y agitar durante una hora. Dejar reposar por 30 minutos, filtrar por un papel Whatman No.42.

**Nota:** Si no es posible analizar el extracto dentro de 24 horas, preservar el filtrado en botellas tapadas y dejar en el refrigerador a 4°C (No más de 15 días).

4. Usando otras submuestras de 10g, determinar el factor de corrección de humedad, secando las muestras de 105°C por un mínimo de 24 horas, hasta llegar a peso constante.

#### (b) Determinación de $\text{NH}_4^+$ y ( $\text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-$ )

1. Pipetear 20ml del extracto a un frasco de destilación de 100ml del equipo de destilación. Añadir 0,2g MgO, pasar el vapor y recoger 30ml del destilado de amonio en un frasco Erlenmeyer conteniendo 5ml de solución ácido bórico - indicador mezclado.
2. Parar el vapor. Titular el destilado contra HCl 0,01M para calcular  $\text{NH}_4^+$  intercambiable; el punto final se alcanza con un cambio de color de verde a rosado.
3. Mientras tanto, colocar otro frasco Erlenmeyer con 5ml de solución ácido bórico - indicador mezclado, añadir 0,2g de "Aleación Devarda" por el brazo lateral del frasco de destilación, cierre de inmediato, pasar el vapor de nuevo y recoger otros 30ml del destilado.
4. Titular este último contra HCl 0,01M para calcular la suma de  $\text{NO}_3^-$  y  $\text{NO}_2^-$  intercambiable.

#### (c) Determinación de $\text{NH}_4^+$ y $\text{NO}_3^-$

Repetir el procedimiento (b), pero antes de añadir el MgO, añadir 1ml de solución ácido sulfámico. Agitar con cuidado por 5 minutos para descomponer el  $\text{NO}_2^-$ . Entonces proceder como lo indicado.

**Nota:** El segundo destilado con "Aleación de Devarda" contiene solamente  $\text{NO}_3^-$

**(d) Determinación de  $\text{NH}_4^+$  +  $\text{NO}_3^-$  +  $\text{NO}_2^-$  (opcional)**

1. Pipetear 20ml de extracto a un frasco de destilación de 100ml del equipo de destilación. Añadir 0,2g MgO + 0,2g "Aleación de Devarda", pasar el vapor y recoger 30ml del destilado de amonio en un frasco Erlenmeyer conteniendo 5ml de solución ácido bórico -indicador mezclado.
2. Titular el destilado con HCl 0,01M para calcular  $\text{NH}_4^+$  +  $\text{NO}_3^-$  +  $\text{NO}_2^-$  intercambiable.

**Cálculo:**

$$\% \text{ N} = \frac{a-b}{s} \times M \times 14 \times \text{fch}$$

en lo cual,

- a = ml HCl 0,01M usado para la titulación
- b = ml HCl 0,01M usado para la titulación del blanco
- s = peso muestra antes de secar
- M = molaridad de HCl.
- 14 =  $14 \times 10^{-3} \times 100 \times 10$
- fch = factor de corrección de humedad

**Notas:**

- 1) Se usa combinaciones de las determinaciones b, c y d a la conveniencia del analista, de acuerdo con las necesidades analíticas.
- 2) Se puede usar el método para "destilar" la muestra de suelo directamente (usando un equipo de destilación grande). Sin embargo hay que tomar en cuenta la interferencia de compuestos orgánicos volátiles en soluciones alcalinas.

**Referencias:**

- NEENEY, D.R. y D.W. NELSON, 1982. *Nitrogen inorganic forms*. In: *Methods of Soil Analysis Part 2. Chemical and Microbiological properties*. Agronomy Monographs No. 9 (2nd Edition) ASA-SSSA: 643 - 658

### **13. INDICE DE LA DISPONIBILIDAD DE NITROGENO POR INCUBACION EN CONDICIONES ANEGADAS**

#### **Principio:**

Entre los índices biológicos de la disponibilidad de nitrógeno en suelos, el método de incubación en condiciones anegadas es la más prometedora y ha dado las mejores correlaciones con la absorción de nitrógeno y rendimiento del cultivo en condiciones aeróbicas, aunque mayormente en ensayos del vivero. Sin embargo, la necesidad de incubar las muestras por 7 días disminuye el valor de este método como un análisis rutinario. En cuanto a su uso en recomendaciones sobre la aplicación de fertilizantes de nitrógeno hay muchos otros factores que influirán el requisito de nitrógeno por los cultivos como el manejo, el potencial de rendimiento del cultivo, el clima estacional, el nitrógeno inorgánico residual en el perfil (especialmente para áreas secas), y la eficacia del fertilizante. No obstante este método puede ser útil en estudios que investigan los cambios con el tiempo de la disponibilidad del nitrógeno en suelos.

Esta metodología involucra la incubación de la muestra en condiciones anegadas en una probeta durante 7 días a una temperatura constante de 40°C. La cantidad de  $\text{NH}_4^+$  - N inicial más la producida por actividad microbológica se determina por destilación directa de la mezcla de suelo-agua en KCl 2M más MgO. La cantidad de  $\text{NH}_4^+$  - N inicial del suelo antes de la incubación se determina por el mismo procedimiento y el nitrógeno mineralizado se calcula de la diferencia de los resultados de estos dos análisis.

#### **Equipos:**

- Micro destiladora con vapor de agua (tipo Markham) para destilar vapor de amonio.
- Frascos de destilación de 250ml de capacidad.
- Tubos de 25 x 115mm con tapas.
- Microbureta de 5ml de capacidad graduada en 0,01ml de intervalos.
- Agitadora magnética.

**Reactivos:**

- A) KCl 4M: Disolver 300g de KCl (grado reactivo) en 800ml de agua destilada y diluir hasta 1 litro.
- B) MgO: Calentar MgO en un horno de mufla en 600-700°C por 2 horas. Enfriar el producto en desecador que contiene KOH (en bolitas) y almacenar en una botella bien tapada.
- C) H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> - solución indicador: Disolver 20g de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> puro en 700ml de agua caliente y transferir la solución enfriada dentro de un frasco volumétrico de un litro de capacidad que contiene 200ml de C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH y 20ml de solución indicador mezclada. La solución indicador se prepara disolviendo 0,300g de bromocresol verde y 0,165g de rojo de metilo en 500ml de C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH. Después de mezclar los contenidos del frasco, añadir aproximadamente NaOH 0,05N en gotas con cuidado hasta que se pueda solamente detectar un cambio en color de rosado a verde claro (pálido) cuando 1ml de solución esté tratado con 1ml de agua. Luego diluir la solución a volumen con agua destilada y mezclar bien.
- D) H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,001 N estándar.

**Procedimiento:****(a) Determinación del contenido de NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N en el suelo después de la incubación:**

1. Echar 12,5 ± 1ml de agua destilada dentro de un tubo de aproximadamente 25 x 115mm y agregar 5,00g de suelo (de peso seco conocido).
2. Tapar el tubo con corcho y colocar en un horno con temperatura constante de 40°C.
3. Después de 7 días, sacar el tubo, mezclar agitando y echar todos los contenidos dentro del frasco de destilación del equipo de Markham. Usar 12-15ml de KCl 4M de una pizeta para facilitar la transferencia.
4. Echar 5ml de ácido bórico - solución indicador a un frasco Erlenmeyer de 150ml de capacidad que está marcado para indicar un volumen de 30ml. Ponga el frasco debajo del condensador de tal manera que el fin del condensador sea debajo de la superficie del H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>.
5. Preparar un testigo en frasco Erlenmeyer conteniendo 5ml de ácido bórico-solución indicador. Agregar agua destilada hasta que llegue al volumen similar que en los frascos titulados.

6. Luego añadir 0,2g hasta 0,3g MgO y lavar dentro del interior del frasco de destilación con un mínimo de agua destilada hasta llegar al fondo del frasco.
7. Inmediatamente empezar la destilación con vapor y ajustar la grampa de desague del vapor para asegurar que el extracto no hierva demasiado violentamente.
8. Cuando el líquido destilado alcance la marca de 30ml en el frasco que recibe el líquido destilado (después de 3-5 minutos), parar la destilación y enjuague el fin del destilador con agua destilada.
9. Titular el  $\text{NH}_4^+$  - N en el líquido destilado con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,001 N usando una micro-bureta y agitadora hasta que el color cambie de verde a un color que corresponde al color azul del testigo. Registrar el valor 'a' de la primera titulación (después de incubar).

**(b) Determinación del  $\text{NH}_4^+$  -N en el suelo antes de la incubación:**

1. Echar 5,00g de otra muestra de suelo (de peso seco conocido) dentro de un tubo que contiene  $12,5 \pm 1$  ml de agua destilada y agitar.
2. Echar los contenidos dentro del frasco de destilación usando 12-15ml de KCl 4M de una pizeta.
3. Seguir los pasos del 4 hasta el 9 y registrar el valor 'b' de la segunda titulación (sin incubar).

**Nota:**

- (a) Siempre use un testigo para la titulación.
- (b) Ponga pumice o cuentas de vidrio dentro del frasco que genera vapor para que hierva suavemente y un poco de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  para atrapar  $\text{NH}_4$  que existe en el agua destilada
- (c) Antes de usar el equipo de destilación generar vapor por 10 minutos para remover rastros de  $\text{NH}_4$  y ajustar la tasa de generación de vapor hasta 7-8ml por minuto. El flujo de agua fría a través del condensador debe ser de tal modo que la temperatura del líquido destilado no exceda de  $22^\circ\text{C}$ .

- (d) Después de terminar una serie de análisis, lavar bien el interior del frasco de Markham.
- (e) No es necesario que se agregue suelo en base a su peso, una medida del volumen puede ser satisfactorio y quizás deseable.

**Cálculo:**

- (i) Contenido de  $\text{NH}_4^+$ -N en el suelo después de la incubación.

$$\text{NH}_4^+ - \text{N}(\text{ppm}) \text{ en suelo} = \frac{a \times M}{s} \times 14 \times 1000 \times \text{fch}$$

en lo cual,

- a = ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  usado para la primera titulación  
 M = molaridad de  $\text{H}_2\text{SO}_4$   
 14 = peso equivalente de N  
 fch = factor de corrección de humedad (ver Sección 4)  
 S = peso de muestra de suelo antes de secar en horno

- (ii) Contenido de  $\text{NH}_4^+$ -N en el suelo antes de la incubación.

$$\text{NH}_4^+ - \text{N}(\text{ppm}) \text{ en suelo} = \frac{b \times M}{s} \times 14 \times 1000 \times \text{fch}$$

en lo cual,

b = ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  usado para la segunda titulación.

- (iii) Contenido de nitrógeno mineralizable del suelo.

$$\text{N mineralizable (ppm)} = \frac{M \times 14 \times 1000 \times \text{fch} \times (a-b)}{s}$$

**Nota:**

Muchos suelos cultivables no contienen cantidades apreciables de  $\text{NH}_4^+\text{-N}$  intercambiable y por lo tanto la segunda titulación puede ser omitida muchas veces sin introducir grandes errores.

---

**Referencias:**

- KEENEY, D.R. 1982. *Nitrogen- Availability Indices* In: Methods of Soil Analysis, Part 2. Chemical and Microbiological Properties - Agronomy Monograph No. 9 (2nd edition). American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA. pages 711-728.



## 14. FOSFORO SOLUBLE EN BICARBONATO DE SODIO. METODO OLSEN MODIFICADO

### Principio:

La muestra está extraída con una solución de bicarbonato de sodio, pH 8,5. Se determina P en el extracto con el método de molibdato de amonio azul, usando ácido ascórbico como agente reductor. El método está bien adaptado para suelos calcáreos, alcalinos o neutrales que contienen fosfatos de calcio, porque el calcio en solución está precipitado como  $\text{CaCO}_3$ ; tal reacción podría incrementar la concentración de P en solución. El procedimiento podría ser usado también para suelos ácidos, porque el efecto amortiguador del bicarbonato va a suprimir la solubilidad de Al y Fe, que podría incrementar la concentración de P.

### Equipos:

- Espectrofotómetro
- Máquina agitadora recíproca

### Reactivos:

- A)  $\text{NaHCO}_3$  0,5M , pH 8,5. solución extractora  
 B)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  4M  
 C)  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  4% , molibdato de amonio.  
 D)  $\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  0,275% (1000mg/l(ppm), Sb), tartrato de potasio antimonio  
 E) ácido ascórbico 1,75% (PREPARE DIARIAMENTE)  
 F) Carbón, Darco G-60, lavado en  $\text{NaHCO}_3$  0,5M  
 G) Reactivo mezclado (PREPARE DIARIAMENTE) Sucesivamente añadir, con un cilindro de medir a una botella de polietileno de 500ml, y mezclar bien después de cada adición:
- 1) 50ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  4M
  - 2) 15ml de solución de molibdato de  $\text{NH}_4$ , 4%
  - 3) 30ml de solución de ácido ascórbico, 1,75%
  - 4) 5ml de solución de tartrato - SbK, 0,275%
  - 5) 200ml de agua

- H) Solución estándar de P 100mg/l(ppm)
- I) Solución estándar de P 4mg/l(ppm). Pipetear 10ml de solución estándar de P 100mg/l (ppm) en un matraz volumétrico de 250ml y hacer volumen con solución extractora.
- (J) Estándares P de trabajo: Pipetear 0, 10, 20, 30, 40 y 50ml de solución estándar P, 4mg /l(ppm), en balones volumétricos de 100ml, y hacer volúmenes con solución extractora NaHCO<sub>3</sub> 0,5M para dar los estándares de trabajo: 0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 y 2,0mg /l(ppm)

### Procedimiento:

1. Pesar 2,5g de muestras de suelo secado al aire, pasado por tamiz de 2mm en vasos de polietileno. Incluye 3 blancos y 2 muestras de referencia para cada lote de análisis. Añadir 50ml de solución extractora y agitar durante 30 minutos en la máquina agitadora recíproca.
2. Filtrar por papel Whatman No.42. Si el extracto está oscuro debido a la materia orgánica, añadir 0,15g (aproximadamente) de carbon al filtro antes de pasar el extracto. El carbón tiene que ser bien lavado con NaHCO<sub>3</sub> 0,5M previamente, por lo menos 3 veces.
3. Tomar alicuotas de 5ml de los extractos blancos y estándares de trabajo. Lentamente añadir 5ml de reactivo mezclado por pipeta (efervescencia de gas CO<sub>2</sub>), y agitar. Dejar reposar por lo menos una hora para el desarrollo máximo de color azul.
4. Medir la absorbancia (o "concentración") a 882 o 720 nm en el espectrofotómetro.

### Cálculo:

$$P \text{ mg/kg(ppm)} = \frac{(a-b)}{s} \times 50 \times fch$$

en lo cual,

- a = mg /l(ppm) P en extracto de muestra
- b = mg /l(ppm) P en blanco
- s = peso muestra en g.
- fch = factor de corrección de humedad

**Nota:** Factor de conversión:  $P_2O_5 = 2,31 P$ .

#### Notas adicionales para la preparación de reactivos

**NaHCO<sub>3</sub> 0,5M, pH 8,5, solución extractora.** Disolver 42g de NaHCO<sub>3</sub> en agua destilada y completar el volumen a un litro. Ajustar el pH a 8,5 añadiendo NaOH 1M (4g/100ml agua). En el caso que pase el pH de 8,5, añadir más 0,5M NaHCO<sub>3</sub>.

**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4M.** Con cuidado y despacio, añadir 56ml de ácido sulfúrico concentrado a aproximadamente 150ml de agua destilada. Dejar enfriar y completar el volumen a 250ml con agua destilada.

**4% (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O.** (solución molibdato de amonio). Disolver 4g de (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O en agua destilada y completar el volumen a 100ml. Conservar en una botella de polietileno.

**0,275% KSbOC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub> 1000mg/l(ppm) Sb.** Disolver 0,275g KSbOC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub> en agua destilada y completar volumen a 100ml.

**Acido ascórbico, 1,75%.** Disolver 1,75g de ácido ascórbico en agua destilada y completar volumen a 100ml. Hay que preparar fresco diariamente.

**Solución estándar de P 100mg/l(ppm).** (Si no hay estándares analíticos preparados en ampollas). Disolver 0,439g de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> en agua destilada en un balón volumétrico y completar el volumen con agua destilada.

---

#### Referencias:

- VAN REEUWIJK, L.P. (ed.) 1987. *Procedures for soil analysis*. Technical Paper No. 9. International Soil Reference and Information Centre (ISRIC). p 14-5 to -7.

## 15. FOSFORO SOLUBLE EN UNA SOLUCION FLUORICO-ACIDO DEBIL. METODO "BRAY Y KURTZ NO.1" (Para suelos con $\text{pH} < 5,4$ )

### Principio:

Se extrae las formas de P fácilmente solubles por una solución débil de  $\text{NH}_4\text{F}$  y  $\text{HCl}$ . Se determina el fosfato en la extracción colorimétricamente con el método de molibdato de amonio azul, con ácido ascórbico como agente reductor.

### Equipos:

- Espectrofotómetro
- Máquina agitadora recíproca
- Centrífuga

### Reactivos:

- A)  $\text{NH}_4\text{F}$  1M
- B)  $\text{HCl}$  0,5M
- C) Solución extractora "Bray No.1",  $\text{NH}_4\text{F}$  0,03M y  $\text{HCl}$  0,025M
- D)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2,5M
- E) Solución de  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  4%, molibdato de amonio
- F) Solución de  $\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  0,275%, tartrato de potasio antimonio
- G) Solución de ácido ascórbico 1,75%. **Debe ser preparada diariamente**
- H) Reactivo mezclado. **Debe ser preparada diariamente** Sucesivamente, añadir con un cilindro de medir los siguientes reactivos a una botella de polietileno de 500ml y mezclar bien después de cada adición:
  - 1) 50ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2,5M
  - 2) 15ml de solución de molibdato de amonio, 4%
  - 3) 30ml de solución de ácido ascórbico, 1,75%
  - 4) 5ml de solución de tartrato -  $\text{SbK}$ , 0,275%
  - 5) 200ml de agua destilada

- I) Solución de  $H_3BO_3$  1%
- J) Solución estándar de P. 100mg /l(ppm).
- K) Solución estándar de P. 12mg/l(ppm). Pipetear 30ml de solución estándar de 100mg /l(ppm) P en un balón volumétrico de 250ml y hacer volumen con solución extractora.
- L) **Estándares P de trabajo:** Pipetear 0, 10, 20, 30, 40 y 50ml de solución estándar de 12mg /l(ppm) P en balones volumétricos de 100ml y completar los volúmenes con la solución extractora para dar los estándares de trabajo 0; 1,2; 2,4; 3,6; 4,8 y 6,0mg /l(ppm) P.

**Procedimiento:**

1. Pesar 2g de muestra de suelo secado al aire, pasado por tamiz de 2mm, en un tubo de centrifuga (de polietileno), con tapa. Incluye 3 blancos y muestra(s) de referencia.
2. Añadir 14ml de solución extractora "Bray No.1" y agitar por un minuto en la agitadora.
3. **Inmediatamente** centrifugar a 3.000 RPM por 4 minutos
4. Tomar alicuotas de 1ml del supernatante

**Nota.** Los procesos de añadir la solución extractora, la agitación, la centrifugación y la toma de la alicuota, no deben pasar de 10 minutos.

5. Añadir 2ml de ácido bórico 1% y 3ml de reactivo mezclado a las alicuotas de las muestras, a las alicuotas de 1ml de los estándares P de trabajo y a los blancos, luego dejar desarrollar el color por 90 minutos.
6. Leer la absorbancia (o concentración directa), a 882 o 720nm, con el espectrofotómetro.

**Cálculo:**

$$P \text{ mg/Kg (ppm)} = \frac{(a-b)}{s} \times 14 \times fch$$

en lo cual,

- a = mg /l(ppm)P en extracto de muestra  
 b = mg /l(ppm)P en el blanco  
 s = peso muestra en g.  
 fch = factor de corrección de humedad

**Factor de conversión:  $P_2O_5 = 2,31 P$**

### Observación:

La solución ácida de molibdato con fósforo, se forma de ácido molibdeno - fósforo que está reducido a molibdeno -fósforo - azul con ácido ascórbico. El antimonio acelera el desarrollo del color azul y lo estabiliza hasta 24 horas. Con este método, no se espera interferencia con Si, aunque ocasionalmente podría tener interferencia si se usa agua desmineralizada en lugar de agua destilada.

### Notas adicionales para la preparación de reactivos

**NH<sub>4</sub>F 1M.** Disolver 3,7g de NH<sub>4</sub>F en agua destilada y completar volumen a 100ml. (Conservar en una botella de polietileno).

**HCl: 0,5M** Diluir 4,3ml de HCl conc. a 100ml con agua destilada.

**Solución extractora "Bray No.1", NH<sub>4</sub>F 0,03M y HCl 0,025M.** Añadir 15ml NH<sub>4</sub>F 1M y 25ml de HCl 0,5M a 460ml de agua destilada. (Esta solución podría ser conservada en vidrio por más de un año).

**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2,5M.** Despacio, añadir 35ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc. a aproximadamente 150ml de agua destilada, agitando constantemente. Dejar enfriar y completar volumen a 250ml con agua destilada.

**Solución de (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O 4%.** Ver "Método Olsen".

**Solución de K<sub>2</sub>SbO<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub> 0,275%.** Ver "Método Olsen"

**Solución de ácido ascórbico 1,75%.** Ver "Método Olsen".

---

**Referencias:**

- BRAY, R.H. and KURTZ, L.T. 1945. *Determination of total organic and available phosphorus* in soils. *Soil Science*.59: 39-45.
- VAN REEUWIK, L.P. (ed.) 1987. *Procedures for soil analysis*. ISRIC. Technical Paper No.9. 2nd Ed: 14,1 -14,4.

## 16. AZUFRE DISPONIBLE

### Principio:

Se usa soluciones extractoras para obtener índices de azufre disponible para el crecimiento de cultivos. Se determina el  $\text{SO}_4\text{-S}$  extraído por turbimetría.

**Método 1:** Extracción con  $0,008\text{M Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (fosfato de calcio)

**Método 2:** Extracción con  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (dihidrógeno fosfato de potasio),  $500\text{mg/L}$

### Equipos:

- Espectrofotómetro
- Máquina agitadora recíproca

### Reactivos:

- Solución extractora de  $0.008\text{M Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . (fosfato de calcio)
- $25\% \text{ V/V HNO}_3$
- Solución ácido acético - ácido fosfórico, 3:1, V/V.
- Solución gelatina: Disolver  $0,3\text{g}$  de gelatina (Difco Bacto Gelatin), en  $100\text{ml}$  de agua caliente ( $60\text{-}70^\circ\text{C}$ ), y enfriar la solución a  $4^\circ\text{C}$ .
- Reactivo gelatina - cloruro de bario: Disolver  $0,3\text{g}$  de gelatina (Difco Bacto Gelatin), en  $100\text{ml}$  de agua caliente ( $60\text{-}70^\circ\text{C}$ ). Después de 4 horas llevar el fluido semigelatinoso a la temperatura ambiente y agregar  $18\text{g}$  de cloruro de bario ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), y agitar la mezcla hasta que el cloruro de bario esté disuelto. Entonces, agregar  $1\text{ml}$  de la solución de  $300\text{mg/l}(\text{ppm})\text{S}$ , agitar y llevar la solución a la nevera a  $4^\circ\text{C}$  por 16 horas.

**Nota:** La solución debe estar a la temperatura ambiente por lo menos 2 horas antes de usarla.

- Estándar de S,  $1000\text{mg/l}(\text{ppm})$
- Estándar de S de 75, 150, 300, 400, 600 y  $750\text{mg/l}(\text{ppm})$ .
- Estándares de trabajo de S de 0, 3, 6, 12, 15, 18, 24 y  $30\text{mg/l}(\text{ppm})$
- Solución "semilla" de  $15\text{mg/l}(\text{ppm})\text{S}$ .



J) (Opcional con "D"). Solución Tween-80

K) (Opcional con "E"). Reactivo Tween-80 - cloruro de bario.

L) Reactivo alternativo para Método 2: Solución extractora  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , 500mg/l(ppm)P en lugar de la solución extractora 0,008M  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

### Procedimiento:

#### Método 1, extracción con 0,008M $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

1. Pesar 10g suelo secado al aire y pasado por un tamiz de 2mm en una botella de polietileno de 100ml. Añadir 50ml de la solución extractora y agitar durante 30 minutos en la máquina agitadora.
2. Centrifugar y filtrar usando un papel filtro Whatman No.42. Determinar  $\text{SO}_4\text{-S}$  por uno de los siguientes procedimientos:

#### Opción (a). Método Gelatina Cloruro de bario

- (i) Tomar 10ml de los filtrados y 10ml de las soluciones estándares de trabajo de 0,3,6,12, 15, 18, 24 y 30mg/l(ppm)S.
- (ii) Agregar 2,5ml de ácido nítrico 25% y mezclar bien.
- (iii) Añadir 2ml de la mezcla ácido acético-fosfórico, y agitar la muestra hasta que esté completamente homogénea.
- (iv) Agregar 4,5ml de la solución semilla de 15mg/l(ppm)S, y mezclar bien.
- (v) Agregar 1ml del reactivo gelatina-cloruro de bario y agitar hasta que la muestra esté bien homogénea.
- (vi) En el caso de extractos coloridos, repetir los pasos (i) a (iv) con un otro juego de los extractos de suelos, y después agregar 1ml de la solución gelatina (sin cloruro de bario).
- (vii) Dejar en reposo por 70 minutos, luego agitar y leer a los 10 minutos, el porcentaje de transmitancia en el espectrofotómetro a 420nm.

**Nota:**

Se puede leer la turbidez también por absorbancia. Si la curva es casi recta, ésta permitirá la lectura directa de la concentración de S en suelos.

**Opción (b). Método Tween-80 Cloruro de bario**

Se sigue las mismas instrucciones como para la opción(a), reemplazando el reactivo gelatina - cloruro de bario por Tween-80 - cloruro de bario, y la solución gelatina por la solución Tween-80, (sin cloruro de bario).

**Método 2. Extracción con  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , 500mg/l(ppm),P**

Se prosigue como para el Método 1, pero usando la solución extractora de  $\text{KH}_2\text{OP}_4$ , (500mg/l(ppm),P), en lugar de la solución extractora de 0.008M  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Este método tiene la desventaja que los extractos de suelos son más propensos a ser coloridos si tienen altos contenidos de materia orgánica.

**Cálculo:**

$$\text{Smg/Kg(ppm) en suelo} = \frac{((a-b) \times 50 \times \text{mcl})}{s} - \frac{((c-b) \times 50 \times \text{fch})}{s}$$

en lo cual,

- a = mg/l (ppm) lectura S en extracto tratado con  $\text{BaCl}_2$  (Gelatina o Tween-80 con cloruro de bario)
- b = mg/l (ppm) lectura S en el blanco
- c = mg/l (ppm) lectura S en extracto no tratado con  $\text{BaCl}_2$  (Gelatina o Tween-80 sin cloruro de bario)
- s = peso muestra en g.
- 50 = volumen de la solución extractora en ml.
- fch = factor de corrección de humedad

**Notas adicionales para la preparación de reactivos.**

**0.008M  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (fosfato de calcio).** Disolver 2,02g de  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  en un litro de agua.

**K H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> , 500mg/l(ppm)P.** Disolver 2,197g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> en un litro de agua.

**Solución Tween-80.** Disolver 50ml Tween-80 en agua y completar el volumen a 500ml

**Solución Tween-80 - cloruro de bario.** Disolver 18g BaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O en agua, añadir 10ml Tween-80 y completar el volumen a 100ml (calentar suavemente para disolver el Tween-80). Entonces agregar 1ml de la solución de 300mg/l(ppm)S, agitar bien y guardar 24 horas antes de usar.

**Solución de ácido nítrico al 25% V/V.** Mezclar 25ml de ácido nítrico conc. y 75ml agua.

**Solución de ácido acético - ácido fosfórico.** mezclar 300ml de ácido acético con 100ml de ácido fosfórico.

Estándares de S.

**1000mg/l(ppm)S.** Disolver 5,434g de sulfato de potasio K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, en agua en un balón volumétrico de un litro y completar el volumen con agua.

**Estándares de 0, 75, 150, 300, 450, 600 y 750 mg/l(ppm)S.** Pipetear 0, 7,5, 15, 30, 45, 60 y 75ml del estándar 1000mg/l(ppm)S en balones volumétricos de 100ml y completar los volúmenes con agua.

**Estándares de trabajo.** Pipetear 2ml de los estándares de 0, 75, 150, 300, 450, 600 y 750mg/l(ppm)S en balones volumétricos de 50ml y completar los volúmenes con la solución extractora para obtener los estándares 0, 3, 6, 12, 18, 24 y 30mg/l(ppm)S, respectivamente.

---

## Referencias:

- BARDSLEY, C.E. and J.D. LANCASTER. 1960. *Determination of reserve sulfur and soluble sulfates in soil.* Soil Sci.Soc.Am.Proc.24:265-268.
- FOX, R.L., R.A. OLSEN and H.F. ROADES.1966. *Evaluating the sulfur status of soils by plant and soil tests.* Soil Sci.Soc.Amer.Proc.28: 243-246.

NES, P. 1979. *Routine measurement of total sulphur in biological material*. N.Z. Journal of Science, 22:269-72.

TABATABAI, M.A. 1976..*Determination of sulfate in water samples*. Sulfur Institute Journal 10:11-13.

## 17. Ca, Mg, K, Na, Mn Y Fe INTERCAMBIABLES Y PARAMETROS DERIVADOS

### Principio:

- 1) Se hace una extracción de la muestra de suelo con acetato de amonio 1M, pH 7,0 y medir los cationes "intercambiables" en la solución extractora. **Ver sección 19 para calcular el CIC efectivo para suelos ácidos. Ver también Sección 20 para un método alternativo para suelos ácidos incluyendo la determinación de aniones intercambiables.**
- 2) En el caso de suelos con cationes solubles (C.E. > 400 uS/cm, 1:5 suelo-agua), se hace una extracción adicional con agua. La diferencia entre una catión extraído con acetato de amonio y/o con agua dá el intercambiable.
- 3) En el caso de suelos con carbonatos y/o yeso libre, se hace una extracción adicional con Na<sub>4</sub>EDTA en etanol (V/V 50% etanol), en la cual la disolución de calcita (CaCO<sub>3</sub>) y/o yeso (CaSO<sub>4</sub>) es mínimo, para determinar el Ca y Mg intercambiable.

**Nota:** Para calcular el CIC de estos suelos, se suma Ca + Mg + Na + K intercambiable, porque normalmente el complejo de adsorción sólo contiene estos cationes.

- 4) En el caso de suelos con cationes solubles y con carbonatos libres, se hacen 2 extracciones adicionales: (a) la extracción con agua para determinar cationes solubles y (b) la extracción con Na<sub>4</sub>EDTA en etanol para determinar Ca y Mg intercambiable.

**Nota:** Para calcular el CIC de estos suelos, se suma Ca + Mg + Na + K intercambiable.

**Equipos:**

- Máquina batidora múltiple.
- Fotómetro de llama.
- Espectrofotómetro de absorción atómica, AAS.
- Diluidora de soluciones, automáticas y manuales.
- Agitadora recíproca.
- Centrífuga.

**Reactivos:**

- A)  $\text{NH}_4\text{OAc}$  1M, pH 7,0. solución extractora.
- B) Solución La de 10% (Cloruro de Lantano)
- C) Solución La de 1% en agua y  $\text{NH}_4\text{OAc}$  1M
- D) Solución La de 0,5%, en agua y  $\text{NH}_4\text{OAc}$  0,5M
- E) Solución estándar de Ca 1000mg/l(ppm)
- F) Solución estándar de Mg 1000mg/l(ppm)
- G) Solución estándar de K 1000mg/l(ppm)
- H) Solución estándar de Na 1000mg/l(ppm)
- I) Solución estándar de Mn 1000mg/l(ppm)
- J) Solución estándar de Fe 1000mg/l(ppm)
- K) Soluciones estándares de trabajo de Ca, Mg, K, Na, Mn, y Fe (ver texto para su preparación)
- L) EDTA-ácido,  $\text{H}_4\text{EDTA}$
- M) NaOH
- N)  $\text{Na}_4\text{EDTA}$  0,5M
- O) Etanol, 96% (AR)
- P) Solución mezclada de cesio/aluminio, Cs 2% y Al 3,6%.

**Procedimiento:****1) Cationes intercambiables y Fe.**

- (i) Extracción: Pesar 2,5g de suelo secado al aire (35-40°C), pasado por un tamiz de 2mm, en un vaso de extracción de la máquina batidora múltiple. Agregar 50ml de solución extractora de  $\text{NH}_4\text{OAc}$  1M, pH 7,0 y agitar por 30 minutos. Dejar reposar por la noche.
- (ii) Determinar: Ca, Mg, K, Na, Mn y Fe en el supernatante.

**A) Ca y Mg intercambiables.**

- a) Diluir el estándar de Ca 1000mg/l(ppm) a Ca 500mg/l(ppm): pipetear 100ml en un balón volumétrico de 200ml y completar el volumen con agua.
- b) Diluir el estándar de Mg 1000mg/l(ppm) a Mg 50mg/l(ppm): pipetear 25ml a un balón volumétrico de 500ml y completar el volumen con agua.
- c) Pipetear una serie de 0, 5, 10, 15, 20 y 25ml de los estándares de Ca 500mg/l(ppm) y Mg 50mg/l(ppm) respectivamente en balones volumétricos de 250ml. Añadir 125ml solución La de 1% en  $\text{NH}_4\text{OAc}$  1M y completar los volúmenes con agua, para obtener estándares de trabajo mezclados de 0, 10, 20, 30, 40 y 50mg/l(ppm)Ca y 1, 2, 3, 4, y 5mg/l(ppm) Mg.
- d) Para medir Ca y Mg: Pipetear 2ml del extracto y 2ml de solución La 1% (una proporción de 1:1), la última para evitar interferencia de otros iones en la determinación de Ca y Mg por el espectrofotómetro de absorción atómica AAS), y leer las concentraciones de Ca y Mg por AAS, usando las bandas 422,7 y 285,2 nm respectivamente. Si los valores pasaron los rangos de los estándares, diluir de nuevo 1:1 con una solución de La, 0,5% en  $\text{NH}_4\text{OAc}$  0,5M.

**B) K y Na intercambiables**

- a) Diluir los estándares de K 1000mg //ppm) y Na 1000mg/l(ppm)a 200mg //ppm). Pipetear 50ml de ambos estándares en un balón volumétrico de 250ml y completar volumen con  $\text{NH}_4\text{OAc}$  1M.
- b) De los estándares mezclados de 200mg/l(ppm)K y Na, pipetear 0, 5, 10, 15 y 20ml en balones volumétricos de 200ml respectivamente, y completar los volúmenes con  $\text{NH}_4\text{OAc}$ 1M para obtener estándares de trabajo mezclados de 0, 5, 10, 15, y 20mg //ppm), K y Na.
- c) Leer las concentraciones de K y Na en el extracto directamente usando el fotómetro de llama.

**Nota:** Si se usa el espectrofotómetro de absorción atómica modo emisión FES, para leer Na y K diluir 1ml del extracto con 9ml de solución Cs 0,11% para evitar interferencia por otros iones.

Usar estándares mezclados de K y Na de 0; 2,5; 5,0; 7,5 y 10mg/l(ppm) K y Na, preparado en la siguiente manera: pipetear 0, 2,5, 5,0 7,5 y 10ml de los estándares mezclados de 200mg/l(ppm); de K y Na en balones volumétricos de 200ml respectivamente, añadir 10ml de la solución bloqueadora de Cs 2% y completar los volúmenes con agua para obtener estándares de trabajo mezclados de 0; 2,5; 5,0; 7,5 y 10mg/l(ppm) K y Na.

### C) Mn intercambiable

- Diluir el estándar de Mn 1000mg/l(ppm) a 100mg/l(ppm): pipetear 20ml en un balón volumétrico de 200ml y completar el volumen con  $\text{NH}_4\text{OAc}$  1M.
- Pipetear 0, 1, 2, 4, 6 y 8ml de Mn 100mg/l(ppm) en balones volumétricos de 100ml y completar volúmenes con  $\text{NH}_4\text{OAc}$  1M para obtener estándares de trabajo de 0, 1, 2, 4, 6 y 8mg/l(ppm) Mn, corresponden a 0; 0,018; 0,036; 0,072; 0,109 y 0,146 mol x 1/2  $\text{Mn}^{2+}$ /l, (me /l de Mn).
- Leer concentraciones de Mn en el extracto directamente con el AAS.

### D) Fe, extracción con $\text{NH}_4\text{OAc}$ 1M

- Diluir el estándar de Fe 1000mg/l(ppm) a 100mg/l(ppm): pipetear 10ml en un balón volumétrico de 100ml y completar el volumen con  $\text{NH}_4\text{OAc}$  1M.
- Pipetear 0, 1, 2, 4, 8 y 16ml de 100mg/l(ppm) Fe en balones volumétricos de 100ml y completar volúmenes con  $\text{NH}_4\text{OAc}$  1M para obtener estándares de trabajo de 0, 1, 2, 4, 8 y 16mg/l(ppm) Fe que corresponden a 0; 0,018; 0,036; 0,072; 0,143 y 0,286 mmol x 1/2  $\text{Fe}^{2+}$ /l (me /l Fe)
- Leer concentraciones de Fe en el extracto directamente con el AAS.



**Cálculos:**

**Ca intercambiable:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 50 \times 2 \times \text{fch} \times d}{s \times 10 \times 20,04} \\ (\text{me}/100\text{g suelo}) &= \frac{(a-b) \times 0,499 \times \text{fch} \times d}{s} \end{aligned}$$

**Mg intercambiable:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 50 \times 2 \times \text{fch} \times d}{s \times 10 \times 12,15} \\ &= \frac{(a-b) \times 0,823 \times \text{fch} \times d}{s} \end{aligned}$$

**K intercambiable:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 50 \times \text{fch} \times d}{s \times 10 \times 39,10} \\ &= \frac{(a-b) \times 0,128 \times \text{fch} \times d}{s} \end{aligned}$$

**Na intercambiable:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 50 \times \text{fch} \times d}{s \times 10 \times 23,00} \\ &= \frac{(a-b) \times 0,217 \times \text{fch} \times d}{s} \end{aligned}$$

**Mn intercambiable:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 50 \times \text{fch} \times d}{s \times 10 \times 27,47} \\ &= \frac{(a-b) \times 0,182 \times \text{fch} \times d}{s} \end{aligned}$$

**Fe intercambiable:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 50 \times \text{fch} \times d}{s \times 10 \times 27,925} \\ &= \frac{(a-b) \times 0,179 \times \text{fch} \times d}{s} \end{aligned}$$

en lo cual,

- a = mg /l (ppm), Ca, Mg, K, Na, Mn ó Fe en el extracto diluído
- b = mg /l (ppm), Ca, Mg, K, Na, Mn ó Fe en el blanco
- s = peso muestra de suelo secado al aire
- fch = factor de corrección de humedad
- d = factor de dilución, en caso que se hagan diluciones adicionales.(por ejemplo: Si se hace una dilución adicional 1:1, d=2)

**2) Cationes Solubles**

- (1) **La extracción:** Pesar 10g de suelo secado al aire (35-40°C) y tamizado a 2mm, en una botella de polietileno de 100ml; agregar 50ml de agua y agitar durante 2 horas en la máquina agitadora recíproca a 180 batidas por minuto.
- (2) Agregar 0,1g de "superfloc" (aprox.) y agitar por 5 minutos más. Dejar reposar por la noche y sacar aproximadamente 20ml de solución decantada.
- (3) Leer Ca, Mg, K, Na, Mn y Fe, usando la solución decantada, como está escrito en el método de cationes intercambiables. Se podría usar los mismos estándares de trabajo, pero las soluciones diluídas con agua.

**Cálculos:****Ca soluble:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 50 \times 2 \times \text{fch} \times d}{s \times 10 \times 20,04} \\ (\text{me}/100\text{g suelo}) &= \frac{(a-b) \times 0,499 \times \text{fch} \times d}{s} \end{aligned}$$

**Mg soluble:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 50 \times 2 \times \text{fch} \times d}{s \times 10 \times 12,15} \\ &= \frac{(a-b) \times 0,823 \times \text{fch} \times d}{s} \end{aligned}$$

**K soluble:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 50 \times \text{fch} \times d}{s \times 10 \times 39,10} \\ &= \frac{(a-b) \times 0,128 \times \text{fch} \times d}{s} \end{aligned}$$

**Na soluble:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 50 \times \text{fch} \times d}{s \times 10 \times 23,00} \\ &= \frac{(a-b) \times 0,217 \times \text{fch} \times d}{s} \end{aligned}$$

**Mn soluble:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 50 \times \text{fch} \times d}{s \times 10 \times 27,47} \\ &= \frac{(a-b) \times 0,182 \times \text{fch} \times d}{s} \end{aligned}$$

**Fe soluble:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 50 \times \text{fch} \times d}{s \times 10 \times 27,925} \\ &= \frac{(a-b) \times 0,179 \times \text{fch} \times d}{s} \end{aligned}$$

en lo cual,

- a = mg /l (ppm), Ca, Mg, K, Na, Mn o Fe en el extracto diluído
- b = mg /l (ppm), Ca, Mg, K, Na, Mn o Fe en el blanco
- s = peso muestra de suelo secado al aire
- fch = factor de corrección de humedad
- d = factor de dilución, en caso que se hagan diluciones adicionales.  
(por ejemplo: Si se hace una diluición adicional 1:1, d=2)

### 3) Ca y Mg intercambiables en suelos calcareos y o yesíferos

- 1) **La extracción.** Pesar 1g de suelo secado al aire (35-40°C) y tamizado a 2mm, en un tubo de centrífuga polietileno de 15ml. Agregar 1,0ml de etanol (96% A.R.), y después 0,75ml de Na<sub>4</sub>EDTA 0,5M + (0,25 - (0,01 x % humedad de suelo)) H<sub>2</sub>O, usando una bureta. Cierre el tapón del tubo y mezclarlo suavemente usando la mezcladora "vortex". Vuelva a mezclar cada 15 minutos durante una hora y después centrifugar por 15 minutos.
- 2) Pipetear 1ml del supernatante a un frasco volumétrico de 50ml y completar el volumen con H<sub>2</sub>O.
- 3) Pipetear 1ml de esta solución y diluirla con 4ml H<sub>2</sub>O y 5ml de solución de LaCl<sub>3</sub>, 2% (m/v) y mezclar. Leer las concentraciones de Ca y Mg en el AAS usando las bandas 422,7 y 285,2 respectivamente. Si los valores pasaron los rangos de los estándares (preparados con agua, con las mismas concentraciones como para Ca y Mg intercambiables) diluir esta solución de nuevo 1:1 con la solución de 2% LaCl<sub>3</sub>.

**Cálculos:****Ca intercambiable:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 2 \times 50 \times 10 \times d}{10 \times 20,04 \times s} \\ (\text{me}/100\text{g suelo}) &= \frac{(a-b) \times 4,99 \times d}{s} \end{aligned}$$

**Mg intercambiable:**

$$\begin{aligned} \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ suelo} &= \frac{(a-b) \times 2 \times 50 \times 10 \times d}{10 \times 12,15 \times s} \\ &= \frac{(a-b) \times 8,23 \times d}{s} \end{aligned}$$

en lo cual,

- a = mg //(ppm), Ca o Mg en el extracto diluído
- b = mg //(ppm), Ca o Mg en el blanco
- s = peso muestra secado al aire
- fch = factor de corrección de humedad
- d = factor de dilución, en caso de que se hagan diluciones adicionales

**Nota:**

- 1) Aunque teóricamente la solución extractora, que contiene 50% etanol, no debe solubilizar Ca y Mg, en la práctica se han encontrado que el Ca y Mg intercambiable de suelos calcareos y/o yesíferos, podrían ser afectados por el tiempo y lugar de la extracción. Así, los valores de Ca y Mg intercambiables tienen que ser considerados como aproximados.
- 2) En caso de que los suelos tengan Ca ó Mg solubles, hay que sustraer estos valores de los valores de Ca y/o Mg "intercambiables"

**Parámetros Derivados:**

$$\begin{aligned} \text{\% saturación de bases, \%SB} &= \frac{(\text{Ca} + \text{Mg} + \text{K} + \text{Na})}{\text{CIC}} \times 100 \\ \text{\% sodio intercambiable, PSI.} &= \frac{\text{Na intercambiable}}{\text{CIC}} \times 100 \\ \text{Relación de absorción de sodio, RAS} &= \frac{\text{Na}}{(1/2 (\text{Ca} + \text{Mg}))^{1/2}} \end{aligned}$$

en lo cual,

Na, Ca y Mg son solubles  $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$  (me/100g)suelo

2 = factor de conversión:

$(\text{mmol}_c \text{ kg}^{-1}(\text{me/l}) \text{ extracto } 1:5 = 2 \times \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} (\text{me}/100\text{g}) \text{ suelo})$

**Notas:**

1) Para convertir  $\text{mg/l}(\text{ppm})$  catión en solución a  $\text{mmol}_c \text{ l}^{-1}(\text{me/l})$ :

$\text{mg/l}(\text{ppm}) \text{ catión en solución} = \text{mmol}_c \text{ l}^{-1}(\text{me/l}) \times \text{peso equiv. del catión}$

2) Para convertir  $\text{mg/kg}(\text{ppm})$  catión en suelo a  $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}(\text{me}/100\text{g})$  suelo:

$\text{mg/kg}(\text{ppm}) \text{ catión en suelo} = \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}(\text{me}/100\text{g})\text{suelo} \times \text{peso equiv.} \times 10.$

3) Relación de medidas:

$$\begin{aligned} \text{me}/100\text{g} &= \text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} \\ \text{me}/1000\text{g} &= \text{mmol}_c \text{ kg}^{-1} \\ \text{ó } 1000 \text{ equiv.}/100\text{g} &= \frac{1}{100} \text{ mols carga}/1000\text{g} \\ 1000 \text{ equiv.}/1000\text{g} &= \frac{1}{1000} \text{ mols carga}/1000\text{g} \end{aligned}$$

## 4) Pesos equivalentes:

Ca	=	20,04
Mg	=	12,10
K	=	39,04
Na	=	23,00
Mn	=	27,47
Fe	=	27,925
Al	=	8,99

**Notas adicionales para la preparación de reactivos****NH<sub>4</sub>OAc 1M, pH 7,0, (Solución extractora):**

Disolver 385g de NH<sub>4</sub>OAc (acetato de amonio) en agua y completar el volumen a 5 litros. Ajustar el pH a 7,0 con NH<sub>4</sub>OH o ácido acético.

**Solución de La 5000 mg/l(ppm) :**

Diluir 500ml de solución La 1% con 500ml de NH<sub>4</sub>OAc 1M en un balón volumétrico de un litro.

**Nota.** Para la determinación de sales solubles, se hace la dilución con agua

**Solución estándar de Ca 1000mg /l(ppm):**

- Secar (aprox.) 5g CaCO<sub>3</sub> (A.R) a 120°C por una hora.
- Pesar 2,497g CaCO<sub>3</sub> (secado). Colocarlo en un balón volumétrico de un litro, disolver en un poco de ácido clorhídrico HCl (1:1), dilúyase a 400ml con agua, hervir para botar afuera el CO<sub>2</sub>(gas), enfriar y diluir hasta un litro.

**Solución estándar de Mg 1000mg /l(ppm):**

- Pesar 10,138g MgSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O (AR). Colocarlo en un balón volumétrico de un litro, disolverlo en aproximadamente 100ml de agua conteniendo 2ml de 1:19 ácido sulfúrico y dilúyase en un litro con agua, ó

- b) Pesar 1,000g Mg(metal) y disolverlo en un volumen mínimo de 1:1 HCl en un balón volumétrico de un litro. Dilúyase a un litro con 1% (V/V)HCl.

**Solución estándar de K 1000 mg /l(ppm) :**

- a) Secar 5g KCl por 2 horas a 105°C
- b) Pesar 1,907g KCl (secado). Colocarlo en un balón volumétrico de un litro, disolverlo en 50ml de agua y dilúyase en un un litro con agua

**Solución estándar de Na 1000mg /l(ppm):**

- a) Secar NaCl (A.R.) por 2 horas a 105°C.
- b) Pesar 2,542g de NaCl (secado). Colocarlo en un balón volumétrico de un litro, disolverlo en 50ml de agua y completar el volumen con agua.

**Solución estándar de Mn 1000 mg /l(ppm):**

- a) Pesar 1,000g de metal de Mn, colocarlo en un balón volumétrico de un litro, añadir un volumen mínimo de HNO<sub>3</sub> 1:1 para disolverlo y diluir hasta un litro con HCl 1% (V/V) ,6
- b) Pesar 2,877g KMnO<sub>4</sub>. Colocarlo en un balón volumétrico de un litro, disolverlo en agua y completar el volumen.

**Solución estándar de Fe 1000 mg /l(ppm):**

- a) Disolver 1,000g de alambre de Fe en 50ml de HNO<sub>3</sub> 1:1. Diluir en un litro con agua.

**Solución cesio/aluminio Cs 2% y Al 3,6%** (Bloqueador para determinaciones de K y Na usando el espectrofotómetro de absorción atómica, fase FES, emisión).

- a) Disolver 25g CsCl y 500g Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>. 9H<sub>2</sub>O en agua y diluir hasta un litro con agua.



**Solución cesio/aluminio 0,2% Cs:**

- a) Diluir 100ml de la solución de 2% Cs en un litro con agua.

**Solución cesio/aluminio 0,11% Cs:**

- a) Diluir 55ml de la solución de 2% Cs a un litro con agua.

---

**Referencias:**

- USDA, Soil Conservation Service. 1972, revised edition 1982. *Soil survey laboratory methods and procedures for collecting soil samples*. Soil Survey Investigations Report No.1.
- VAN REEUWIJK, L.P. (ed). 1987. *Procedures for soil analysis*. Technical Paper No. 9. International Soil Reference and Information Centre, Wageningen p.9-1 to 9-10.
- BEGHEYN, L.TH. 1981. *A rapid method to determine cation exchange capacity and exchangeable ions in calcareous, gypsiferous, saline and sodic soils*. Commun.in Soil Sci. Plant. Anal. 18(a), 911-932.

## 18. ANIONES SOLUBLES

Se usa el mismo extracto para los cationes solubles que para determinar carbonato, bicarbonato, cloruro y sulfato.

### 1) Carbonato y bicarbonato (alcalinidad)

#### Principio:

Carbonato y bicarbonato están determinados por titulación con HCl a pH 8,4 y 4,4 respectivamente.

#### Reactivos:

- A) HCl 0,02M
- B) fenolftaleína 0,1% en etanol 96%
- C) anaranjado de metilo 0,1% en etanol 96%

#### Procedimiento:

- a) Pipetear una alícuota de 2, 5 ó 10ml del extracto. Si la C.E. < 1mS/cm, use 10ml, si la C.E. 1-10mS/cm, use 5ml y si la C.E. > 10mS/cm, use 2ml.
- b) Añadir 3 gotas del indicador fenolftaleína de 0,1% y titular con HCl 0,02M hasta que se pierda el color.
- c) Añadir 3 gotas del indicador anaranjado de metilo y titular con HCl 0,02M hasta el cambio de color.

#### Cálculo:

$$\begin{aligned} \text{CO}_3, \text{ cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ (me/100g) suelo} &= \frac{2V \times M \times 150 \times 100 \times fch}{a \times s} \\ &= \frac{V \times M \times 3 \times 10^4 \times fch}{a \times s} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{HCO}_3, \text{ cmolc kg}^{-1} (\text{me}/100\text{g})\text{suelo} &= \frac{(T-2V-b) \times M \times 150 \times 100 \times \text{fch}}{a \times s} \\ &= \frac{(T-2V-b) \times M \times 1,5 \times 10^4 \times \text{fch}}{a \times s} \end{aligned}$$

en lo cual,

s	=	peso muestra de suelo en gramos
fch	=	factor de corrección de humedad
V	=	ml HCl usado en la titulación a pH 8,4 con fenolftaleina
M	=	molaridad de HCl
a	=	alícuota de extracto en ml
T	=	ml HCl en total usada para titular hasta pH 4,4 con anaranjado de metilo.
b	=	a x ml HCl usada para titular un blanco hasta pH 4,4 (anaranjado de metilo)

## 2) Cloruro

### Principio:

Titulación de cloruro con  $\text{AgNO}_3$  usando solución de dicromato de potasio  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  como indicador.

### Reactivos:

- A)  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  1%  
 B)  $\text{AgNO}_3$  0,02M

### Procedimiento:

- a) Pipetear una alícuota de 5 a 20ml del extracto a un vaso de porcelana blanco. Añadir 1 a 2ml de solución de dicromato de potasio 1%, y titular con  $\text{AgNO}_3$  0,02M, hasta que todo el  $\text{Cl}^-$  esté precipitado. Este es el punto cuando el color débil rojizo de cromato de plata persiste.

### Cálculo:

$$\text{Cl}, \text{ cmol}_c \text{ kg}^{-1} (\text{me}/100\text{g}) \text{ suelo} = \frac{A \times 10}{B}$$

en lo cual,

A = ml de  $\text{AgNO}_3$  0,02M usado

B = ml de alicuota

### 3) Sulfatos

#### Principio:

Usar el mismo procedimiento como para determinar sulfatos en suelos o plantas. (Ver sección 16), en una alicuota del extracto de 5ml.

#### Cálculo:

$\text{SO}_4$ ,  $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$  (me/100g)suelo

$$= \frac{a \times 150 \times 1 \times 100 \times \text{fch}}{100 \times 48 \times s}$$

$$= \frac{a \times 0,625 \times \text{fch}}{s}$$

en lo cual,

a = mg/L (ppm)  $\text{SO}_4$  en extracto  
 s = peso muestra de suelo en gramos  
 fch = factor de corrección de humedad

---

#### Referencias:

USDA, 1967. *Land classification techniques and Standards*, Series 510. USDA, Washington, USA. Sección 517.9.

## 19 ACIDEZ INTERCAMBIABLE Y ALUMINIO POR TITULACION. CIC EFECTIVO DERIVADO PARA SUELOS ACIDOS

### Principio:

La muestra de suelo está extraída con una solución de cloruro de potasio. Se determina la acidez de la solución resultante por titulación. **También se podría estimar el Al intercambiable en esta solución, por titulación o directamente.** Generalmente no se hacen análisis para Al si el pH-H<sub>2</sub>O es mayor que 5,5.

### Equipo:

- Máquina batidora múltiple

### Reactivos:

- A) KCl 1M
- B) NaOH 0,05M
- C) KCl 0,05M
- D) Solución NaF. Disolver 40g NaF en un litro de agua.
- E) fenolftaleína 0,1% (disolver 0,1g fenolftaleína en 100g de alcohol etílico de 95%).

### Procedimiento:

#### A) Acidez Intercambiable

- (1) Pesar 5,00g de suelo secado en aire, pasado por tamiz de 2mm (precisión de 0,01g) y colocar en el vaso plástico de extracción de la máquina batidora múltiple. Añadir 100ml de KCl 1M y agitar por 60 minutos. Dejar reposar durante la noche.
- (2) Al día siguiente, sacar una alícuota de 40ml de la supernatante, y titular con NaOH 0,05M usando 1 ó 2 gotas de fenolftaleína, hasta que el color cambie a rosado permanente. (En la práctica, esperar un minuto).

**Nota:** La pérdida de color podría ser causada por la precipitación de hidróxidos de Al. Esto se regula añadiendo otra gota de fenolftaleína.

**Cálculo:**

Acidez Intercambiable;

$$\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} (\text{me}/100\text{g})\text{suelo} = \frac{(a-b) \times M \times 2,5 \times 100 \times \text{fch}}{s}$$

en lo cual,

a	=	ml NaOH usado para extracto de suelo
b	=	ml NaOH usado para el blanco
M	=	molaridad de solución NaOH
s	=	peso muestra de suelo
2,5	=	factor de alicuota
fch	=	factor de corrección de humedad

**B) Al Intercambiable (Suelos con pH-H<sub>2</sub>O < 5.5)**

- 1) Terminada la titulación para la acidez intercambiable, añadir una gota de HCl 0,05M al extracto, para quitar el color, y añadir 20ml de solución de NaF. Añadir 1 a 2 gotas de fenolftaleína y titular con HCl 0,05M

**Cálculo:**

**Al Intercambiable,**

$$\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1} (\text{me}/100\text{g})\text{suelo} = \frac{(a-b) \times M \times 2,5 \times 100 \times \text{fch}}{s}$$

en lo cual,

a	=	ml HCl usado para extracto de suelo
b	=	ml HCl usado para el blanco
M	=	molaridad de solución NaOH
s	=	peso muestra de suelo
2,5	=	factor de alicuota
fch	=	factor de corrección de humedad

**C) CIC efectivo derivado**

$$\text{CIC-efectivo, CICE, cmol}_c \text{ kg}^{-1}(\text{me}/100\text{g})\text{suelo} =$$
$$\text{Acidez intercambiable} + (\text{Ca} + \text{Mg} + \text{K} + \text{Na}) \text{ Intercambiable}$$

---

**Referencias:**

- MCLEAN, E.O (1965) *Aluminium*. In: *Methods of Soils Analysis* (ed. C.A. Black) pp. 278-998. Agronomy No.9 Part 2. Amer. Soc. Agronomy. Madison, Wisconsin.

## **20. UN METODO PARA DETERMINAR CATIONES Y ANIONES INTERCAMBIABLES, CIC Y CIA EN SUELOS ACIDOS**

### **Introducción**

Cochrane et al. (1989), han mostrado que la capacidad de intercambio aniónica CIA de suelos ácidos de cargas variables podría ser tan alto como su capacidad de intercambio catiónica CIC. Por eso, para estudiar la naturaleza de tales suelos, es necesario determinar no solamente la CIC y cationes intercambiables sino también la CIA y aniones intercambiables. Por consiguiente, esto es un breve resumen del método desarrollado por Cochrane y Gómez, 1985.

### **Principio:**

El método para medir CIC y CIA en suelos con cargas variables, se usa soluciones de nitrato de amonio; la CIC y CIA son determinados equilibrando suelos con soluciones que reflejan las condiciones del agua del suelo en el campo indicados por mediciones de potencial osmótico.

Los análisis comparativos (Cochrane y Gómez, 1985), ilustran que la extracción inicial de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  0,5M resulta en una alternativa efectiva para los análisis de rutina de intercambio de cationes y aniones, así como de la CIC y CIA. La metodología es simple, sensible y apropiada para el estudio del complejo de cambio y movimiento de cationes y aniones, en suelos ácidos.

### **Equipos:**

- Los mismos que para la determinación de CIC, Ca, Mg, K, Na, Mn, Fe, Al, P, S,  $\text{NH}_4\text{-N}$ ,  $\text{NO}_3\text{-N}$  y pH.
- Cloridometro Buchler
- Wescor HR-33T Dew Point microvoltmeter equipado con un Wescor C-52 "sample chamber"



**Reactivos:**

- A)  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  0,5M
- B)  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  0,0215M
- C) Reactivos para la determinación de CIC, Ca, Mg, K, Na, Mn, Fe, Al, P, S, Cl,  $\text{NH}_4\text{-N}$  y  $\text{NO}_3\text{-N}$

**Procedimiento:**

1. Pesar 3,00g de muestra de suelo secado al aire pasado por tamiz de 2mm en un tubo de centrífuga (de polietileno) de 50ml, con tapa, previamente pesada. Añadir 30ml de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  0,5M, taparlo y agitar por 2 horas en la agitadora recíproca a 100RPM. Después, centrifugar la suspensión a 6000RPM por 15 minutos.
2. Una vez terminada la centrifugación usar la solución supernatante para los siguientes análisis: pH usando el electrodo de vidrio; Cu, Mg, Mn y Fe por AAS; K y Na por el fotómetro de llama, o FES;  $\text{SO}_4\text{-S}$  por turbidimetría, Al por el método de aluminon y  $\text{Cl}^-$  usando un cloridómetro Buchler.
3. La muestra de suelo que queda en el tubo de centrífuga debe ser equilibrado con una solución de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  de la misma concentración iónica de la solución de agua del suelo en el campo; para el trabajo de rutina en los oxisoles Brasileños, la solución de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  0,0215M fue escogido en la base de los trabajos de Cochrane y Gómez (1985).

Para obtener la equilibración, una alícuota de 30ml de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  0,0215M es añadido al tubo y agitado por 60 minutos, y después centrifugado a 6000RPM por 15 minutos. El supernatante es decantado. Este procedimiento es repetido 3 veces para completar la equilibración.

4. Seguido, se pesa el tubo conteniendo el suelo húmedo para calcular la cantidad de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  0,0215M restante en la muestra.
5. Finalmente, los iones  $\text{NH}_4^+$  y  $\text{NO}_3^-$  sostenido en el complejo de intercambio del suelo equilibrado con el  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  0,0215M, son intercambiados con  $\text{K}^+$  y  $\text{Cl}^-$  respectivamente, usando extracciones repetitivas con  $\text{KCl}$  0,02M, que tiene el mismo potencial osmótico (aprox.) que el  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  0,0215M usado para la equilibración. Se adiciona una alícuota de 30ml de  $\text{KCl}$  0,02M al tubo, agitarlo por una hora y centrifugarlo de la misma manera que para la equilibración con

$\text{NH}_4^+$  y  $\text{NO}_3^-$ . Este paso es repetido 3 veces y los supernadantes de las 3 extracciones son combinadas para un análisis de  $\text{NH}_4^+\text{-N}$  y  $\text{NO}_3^-\text{-N}$ .

6. **La CIC, es calculado** de la cantidad de  $\text{NH}_4^+$  extraído menos la cantidad restante de la muestra. **La CIA, es calculado** en la misma manera de la cantidad de  $\text{NO}_3^-$  extraído menos la cantidad restante en la muestra.

**Nota 1:** Si la extracción de  $\text{KCl}$   $0,02\text{M}$  es suspendida hasta el próximo día, 2 gotas de tolueno deben ser adicionadas a la mezcla de  $\text{KCl}$   $0,02\text{M}$ -muestra para evitar cambios en la proporción de  $\text{NH}_4^+$  y  $\text{NO}_3^-$ . provocadas por crecimiento de bacterias.

**Nota 2:** El potencial osmótico de la solución de agua de suelo es medida usando el Wescor HR-33T Dew Point Microvoltmeter portátil, equipado con una cámara de muestra Wescor G52; el "dew point" y el "psychrometric vapor pressure mode" pueden ser usados en combinación o separadamente.

Para suelos húmedos, una técnica simple fue ingenjada para leer el potencial osmótico de la solución de agua de suelos: El pequeño disco de papel filtro usado en la cámara de muestra G52 es envuelta en el medio de una hoja de papel filtro doblado, que es insertado en el suelo en un pequeño corte hecho con un cuchillo. Se lo deja en el suelo por algunos minutos para permitir la equilibración con el agua del suelo. Después, se lo saca, y se coloca el pequeño disco de papel filtro ya mojado y equilibrado con la solución de agua del suelo, en la cámara de muestra Wescor G52, para medir el potencial osmótico. Para suelos más secos, se aconseja extraer el agua del suelo usando una membrana de presión. Se usa las ecuaciones de Cochrane(1983, 84 y 93) o las tablas de Robinson y Stokes(1959), para calcular la concentración de la solución de agua del suelo.

---

## Referencias:

- COCHRANE, T.T.1983. *An equation for calculating de contribution to osmotic potential of the separate solutes of water solutions*. Med.Phys.10(1):29-34.
- COCHRANE, T.T..1984. *Improvements in the equation for calculating the contribution to osmotic potential of the separate solutes of water solutions*. Med.Phys 11(3):338-340
- COCHRANE, T.T.1993. *A new equation for calculating osmotic potential*. Cell. Plant and Environment, in Press.

- COCHRANE, T.T. and D.M. GOMEZ DE SOUZA 1985. *Measuring surface charge characteristics in oxisols and ultisols*. Soil Science 130(3):223-229.
- COCHRANE, T.T. y otros. 1989. *A terra na regio Geo-economica de Brasilia. Um mapa de sistemas de terra*, Documento No.32, EMBRAPA-CPAC, Planaltina, D.F., Brasil.
- ROBINSON, R.A. and R.H. STOKES, 1959. *Electrolyte solutions* (5th impression, 1970). Butterworths, London, pp.476-506.

## 21. Zn, Cu, Mn Y Fe DISPONIBLE EN SUELOS ACIDOS SIN CARBONATOS:METODO ACIDO-DUPLO

### Principio:

El Zn, Cu, Mn y Fe están extraídos del suelo usando el método de "ácido duplo".

### Equipos:

- Máquina agitadora recíproca
- Espectrofotómetro de absorción atómica, AAS.

### Reactivos:

- A) HCl 1M estándar
- B) H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,05M estándar
- C) Solución extractora de ácido duplo de HCl 0,05M + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,0125M :
  - a) Diluir 50ml de HCl 1M a 500ml, para dar HCl 0,1M
  - b) Diluir 250ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,05M a 500ml, para dar H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,025M
  - c) Añadir (a) + (b) para dar la solución extractora del ácido duplo
- D) Solución estándar de Zn 1000mg /l(ppm)
- E) Solución estándar de Cu 1000mg /l(ppm)
- F) Solución estándar de Mn 1000mg /l(ppm)
- G) Solución estándar de Fe 1000mg /l(ppm)

### Procedimientos:

1. Pesar 5,00g de suelo secado al aire (35 - 40°C) y pasado por un tamiz de 2mm.
2. Añadir 20ml de solución extractora de ácido duplo en una botella de polietileno con tapa.
3. Cerrar la tapa de la botella y agitar por 15 minutos en la máquina agitadora recíproca a 180 oscilaciones por minuto
4. Filtrar usando papel Whatman No.42 y medir los valores de Cu, Zn y Fe usando el AAS.

## 5. Preparación de estándares de trabajo de Cu, Zn, Mn y Fe :

- a) Diluir soluciones estándares de 1000mg/l(ppm) a 100mg/l(ppm): Pipetear 20ml solución estándar de 1000mg/l(ppm) en balones volumétricos de 200ml y completar volúmenes con agua para obtener estándares de 100mg /l(ppm)
- b) De los estándares de Cu y Zn 100mg/l(ppm), pipetear en balones volumétricos de 250ml 0; 1,25; 2,5; 5,0 y 10ml respectivamente y completar volúmenes con agua para obtener estándares de trabajo de Cu y Zn de 0; 0,5; 1,0; 2,0 y 4,0mg /l(ppm)
- c) De los estándares de 100mg/l(ppm) de Fe y Mn, pipetear en balones volumétricos de 250ml, 0; 5; 10; 20 y 40ml respectivamente, y completar volúmenes con agua para obtener estándares de trabajo de Fe y Mn de 0; 2,0; 4,0; 8,0 y 16,0mg/l(ppm)

**Cálculo:**

$$\text{Elementos menores mg/kg(ppm)} = \frac{(a-b)}{s} \times 20 \times fch \times d$$

en lo cual,

- a = mg /l(ppm) Cu, Zn, Fe ó Mn en extracto  
 b = mg /l(ppm) Cu, Zn, Fe ó Mn en blanco  
 s = peso de suelo secado al aire  
 20 = volumen de la solución extractora  
 fch = factor de corrección de humedad  
 d = factor de dilución del extracto, en casos cuando los valores de Fe pasan el rango del estándar.

**Referencias:**

JACKSON, M.L 1964. *Análisis químico de suelos*. Omega, Barcelona, España. 662 p.

## 22. Zn, Cu, Fe Y Mn DISPONIBLE EN SUELOS ALCALINOS: METODO DE SOLTANPUR Y SCHWAB CON DETERMINACIONES DE NO<sub>3</sub>, P Y K OPCIONAL

### Principio:

Se usa una solución extractora de bicarbonato de amonio con diethylene triamine pentaacetic acid, DTPA, para la formación de quelatos de los micro-elementos. Se puede analizar NO<sub>3</sub>, P y K en la misma extracción.

### Equipos:

- Máquina agitadora recíproca
- Espectrofotómetro de absorción atómica AAS
- Dispensadores semi-automáticos

### Reactivos:

- A) NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>.
- B) Diethylene triamine pentaacetic acid, DTPA.
- C) NH<sub>4</sub>OH, 1:1
- D) Solución estándar de Cu 1000mg /l(ppm)
- E) Solución estándar de Zn 1000mg /l(ppm)
- F) Solución estándar de Mn 1000mg /l(ppm)
- G) Solución estándar de Fe 1000mg /l(ppm)
- H) Carbón, libre de P. (Darco G-60, Fisher G-60)
- I) Solución extractora de NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub> 1M+ DTPA 0,005M, pH 7,6:  
Añadir 1,97g DTPA a 800ml de agua más 2ml de NH<sub>4</sub>OH 1:1. (La última para evitar efervescencia cuando se añade (NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>). Cuando casi todo el DTPA está disuelto, añada 79,06g de NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>, y agitar hasta que se disuelva. Ajustar el pH a 7,6 con NH<sub>4</sub>OH, y diluir la solución hasta un litro.

**Nota:** Se debe usar la solución de inmediato o conservarla bajo aceite mineral. Hay que chequear el pH de la solución guardada.

- J) 4,5-dihydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid, sal disodio, A.R.
- K) H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 96%, conc. A.R.

L) Sb metal (puro)

**Procedimiento:**

1. Pesar 10,0g de suelo secado al aire (35 - 40°C) y pasado por un tamiz de 2mm, a una botella de polietileno. Añadir 20ml de solución extractora.
2. Agitar por 15 minutos en la máquina agitadora recíproca a 180 oscilaciones/minuto con la botella abierta.
3. Filtrar el extracto usando papel filtro Whatman No.42. Si se quiere medir  $\text{NO}_3^-$ , P y K, añadir un poco de carbón al filtro, antes de pasar el extracto.
4. Leer Cu, Zn, Fe y Mn con el AAS, usando los mismos estándares como para su determinación en suelos ácidos.
5. En el caso que se requiera determinaciones de K, éste podría ser leído usando el fotómetro de llama, y para P, usando el método de ácido ascórbico como está descrito para el método Olsen.
6. Para determinaciones de  $\text{NO}_3^-$ : Prepare:
  - a) una solución de ácido cromotrópico CTA 0,00137M, añadiendo 0,5g 4,5-dihydroxy-2,7-naphthalene-disulfonic acid, sal disodio a 4kg  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
  - b) Solución de sulfato de antimonio: 0,5g metal de Sb + 80ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  + 20ml de  $\text{H}_2\text{O}$ . Tome una alícuota de 0,3ml de la extracción de suelo como de los estándares y diluirlos a 3ml con  $\text{H}_2\text{O}$ . Añadir 2,0ml de solución de sulfato de antimonio seguida por 6,5ml CTA. Mezclar bien, dejar 2 horas y leer en el espectrofotómetro a 420nm.

**Cálculo:**

Para Cu, Zn, Fe y Mn, P, K y N- $\text{NO}_3$

$$\text{mg/kg(ppm) (microelemento)} = \frac{(a-b)}{s} \times 20 \times \text{fch} \times d$$

en lo cual,

- a = mg/l(ppm) Cu, Zn, Fe, Mn, P, K y N-NO<sub>3</sub>- en extracto
- b = mg/l(ppm) Cu, Zn, Fe, Mn, P, K y N-NO<sub>3</sub>- en blanco
- s = peso de suelo secado al aire
- 20 = dilución de suelo con solución extractora
- fch = factor de corrección de humedad
- d = factor de dilución del extracto en casos cuando los valores de Fe pasan el rango del estándar.

---

### Referencias:

- SOLTANPUR, P.N. and SCHWAB, A.P. 1977. *A new soil test for simultaneous extraction of macro-and-micro-nutrients in alkaline soils*. Commun. in Soil Science and Plant Analysis 8 (3) : 195 - 207.



## 23. BORO DISPONIBLE - METODO DE AGUA CALIENTE

### Principio:

Se hace una extracción de boro del suelo, con agua caliente. Se determina el nivel de boro en la extracción por el método azometina-H.

### Equipos:

- Baño maría
- Selladora de tubos plásticos
- Tubo plástico de aproximadamente 10cm. de anchura

### Reactivos:

- A)  $\text{NH}_4\text{OAc}$ . A.R.
- B) EDTA, disodium salt. A.R.
- C) Acido acético. (glacial). A.R.
- D) Azometina-H.
- E) Acido ascórbico-L.
- F) Estandar de boro, 1000mg/l(ppm)
- G) Solución de  $\text{BaCl}_2$  10%
- H) Solución amortiguadora: Disolver 173g de  $\text{NH}_4\text{OAc}$  y 37,2g EDTA-disodium salt en 800ml de agua, en un balón volumétrico de un litro. Ajustar el pH a 5,2 con ácido acético (o ácido sulfúrico, 1:4). Completar volumen a un litro.
- I) Reactivo azometina-H: Disolver 0,6g de azometina-H en 100ml de una solución de ácido ascórbico-L 2% (2g de ácido ascórbico/100ml). Dejar la solución en el refrigerador para conservarla, un máximo de 2 días.
- J) Soluciones estándares de **B**: Diluir 10ml de solución de B1000mg/l(ppm) a 100ml con agua para obtener solución B de 100mg/l(ppm). De esto diluir de nuevo 10ml a 100ml para obtener una solución de B 10mg/l(ppm). De la solución 10mg/l(ppm)B, diluir 0, 4, 8, 12 y 16ml hasta 100ml (en balones volumétricos) para obtener estándares de 0; 0,4; 0,8; 1,2 y 1,6mg/l(ppm)B.

**Procedimiento:**

1. Pesar 10,0g de suelo secado al aire (35 -40°C) y pasado por un tamiz de 2mm, y colocarlo en una bolsa de polietileno de 10cm x 8cm. Añadir 20ml de agua y 0,25ml de solución de BaCl<sub>2</sub> 10% .
2. Sellar la bolsa de polietileno herméticamente.
3. Colocar la bolsa en baño maría, y cuando la solución dentro de la bolsa comience a hervir, dejarla hervir por 7 minutos. Luego retirarla del baño maría y dejarla enfriar.
4. Filtrar la solución por un papel de filtro Whatman No. 42.
5. Transferir una alícuota de 4ml de las soluciones estándares y del extracto de suelo a tubos de ensayo de polietileno. Añadir 2ml de solución amortiguadora, y mezclar bien. Luego añadir 2ml de reactivo azometina-H, mezclar bien, esperar 120 minutos y leer la absorbancia a 420nm con espectrofotómetro.

**Cálculo:**

$$B \text{ mg/kg(ppm)} = \frac{(a-b)}{s} \times 20,25 \times fch$$

en lo cual,

<b>B</b>	=	Boro disponible en suelo
<b>a</b>	=	mg/l (ppm) boro en extracto de suelo
<b>b</b>	=	mg/l (ppm) boro en blanco
<b>s</b>	=	peso, muestra de suelo
<b>fch</b>	=	factor de corrección de humedad

**Notas Adicionales:**

Se podría usar la misma técnica para obtener extractos de Mo soluble en agua. (En tal caso, se podría estimar el Mo usando el mismo método como para Mo en plantas, en una alícuota del extracto de agua).

---

**Referencias:**

- WOLF, B. 1974. *Improvements in the Azomethine-H method for the determination of Boron*. Comm. Soil Sci. Plant Anal., 5; 39 - 44.
- MAHLER, R.L., D.V. NAYLOR and M.K. FREDRICKSON. 1984. *Hot water extraction of boron from soils using sealed plastic pouches*. Comm. Soil Sci. Plant Anal., 15: 479 - 492

## 24. ALUMINIO, METODO ALUMINON PARA SUELOS Y PLANTAS

### Principio:

El reactivo "aluminon" en una solución amortiguadora (buffer) de acetato de amonio combina con Al en solución para formar un complejo de color rojo. Se lee la intensidad de este color en el espectrofotómetro. Se agrega ácido tioglicólico y se hierve la solución para disminuir la interferencia de iones como fosfatos, silicatos y hierro ( $\text{Fe}^{3+}$ ).

### Reactivos:

- A) Aluminon, ammonium-aurintricarboxilate,  $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_9$ .
- B) Acetato de amonio.
- C) Goma acacia (pura) .
- D) HCl (conc).
- E) Acido tioglicólico preparado: Diluir 1ml de ácido tioglicólico, conc., (thioglycolic acid), a 100ml con agua.
- F) Acido acético glacial.
- G) Solución de aluminon-acetato amortiguador (buffer): Pesar separadamente en vasos, 0,75g de aluminon, 15g de goma acacia, 200g de acetato de amonio, y disolverlos en agua. Cuando está disuelto, mezclar todo en un vaso de un litro, calentando en baño maría y agregando 19ml de HCl concentrado. Filtrar mediante un filtro de algodón, ajustar el pH a 3,5 con ácido acético glacial y diluir a 1500ml.
- H) Estándard de Al de 5mg/l(ppm).

### Procedimiento:

#### (1) Preparación de la curva estándar de Al.

- a) Mezclar los siguientes reactivos en vasos Erlenmeyer de 100ml.:

ml. standard Al 5mg/l (ppm)	ácido tioglicólico preparado	aluminon- acetato	agua	Conc. Al (soln. final, 50ml)
0	2	10	25	0
2	2	10	23	0,2
4	2	10	21	0,4
6	2	10	19	0,6
8	2	10	17	0,8
10	2	10	15	1.0

- b) Calentar los vasos en baño maría hirviendo durante 16 minutos. Enfriar, transferir la solución a balones volumétricos de 50ml, y enrasar a volumen con agua.
- c) Leer la absorbancia a 530nm con el espectrofotómetro.
- (2) **Determinación de Al en extractos.**

- a) Pipetear una alícuota de 2ml del extracto (o una alícuota que contiene 10 a 60mg de Al), a un vaso Erlenmeyer, agregar 10ml de ácido tioglicólico, 10ml de solución aluminon-acetato y 18ml de agua y proceder de la misma manera como para la preparación de la curva estándar.

**Cálculo:**

$$\text{Al mg/Kg(ppm) en muestra} = (a-b) \times f \times fch$$

en lo cual,

- a = mg/l(ppm) Al en solución extracto  
 b = mg/l(ppm) Al en solución blanco  
 fch = factor de corrección de humedad  
 f =  $\frac{\text{vol. soln. extractora} \times \text{dilución de la alícuota}}{\text{peso muestra en g}}$

**por ejemplo**, para suelos, extracción con KCl 1M para la determinación de acidez intercambiable, usando alícuota de 2ml

$$f = \frac{50 \times 20}{2,5}$$

**Nota:**

En lugar de usar el método "aluminon" se podría leer la cantidad de Al en el extracto directamente usando el A.A. S. en la siguiente manera:

1. Preparar standards de 0, 5, 10, 15, y 20mg/l(ppm)Al
2. Leer la concentración de Al en el extracto con el A.A.S.

**Calculo:**

$$\text{Al mg/kg(ppm)suelo} = \frac{(a-b)}{s} \times 50 \times \text{fch}$$

en lo cual,

- a = mg/l(ppm) Al en el extracto de suelo
- b = mg/l(ppm) Al en el blanco
- s = peso, (g), muestra de suelo
- fch = factor de corrección de humedad
- 50 = factor de dilución de suelo con la solución extractora

---

**Referencias:**

- CHENERY, E.M. 1948. *Thioglycolic acid as an inhibitor for iron in the colorimetric determination of aluminum by means of aluminon*. Analyst 73: 501-502
- PAGE, A.L. (ed). 1982. *Methods of Soil Analysis*. Part 2, 2nd Edition. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA: 288-290.

## 25. MOLIBDENO EXTRAIBLE

### Principio:

Se mide el molibdeno en una extracción de oxalato de amonio -ácido oxálico. Se determina la cantidad de Mo en este extracto por el método SCN-SnCl<sub>2</sub>

### Equipo:

- Espectrofotómetro
- Máquina agitadora recíproca
- Embudos separatorios de 100ml con tapas (cónicas)

### Reactivos:

**Nota:** Solamente se usan reactivos tipo "AR" y agua destilada y desionizada

- A) Solución extractora. Disolver 24,9g de oxalato de amonio (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O y 12,6g de ácido oxálico (COOH)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O en un litro de agua.
- B) HCl 2M
- C) Solución de NaNO<sub>3</sub>: disolver 42,5g de NaNO<sub>3</sub> en agua y hacer volumen hasta 100ml.
- D) Solución de FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,5% en HCl 2M
- E) Solución de NH<sub>4</sub>SCN 40%
- F) Solución de SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O 40% en HCl: Disolver 40g SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O en 20ml de HCl conc. (calentándolo). Diluir hasta 100ml con agua. Filtrar si no está claro y guardar en el refrigerador. Hay que preparar diariamente.
- G) Solvente orgánico: Isopropyl-ether.

**Nota:** Antes de usar el solvente orgánico es aconsejable lavarlo con una mezcla de NH<sub>4</sub>SCN 40% + SnCl<sub>2</sub> 40% + agua en la proporción por volumen (aprox.) de 1:1:8 en embudos separatorios. Colocar 100ml del solvente en un embudo separatorio y 10ml (aprox.) de la solución lavadora. Agitar bien y dejar reposar hasta la separación de la fase orgánica de la fase acuosa. Botar afuera la fase acuosa. Entonces, lavar el solvente con 5ml de HCl 2M, y botar afuera la fase acuosa. Repetir el proceso de lavado 4 a 5 veces.

- H) Estándares de Mo

- (a) Mo, 1000mg/l(ppm). (Si no hay un estándar analítico preparado). Pesar 1,500g  $\text{MoO}_3$  previamente secado a  $105^\circ\text{C}$  por 2 horas. Colocarlo en un balón de un litro. Agregar 5ml de NaOH 5M para disolverlo. Diluir hasta aproximadamente 500ml con agua y acidificar la solución con aproximadamente 2ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  4M Completar el volumen con agua.

**Alternativo Mo, 1000mg/l(ppm):** disolver 1,840g de molibdato de amonio  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , en agua y diluirlo hasta un litro.

- (b) Mo, 100mg/l(ppm). Pipetear 5ml estándar de 1000mg/l(ppm) en un balón de 500ml y completar el volumen con agua.
- (c) Soluciones estándares de trabajo de Mo: Añadir 0; 2,5; 5; 10 y 20ml de la solución 10mg/l(ppm)Mo a balones volumétricos de 100ml para obtener las series 0; 0,25; 0,5; 1 y 2mg/l(ppm)Mo.

#### Reactivos alternativos:

- (i) Solvente orgánico: mezclar  $\text{CCl}_4$  con iso-amyl alcohol en la proporción 1:1 por volumen.
- (j)  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0,02M en HCl 2M (en lugar de  $\text{FeCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0.5% )
- (k) Solución de KSCN 40% (en lugar de  $\text{NH}_4\text{SCN}$ )

#### Procedimiento:

##### (A) La extracción:

1. Pesar 30g de suelo secado al aire ( $35 - 40^\circ\text{C}$ ) y pasado por un tamiz de 2mm a un frasco de vidrio borosilicato. Añadir 150ml solución extractora, tapa y agitar por 12 horas en agitadora recíproca.
2. Dejar reposar y filtrar usando un papel Whatman No.42. Pipetear 100ml del filtrado a un vaso de vidrio (borosilicato), y secar a  $110^\circ\text{C}$ . Transferir a una mufla fría, elevar a temperatura de  $450^\circ\text{C}$  y dejar a esta temperatura por 4-5 horas para eliminar la materia orgánica. Dejar enfriar y cubrir con un vidrio de reloj.



**Nota:** Como en todos los análisis, hay que incluir análisis en blanco.

3. Luego, añadir 25ml de 2M HCl y hervir lentamente para disolver el residuo de la calcinación. Guardar para la determinación de Mo.

(B) Determinación de Mo.

1. Pipetear 25ml, de cada estándar de trabajo a embudos separatorios. Añadir 25ml HCl 2M, y 20ml de agua.
2. Transferir los extractos de suelos y blancos a embudos separatorios. Añadir 20ml de agua.
3. (Opcional, caso de usar solvente orgánico CCl<sub>4</sub> -iso-amyl alcohol). Añadir 3ml del solvente orgánico pre-lavado, mezclar bien, agitando fuertemente por aproximadamente 2 minutos para saturar la fase acuosa. Dejar separar las fases por 15 minutos y botar **toda** la fase orgánica (la parte de abajo).
4. Añadir 1ml de la solución FeCl<sub>3</sub> 0,5% y mezclar seguida por 1ml de la solución NaNO<sub>3</sub>, mezclar y después añadir 1ml NH<sub>4</sub>SCN 40% . Mezclar de nuevo y añadir 1ml SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O 40% y mezclar otra vez.
5. Añadir exactamente 6ml de solvente orgánico (pre-lavado), agitar vigorosamente por 2 minutos y dejar por 15 minutos. Agitar de nuevo y dejar reposar hasta que las capas de solvente y solución se separen.
6. Filtrar el solvente orgánico por un papel filtro Whatman No.41, y mida la absorbancia a 470nm. Se usan los estándares para hacer una curva de calibración.

**Cálculo:**

$$\text{Mo mg/kg (ppm)} = \frac{(a-b)}{s} \times 37,5 \times \text{fch}$$

en lo cual,

a	=	mg/l(ppm)Mo en el extracto
b	=	mg/l(ppm)Mo en el blanco
s	=	peso en g de muestra secada al aire
37,5	=	$\frac{25}{6} \times \frac{3}{2} \times 6$
fch	=	factor de corrección de humedad

**Nota:** Hay posibles interferencias con tungsteno, titanio, vanadio y platino con este método. Se ha presentado un método para eliminarlos en la Sección No.30, Mo.

---

### Referencias:

- COCHRANE, T.T and OROS, R.V 1967. *Métodos de análisis químicos para suelos tropicales y muestras de plantas*. BTAM, Bolivia.
- KUBOTA, J. and CARY, E.E., 1982. *Cobalt Molybdenum, and Selenium, In: methods of Soil Analysis, Part 2. Chemical and microbiological properties*. Agronomy monograph No.9 (2nd edition) ASA-SSSA: 491.

## 26. DETERMINACION DE NITRATOS (EN EXTRACTOS DE SUELOS Y MATERIALES DE PLANTAS)

### Principio:

Se determinan  $\text{NO}_3\text{-N}$  en extractos de plantas o suelos, usando el espectrofotómetro.

### Equipos:

- Espectrofotómetro
- Centrífuga

### Reactivos:

- A) Acido salicílico en  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (conc), 5% peso/volumen. (Hay que preparar fresco cada semana)
- B)  $\text{NaOH}$  2M
- C) Estándar de  $\text{NO}_3\text{-N}$ . de 50 mg/l(ppm)N.  
(Conservar a  $4^\circ\text{C}$  en el refrigerador)
- D) Estándares de trabajo de  $\text{NO}_3\text{-N}$  de 0 a 3 ug N/ml (0 a 3 ppm)

### Procedimiento:

#### 1. Determinación de Nitratos

- a) Pipetear 0,2ml de extracto de plantas (ver punto 2), o extracto de suelos (por ejemplo, agua de la pasta de saturación), dentro de un vaso Erlenmeyer de 50ml, añadir 0,8ml de reactivo ácido salicílico en  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , mezclar bien y dejar 20 minutos.
- b) Con cuidado y despacio, añadir 19ml de  $\text{NaOH}$  2M (para subir  $\text{pH} > 12,0$ ).
- c) Dejar enfriar y determinar la absorbancia a 410nm.
- d) Hay que analizar estándares de  $\text{NO}_3\text{-N}$  con cada juego de análisis.

## 2. Preparación de extracto para plantas.

- a) Pesar 100mg de material de plantas secada en horno a 40°C, (molida y pasada por un tamiz de 0,7mm), en un tubo de centrífuga de 15ml.
- b) Añadir 10ml de agua desionizada, mezclar bien e incubar a 45°C durante una hora.
- c) Mezclar de nuevo y centrifugar a 3000 RPM por 15 minutos.
- d) Transferir la supernatante clara a un tubo de vidrio cerrado para la determinación de nitratos.

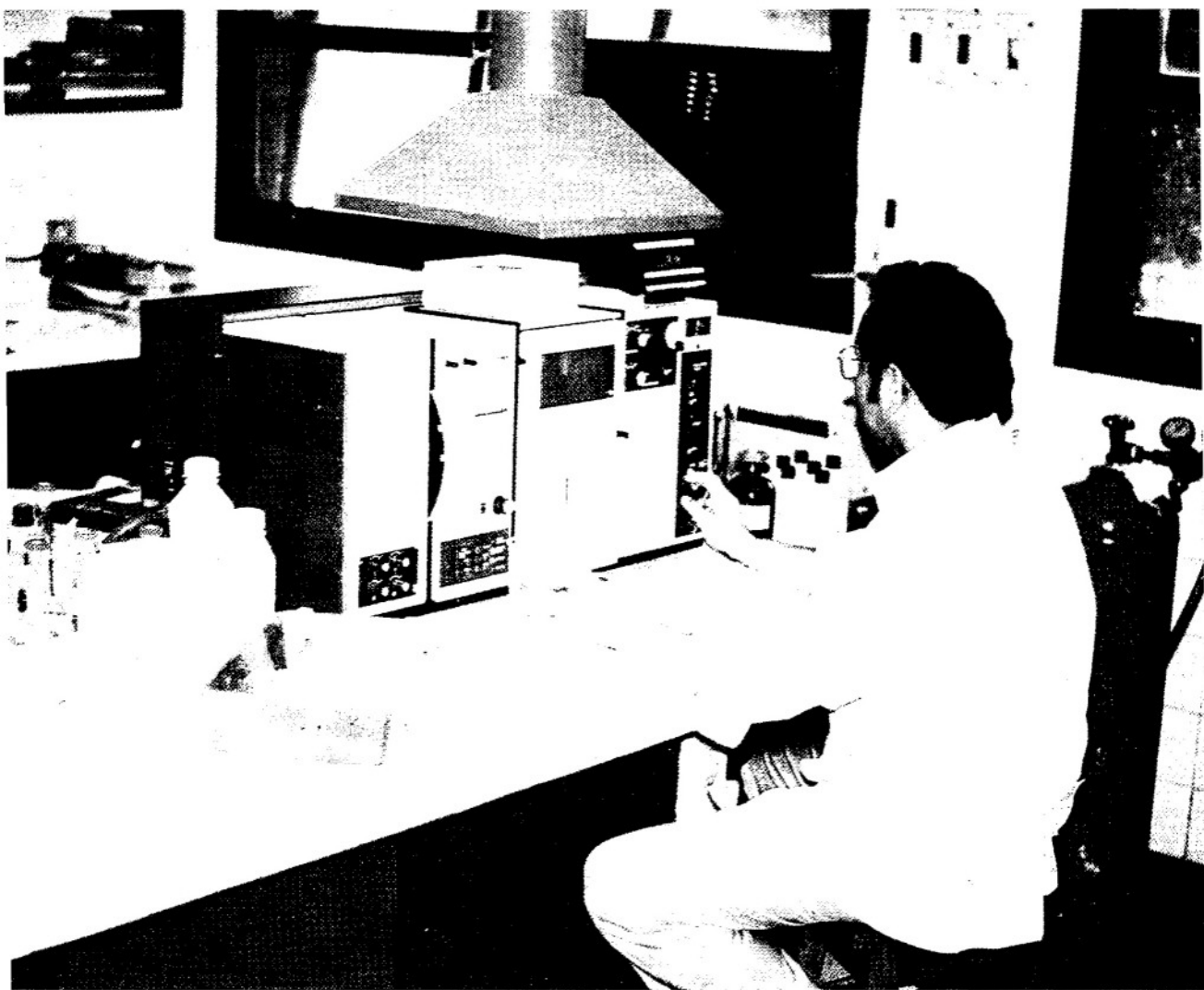
**Notas:** Se podría usar este método para determinar nitratos en extractos de suelos, plantas y aguas.

---

### Referencias:

- CATADO, D.A., M. HARRON, L.E. SHRADER y V.L. YOUNG. 1975. *Rapid colorimetric determination of nitrate in plant tissue by nitrification of salicylic acid*. Comm. Soil Plant Anal. 6: 71-80.

# ANALISIS QUIMICO DE PLANTAS



## 27. PREPARACION DE MUESTRAS DE PLANTAS

- 1) Las muestras de plantas deben ser secadas a 40°C para evitar pérdidas de nitrógeno, por 24 horas, lo más rápido posible después de recogerlas. Hay que evitar la conservación de material fresco en bolsas plásticas.
- 2) **Contaminación en el campo:** En el caso de haber contaminación por excremento de animales o polvo, se debe lavar en agua desmineralizada (brevemente) y secar al aire.
- 3) Hay que determinar el contenido de humedad en una sub-muestra de las muestras secadas a 40°C, secando la sub-muestra a 105°C en el horno, hasta que tenga un peso constante. Así se aplica un factor de corrección de humedad.
- 4) Para otros análisis (aparte de nitrógeno), se puede secar las muestras a 105°C. Si se dejaron las muestras secadas algún tiempo antes de analizarlas, se debe secar las muestras de nuevo por 3 horas a 105°C.
- 5) **Sub-muestra:** Se debe usar métodos reconocidos para reducir la cantidad de muestras antes de molerlas y también usar técnicas de submuestreo para pesar muestras.
- 6) **Molienda:** Se debe moler muestras para pasar por un tamiz de 0,7mm, ó más **finas** cuando se usan pesos menores de 0,4g.

## 28. DETERMINACION DE N TOTAL EN MATERIALES DE PLANTAS. METODO MICRO-KJELDAHL MODIFICADO

### Principio:

Se determina N con una adaptación del método Kjeldahl. Se hace la digestión de la muestra en ácido sulfúrico para convertir nitrógeno orgánico en sulfato de amonio. Se diluye la solución resultante, se saca una alícuota, hacerla alcalina y destilar el  $\text{NH}_3$  con vapor de agua usando una destiladora "Markham". El amonio evaporado está recolectado en una solución de ácido bórico y titulado con ácido estándar. El procedimiento determina todo el nitrógeno, menos lo de nitratos.

Para acelerar la oxidación de la materia de plantas, se añade ácido fosfórico al ácido sulfúrico y selenio como catalizador. Además se añade sulfato de litio para permitir la digestión a temperaturas elevadas.

### Equipo:

- Calentadora de tubos de ensayo tipo "bloque de aluminio" para 40 tubos de tamaño 25 x 200mm, con control de temperatura y una temperatura máxima de 370°C. (El tamaño del bloque es de 21 x 31 x 5,5cm con perforaciones para los tubos de 26mm de diámetro x 5 cm de profundidad, y 3 perforaciones de diámetro menor para termómetros de mercurio.)
- Tubos de ensayo tipo "Pyrex" de 25 x 200mm marcados a 50ml.
- Destiladora "Markham".
- Bureta de 5ml semi-automática, Clase "A"
- Diluidora semi-automática
- Espectrofotómetro de absorción atómica, AAS.
- Fotómetro de llama.
- Balanza con precisión de  $\pm 0,001\text{g}$ .
- Espectrofotómetro.

### Reactivos:

- A)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc., 95-97%
- B)  $\text{H}_3\text{PO}_4$  conc. 85% (ácido ortho-fosfórico)
- C) Se, selenio, puro en polvo (bién fino)

- D)  $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- E) Solución de digestión mezclada. (cantidad suficiente para 160 muestras):  
Disolver 0,4g Se en 400ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc., calentando la mezcla suavemente.  
Dejar enfriar y añadir 100ml de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  conc., despacio, agitándola suavemente,  
y finalmente disolver 9g de  $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  en la mezcla.
- F) NaOH 5M: Disolver 200g de NaOH en agua y hacer volumen a un litro.
- G) Solución indicadora mezclada: Disolver 0,13g de rojo de metilo y 0,20g de bromocresol verde en 200ml de de etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) 96%.
- H) Solución ácido bórico - indicadora, ( $\text{H}_3\text{BO}_3$  1%): Disolver 10g de ácido bórico ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) en aproximadamente 900ml de agua caliente, enfriar y añadir 20ml de solución indicadora mezclada. Completar volumen a un litro y mezclar bien.
- I) HCl 0,01M, estándar. Prepararlo diluyendo una ampolla estándar de HCl de análisis, de acuerdo con las instrucciones.

### Procedimiento:

1. Pesar 0,10g de muestra de plantas secada a  $40^\circ\text{C}$  por lo menos 24 horas y molida para pasar por un tamiz de 0,7mm de diámetro, y colocarla en un tubo de ensayo "pyrex" marcado a 50ml.
2. Añadir 3ml de la solución de digestión mezclada, mojando bien la muestra, y ponerla en el bloque de Al calentador.
3. Elevar la temperatura a  $175^\circ\text{C}$  y dejar la digestión a esta temperatura durante una hora. Después, elevar la temperatura del bloque al máximo. Se completará la digestión en aproximadamente 1 a 1,5 horas más. (La digestión se vuelve incolora a un color amarillo pálido).
4. Sacar el tubo del bloque, dejar enfriar y **con cuidado** completar el volumen hasta la marca de 50ml con agua.
5. Determinar N, en este extracto.

### Determinación de N.

- a) Tomar una alícuota de 5ml del extracto, transferirlo a la destiladora "Markham", añadir 5ml de NaOH 5M y recoger 20ml del destilado en 5ml de la solución ácido bórico - indicadora.



- b) Titular la última con HCl 0,01M, usando la bureta semi-automática de 5ml. (una gota = 0,04ml aproximadamente).

**Cálculo:**

$$\% \text{ N en planta} = \frac{(a-b) \times M \times 14.01 \times fch}{s}$$

en lo cual,

a	=	ml de HCl usado para la titulación de la muestra
b	=	ml de HCl usado para la titulación del blanco
s	=	peso en g de muestra secada a 40°C
M	=	molaridad de HCl
14.01	=	$14.01 \times 1.000 \times \frac{100}{1,000,000} \times \frac{50}{5}$
14.01	=	peso atómico de N
fch	=	factor de corrección de humedad

---

**Referencias:**

- HONDA, C.1962. *Rapid determination of nitrogen in soil by Kjeldahl method* (in Japanese) J.Sci. Soil Manure 33: 195-200 (Chem.Abstr. 59: 13296a)
- COCHRANE, T.T. 1994. (In preparation) *An adaptation of Honda's method for the rapid determination of nitrogen in soil.*

## 29. DETERMINACION DE P, Ca, Mg, K, Na Y Al EN MATERIALES DE PLANTAS. METODO DE CALCINACION

### Principio:

Se incinera una muestra de plantas a 470°C por lo menos 2 horas. Se determinan P, Ca, Mg, K, Na y Al en un extracto de HCl diluído de las cenizas. Se evitan posibles interferencias de Si en el análisis de P, deshidratandolo con una adición preliminar de ácido clorhídrico a las cenizas, secándolo y seguido por la disolución final de la ceniza en HCl débil.

### Equipo:

- Horno "mufla"
- Tubos de vidrio de capacidad de 50ml marcados a 50ml, con una altura de aproximadamente de 12cm, para entrar en el horno mufla con su respectiva bandeja de aluminio (para 30-40 tubos)
- Diluidoras semi-automáticas
- Calentador de tubos de ensayo tipo "bloque de aluminio"
- Balanza con precisión de 0,001g
- Espectrofotómetro de absorción atómica, A.A.S.
- Fotómetro de llama
- Espectrofotómetro

### Reactivos:

A). HCl 1:1 (ácido:agua)

B). HCl 0,2M

C). HCl 0,1M

D). Soluciones Estándares de Ca.

- 1) **1000mg/l(ppm)Ca:** (Si no hay estándares analíticos preparados). Pesar 2,497g de CaCO<sub>3</sub> previamente secado a 105°C por 2 horas. Ponerlo en un balón volumétrico de un litro, añadir 200ml de agua y 5ml de HCl

(conc.). Hervir para que salga el  $\text{CO}_2$  gas, dejar enfriar y completar el volumen con agua.

- 2) **100mg/l(ppm)Ca.** Pipetear 20ml del estandard 100mg/l(ppm)Ca en un balón volumétrico de 200ml y completar el volumen con agua.

#### E) Soluciones Estándares de Mg.

- 1) **100mg/l(ppm)Mg:** (Si no hay estándares analíticos preparados). Pesar 1,0139g de  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . Ponerlo en un balón volumétrico de un litro, añadir aproximadamente 150ml de agua conteniendo aproximadamente 1ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado para disolver el sulfato de magnesio y completar el volumen con agua, mezclando bien.
- 2) **10mg/l(ppm)Mg.** Pipetear 20ml del estandard 100mg/l(ppm)Mg en un balón volumétrico de 200ml y completar el volumen con agua.

F) **Solución La, 10,000mg/l(ppm).** (Si no hay estándares analíticos preparados): Pesar 10,694g de  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  y colocarlo en un balón volumétrico de un litro. Añadir 1,6ml de HCl 0,2M para disolver el  $\text{LaCl}_3$  y completar el volumen con agua destilada.

G) **Estándares de trabajo de Ca y Mg:** De los estándares de Ca, 100mg/l(ppm) y Mg, 10ppm respectivamente, pipetear una serie de 0, 5, 10, 15, 20, 30 y 40ml en balones volumétricos de 100ml. Después, añadir 10ml de HCl 0,1M, 10ml de solución La 10,000mg/l(ppm) y completar volúmenes con agua. Así se va a tener una serie de estándares combinados de 0, 5, 10, 15, 20, 30 y 40mg/l(ppm)Ca con 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 y 4,0mg/l(ppm)Mg respectivamente.

#### H) Soluciones Estándares de K.

- 1) **1000mg/l(ppm)K:** (Si no hay estándares analíticos preparados). Pesar 1,906g de KCl previamente secado a  $105^\circ\text{C}$  por 2 horas. Colocarlo en un balón volumétrico de un litro y completar el volumen con agua.
- 2) **100mg/l(ppm)K.** Pipetear 20ml estandard de 1000mg/l(ppm)K en un balón volumétrico de 200ml y completar el volumen con agua.

**I) Soluciones Estándares de Na.**

- 1) **1000mg/l(ppm)Na:** (Si no hay estándares analíticos preparados). Pesar 1,6485g de NaCl previamente secado a 105°C por 2 horas. Ponerlo en un balón volumétrico de un litro y completar el volumen con agua
- 2) **100mg/l(ppm)Na:** Pipetear 20ml del estandar de 1000mg/l(ppm)Na en un balón volumétrico de 200ml y completar el volumen con agua.

**J) Estándares de trabajo, K y Na.** Pipetear una serie de 0, 2, 4, 6, 8, 12, y 16ml del estándar de K, 100mg/l(ppm) en balones volumétricos de 100ml. Después pipetear 0, 1, 2, 4, 6, 8, y 12ml del estándar de Na, 100mg/l(ppm) en los mismos balones volumétricos. Añadir 10ml, HCl 0,1M y completar los volúmenes con agua para obtener estándares combinados de 0, 2, 4, 6, 8, 12, y 16mg/l(ppm)K y 0, 1, 2, 4, 6, 8 y 12mg/l(ppm)Na.

**K) Estándares de trabajo de Al:** Ver método de determinación de Al por Aluminon. También ver la lista de reactivos necesarios. Prepare estándares de 0, 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 y 1,0mg/l(ppm)Al.

**L) Reactivos y estándares para determinar P.** Ver método "Determinación de S y P en Materiales de Plantas"

**Procedimiento:**

1. Pesar 0,10g de muestras de plantas secadas al horno a 105°C por 2 horas, molidas y pasadas por un tamiz de 0,7mm en los tubos de vidrio marcados a 50ml. (Tubos de tamaño para entrar en el mufla).
2. Colocar los tubos con muestras en la bandeja de tubos, y colocarlos en la mufla. Elevar -gradualmente - la temperatura hasta un máximo de 470°C, e incinerar a esta temperatura por un mínimo de 2 horas. Luego, dejarlo enfriar.
3. Sacar los tubos de la mufla y añadir a la muestra calcinada 1ml HCl 1:1 (ácido - agua). Colocarlos en el calentador de tubos de ensayo tipo "bloque de aluminio" en una campana de gas y calentar a 100°C hasta que se sequen.
4. Disolver la ceniza de las muestras en 10ml de HCl 0,2M, y completar volúmenes a exactamente 50ml con agua destilada. Tapar los tubos con el

plástico "filme de laboratorio", agitarlos bien, y dejar reposar, luego centrifugarlos para obtener una supernatante libre de Si.

5. Determine P, Ca, Mg, K, Na y Al usando este extracto.

**A) Ca y Mg**

- Diluir 4ml de extracto con 1ml de solución de 5,000mg/(ppm)La y mezclar bien.
- Leer valores de Ca y Mg en esta solución diluída por AAS, usando las bandas 422,7 y 285,2nm respectivamente.

**Cálculo:**

$$\%Ca \text{ ó } \%Mg \text{ en plantas} = \frac{(a-b)}{s} \times 6.25 \times 10^{-3} \times fch$$

en lo cual,

a	=	mg/(ppm)Ca o Mg en el extracto diluído
b	=	mg/(ppm)Ca o Mg en el blanco
s	=	peso muestra secada a 105°C
$6.25 \times 10^{-3}$	=	$50 \times \frac{5}{4} \times \frac{100}{1,000,000}$
fch	=	factor de corrección de humedad

**B) K y Na**

- Leer valores de K y Na en el extracto sin dilución, con el espectrofotómetro de llama.

**Cálculo:**

$$\%K \text{ ó } \%Na \text{ en plantas} = \frac{(a-b)}{s} \times 5 \times 10^{-3} \times fch$$

en lo cual,

a	=	mg/l(ppm)K o Na en el extracto
b	=	mg/l (ppm)K o Na en el blanco
s	=	peso muestra secada a 105°C
$5 \times 10^{-3}$	=	$50 \times \frac{100}{1,000,000}$
fch	=	factor de corrección de humedad

### C) Al

- a) Proceder de acuerdo con el método de Aluminon para Al, Sección 24.

**Cálculo:** (Para alicuota de 1ml)

$$\text{Almg/kg(ppm)en plantas} = \frac{(a-b)}{s} \times 50 \times \text{fch}$$

en lo cual,

a	=	mg/l(ppm)Al en el extracto
b	=	mg/l(ppm)Al en el blanco
s	=	peso muestra secada a 105°C
50	=	factor de diluición
fch	=	factor de corrección de humedad

### D) P

- a) Pipetear en tubos de ensayo pequeños con tapas, 1ml de los estándares de trabajo de P preparado para el método de P "Determinación de S y P en materiales de plantas", Sección 31, 1ml de los blancos y 1ml de los extractos de las muestras.
- b) Añadir a cada tubo 2ml de ácido bórico 1% y 3ml del reactivo mezclado (ver Sección 31), tapar los tubos y mezclar bien. Dejar reposar una hora, para que el color azul se desarrolle a su máximo.
- c) Leer la absorbancia en el espectrofotómetro a 882nm (o 720nm).

**Cálculo:**

$$\% \text{ P en plantas} = \frac{(a-b)}{s} \times 5 \times 10^{-3} \times \text{fch}$$

en lo cual,

a	=	mg/l(ppm)P en el extracto
b	=	mg/l(ppm)P en el blanco
s	=	peso muestra secada a 105°C
$5 \times 10^{-3}$	=	$50 \times \frac{100}{1,000,000}$
fch	=	factor de corrección de humedad

**Referencias:**

COCHRANE, T.T. And OROS, R.V. 1967. *Métodos de análisis químicos para suelos tropicales y muestras de plantas*. British Tropical Agricultural Mission to Bolivia.

### 30. DETERMINACION DE P, Ca, Mg, K, Na Y Al EN MATERIALES DE PLANTAS. METODO DIGESTION EN ACIDO PERCLORICO

#### Principio:

Se hace una digestión de la muestra de plantas con ácido perclórico a una temperatura de 210°C. Se diluye la solución de la digestión con agua y se determina P, Ca, Mg, K, Na y Al en el extracto.

#### Equipo:

- Calentador de tubos de ensayo tipo "bloque de aluminio" para 40 tubos tipo "Pyrex" de tamaño 25 x 200mm, con control de temperatura.
- Tubos de ensayo tipo "Pyrex" de 25 x 200mm marcados a 50ml.
- Diluidores semi-automáticos.
- Balanza con precisión de  $\pm 0,001g$ .
- Espectrofotómetro de absorción atómica, A.A.S..
- Fotómetro de llama.
- Espectrofotómetro.

#### Reactivos:

A)  $HClO_3$  A.R. 60.6% (ácido perclórico)

B) Soluciones estándares de Ca, Mg, Na y K. Ver Método "Calcinación" Sección 29, para la preparación de los estándares 1000mg/l(ppm) y 100mg/l(ppm) y en el caso de Mg, de 10mg/l(ppm)

C) Solución La, 10.000mg/l(ppm). (Ver "Método Calcinación", Sección 29).

D) **Estándares de trabajo de Ca y Mg:** De los estándares de Ca 100mg/l(ppm) y Mg (10mg/l(ppm) respectivamente, pipetear una serie de 0, 5, 10, 15, 20, 30 y 40ml en balones volumétricos de 100ml. Agregar 3,2ml de  $HClO_4$  (conc.), 10ml de solución La, 10.000mg/l(ppm) y completar el volumen con agua destilada. Así se va a tener una serie de estándares combinados de 0, 5, 10, 15, 20, 30 y 40mg/l(ppm)Ca, con 0, 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 y 4,0mg/l(ppm)Mg.



- E) **Estándares de trabajo de K y Na.** Pipetear una serie de 0, 2, 4, 6, 8, 12, y 16ml del estándar de K de 100mg/l(ppm) en balones volumétricos de 100ml seguido por 0, 1, 2, 4, 6, 8 y 12ml del estándar Na, 100mg/l(ppm) en la misma serie de balones. Agregar 3,2ml de HClO<sub>4</sub> (conc), y completar los volúmenes a 100ml con agua, para obtener estándares combinados de 0, 2, 4, 6, 8, 12 y 16mg/l(ppm)K y 0, 1, 2, 4, 6, 8, y 12mg/l(ppm)Na.
- F) **Reactivos estándares y estándares de trabajo de Al:** Ver Método de Determinación de Al por Aluminon, Sección 24. Prepare estándares de 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 y 1,0mg/l(ppm)Al.
- G) **Reactivos estándares y estándares de trabajo para determinar P:** Ver Método de "Determinación de S y P en Materiales y Plantas", Sección 31.

#### Procedimiento:

1. Pesar 0,10g de muestras de plantas secadas en un horno a 105°C por 3 horas (molidas y pasadas por un tamiz de 0,7mm), y colocarlas en los tubos de ensayo tipo "Pyrex" marcados a 50ml.
2. Añadir a cada muestra 2ml de ácido perclórico de 60-62%, mojar bien la muestra y colocar los tubos con muestras y blancos en el bloque de aluminio calentador.
3. Elevar **despacio** la temperatura del bloque de aluminio a 210°C y dejarlo a esta temperatura hasta que se termine la digestión de las muestras (cuando la solución está incolora o amarilla pálida). La digestión generalmente tarda aproximadamente 2 horas.
4. Sacar los tubos del bloque, dejarlos enfriar (pero no completamente), y completar los volúmenes a 50ml con agua destilada. Tapar con plástico "filme de laboratorio" y mezclar bien.
5. Determine P, Ca, Mg, K, Na y Al en este extracto.

#### A) Ca y Mg

- a) Diluir 4ml del extracto con 1ml de solución La, 10,000mg/l(ppm), y mezclar bien.

- b) Leer valores de Ca y Mg en esta solución diluída por AAS, usando las bandas 422,7 y 285,2nm respectivamente.

**Cálculo:**

$$\% \text{ Ca ó Mg} = \frac{(a-b)}{s} \times 6.25 \times 10^{-3} \times \text{fch}$$

en lo cual,

a	=	mg/l(ppm)Ca o Mg en el extracto diluído
b	=	mg/l(ppm)Ca o Mg en el blanco
s	=	peso muestra secada a 105°C
6.25x10 <sup>-3</sup>	=	$50 \times \frac{5}{4} \times \frac{100}{1,000,000}$
fch	=	factor de corrección de humedad

**B) K y Na**

- a) Leer valores de K y Na en el extracto con el espectrofotómetro de llama.

**Cálculo:**

$$\% \text{ K ó Na} = \frac{(a-b)}{s} \times 5 \times 10^{-3} \times \text{fch}$$

en lo cual,

a	=	mg/l(ppm)K o Na en el extracto
b	=	mg/l(ppm)K o Na en el blanco
s	=	peso muestra secada a 105°C
5x10 <sup>-3</sup>	=	$\frac{50 \times 100}{1,000,000}$
fch	=	factor de corrección de humedad

**C) Al**

- a) Proceder de acuerdo con el Método de Aluminon para Al, Sección 24.

**Cálculo:**

$$\text{Al mg/kg(ppm)} = \frac{(a-b)}{s} \times 50 \times \text{fch}$$

en lo cual,

a	=	mg/l(ppm)Al en el extracto
b	=	mg/l(ppm)Al en el blanco
s	=	peso muestra secada a 105°C
50	=	factor de dilución
fch	=	factor de corrección de humedad

**D) P**

- Pipetear en tubos de ensayos pequeños con tapas, 1ml de los estándares de trabajo preparados para el método de P "Determinación de S y P en materiales de plantas" (Sección 31), 1ml de los blancos y 1ml de los extractos de plantas.
- Añadir a cada tubo 2ml de ácido bórico 1% y 3ml del reactivo mezclado (Ver Sección 31); tapar los tubos y mezclar bien. Dejar reposar una hora para desarrollar el color azul al máximo.
- Leer la absorbancia en el espectrofotómetro a 882nm (ó 720nm).

**Cálculo:**

$$\% \text{ P en plantas} = \frac{(a-b)}{s} \times 5 \times 10^{-3} \times \text{fch}$$

en lo cual,

a	=	mg/l(ppm)P en el extracto
b	=	mg/l(ppm)P en el blanco
s	=	peso muestra secada a 105°C

$$5 \times 10^{-3} = \frac{50 \times 100}{1,000,000}$$

fch = factor de corrección de humedad

---

**Referencias:**

*Adaptación por COCHRANE, T.T.*

### 31. DETERMINACION DE S Y P EN MATERIALES DE PLANTAS: (MAS K, Na Y Al)

#### Principio

Se hace una fusión del material de plantas con nitrato de magnesio en tubos de ensayo "Pyrex", colocados en un bloque calentador de aluminio a una temperatura de 235°C mantenido por 90 minutos. Después de enfriar la fusión, se hace una digestión con ácido perclórico calentando otra vez a 235°C, pero por 120 minutos. Se mide el S total como  $\text{SO}_4^{2-}$  en el extracto de la digestión diluída, por turbimetría en el espectrofotómetro a 420nm. Se usa el mismo extracto para determinar el P, usando el método de molibdato de amonio azul con ácido ascórbico como agente reductor, leyendo la concentración de P en el espectrofotómetro. La determinación de K, Na y Al es opcional.

#### Equipo

- Calentador de tubos de ensayo tipo "bloque de aluminio" para 40 tubos de 25 x 200mm de tamaño, con control de temperatura hasta un mínimo de 235°C.
- Tubos de ensayo tipo "Pyrex" de 25 x 200mm, marcados a 50ml
- Balanza con precisión de  $\pm 0,001\text{g}$ .
- Espectrofotómetro

#### Reactivos:

##### Para S:

- A)  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ , 50%. Disolver 100mg  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en 100ml  $\text{H}_2\text{O}$ , calentandolo. Si no hay  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ , se podría preparar así: Mezclar 250ml  $\text{HNO}_3$  (A.R.), Sp. Gr. 1.45 con 250ml de agua destilada en un balón de aproximadamente un litro, enfriado por agua. Agregar  $\text{MgO}$  gradualmente hasta que se forme un precipitado y la solución esté alcalina. Filtrar la solución mientras esté caliente y completar el volumen a 500ml con agua destilada.
- B)  $\text{HClO}_4$ , (A.R.) Sp. Gr. 1.695 (ácido perclórico)
- C) Gelatina ("Difco Bacto Gelatin" o una calidad parecida).

D)  $\text{BaCl}_2$  (A.R.)

E) Reactivo gelatina -  $\text{BaCl}_2$ . Disolver 0,3g de gelatina en 100ml de agua destilada caliente (60-70°C) y dejar la solución reposar en el refrigerador a 4°C por 14 horas. Después, sacarla y dejarla afuera para permitir que la temperatura vuelva a la del laboratorio. Luego, agregar 18g de  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  y mezclar hasta que se disuelva. Guardar la solución en el refrigerador. (Hay que sacar este reactivo del refrigerador y dejarlo afuera por 4 horas aproximadamente, antes de usarlo).

F) **Estándares de S.**

1. 100mg/l(ppm)S: Pesar 0,5434g  $\text{K}_2\text{SO}_4$  previamente secado a 105°C por 2 horas, y ponerlo en un balón volumétrico de un litro. Añadir agua para disolverlo y completar el volumen con agua.
2. 25mg/l(ppm)S: Pipetear 25ml del estándar de S de 100mg/l(ppm) en un balón volumétrico de 100ml y completar el volumen con agua.

Estándares de trabajo de S: Pipetear en balones volumétricos de 100ml, 0, 10, 20, 30, 40 y 50ml del estándar 25ml/l(ppm)S, y completar el volumen con agua destilada. Los estándares tienen 0; 2,5; 5; 7,5; 10 y 12,5mg/l(ppm)S.

**Para P:**

G)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2.5M (aproximadamente): Con cuidado y despacio, añadir 35ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc. (A.R.) a aprox. 150ml de **agua destilada**, agitando constantemente. Dejar enfriar y completar el volumen a 250ml con agua destilada.

H) Solución de molibdato de amonio, 4%: Disolver 4g de  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  en **agua destilada** y completar el volumen a 100ml. Guardar en la **oscuridad** en una botella de polietileno.

I) Solución de tartrato de antimonio y potasio, 0,275% (1000mg/l(ppm)Sb): Disolver 0,275g  $\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  en **agua destilada** y completar el volumen a 100ml.

J) Solución de ácido ascórbico, 1,75%: Disolver 1,75g de ácido ascórbico en **agua destilada** y completar el volumen a 100ml.

**Nota:** Debe ser preparada fresca cada día.

**K) Reactivo mezclado:** Sucesivamente añadir con un cilindro de medición a una botella de polietileno los siguientes reactivos, y mezclar bien después de cada adición:

1. 50ml de  $H_2SO_4$  2,5M
2. 15ml de la solución de molibdato de amonio
3. 30ml de la solución de ácido ascórbico
4. 5ml de la solución de tartrato de antimonio y potasio (KSb-tartrato)
5. 200ml **agua destilada**

**Nota:** Hay que preparar este reactivo fresco diariamente.

**L) Acido bórico, 1%:** Disolver 1g  $H_3BO_3$  en 100ml de **agua destilada**

**M) Solución Estándar de P.**

1. 100mg/l(ppm)P: (Si no hay estándar analítico preparado). Pesar 0,4390g de  $KH_2PO_4$  previamente secado a  $105^\circ C$  por 2 horas. Poner en un balón volumétrico de un litro, disolver en agua destilada y completar el volumen con agua destilada.
2. 12mg/l(ppm)P: Pipetear 30ml del estándar de 100mg/l(ppm)P a un balón volumétrico de 250ml y completar el volumen con agua destilada.
3. **Estándares de trabajo del P:** Pipetear en balones volumétricos de 100ml, 0, 10, 20, 30, 40 y 50ml del estándar 12mg/l(ppm)P, y completar el volumen con **agua destilada**. Los estándares tienen 0; 1,2; 2,4; 3,6; 4,8 y 6,0mg/l(ppm)P.

**Nota:** Para el análisis de P, se preparan todos los reactivos con **agua destilada** en lugar de agua desmineralizada, debido a la posible interferencia de Si en el desarrollo del color azul en la reacción.

### **Procedimiento:**

1. Pesar 0,10g de muestra de plantas secada a  $40^\circ C$  por lo menos 24 horas y molida para pasar por tamiz de 0,7mm de diámetro, y colocarla en un tubo de ensayo "Pyrex" marcada a 50ml.

2. Añadir 1,0ml de solución  $Mg(NO_3)_2$ , 50%. La muestra tiene que ser bien mojada.
3. Colocar el tubo en el bloque de Al calentador y elevar la temperatura a  $235^{\circ}C$ . Dejarlo a esta temperatura por 90 minutos.
4. Sacar el tubo, dejarlo enfriar y añadir 2ml de ácido perclórico. Luego ponerlo de nuevo en el calentador bloque de Al, todavía caliente con la temperatura a  $235^{\circ}C$ .
5. Dejar el tubo en el bloque de Al a  $235^{\circ}C$  durante 120 minutos. Después sacarlo, dejarlo enfriar y hacer volumen a 50ml con agua destilada. (Si se enfría por completo, se vuelve sólida la digestión. Esta se disuelve fácilmente en agua).
6. Dejar el extracto por la noche o centrifugarlo antes de sacar alicuotas para análisis. Determinar S y P en este extracto.

#### A. Para determinar S.

- a) Pipetear alicuotas de 10ml de los estándares de trabajo y de los extractos en balones volumétricos de 25ml. Añadir 1ml de reactivo gelatina- $BaCl_2$ , completar el volumen a 25ml con agua, agitar bien y dejar reposar durante 30 minutos.
- b) Agitar los estándares y las muestras de nuevo y leer la absorbancia a 420nm en el espectrofotómetro.

#### Cálculo:

$$\% S \text{ en plantas} = \frac{(a-b)}{s} \times fch \times 50 \times 10^{-3}$$

en lo cual,

$$\begin{aligned} a &= \text{mg/l(ppm)S en extracto de planta diluída} \\ b &= \text{mg/l(ppm)S en blanco} \\ s &= \text{peso muestra de planta secada a } 105^{\circ}C \\ fch &= \text{factor de corrección de humedad} \\ 50 \times 10^{-3} &= \frac{50 \times 100}{1.000.000} \end{aligned}$$



**B. Para determinar P**

- Pipetear en tubos de ensayo pequeños: 1ml de los estándares de trabajo, 1ml del blanco y 1ml del extracto de la muestra
- Añadir 2ml de ácido bórico 1% y 3ml del reactivo mezclado, y mezclar todo bien.
- Dejar las soluciones para reposar una hora para que el color azul se desarrolle a su máximo.
- Leer la absorbancia en el espectrofotómetro a 882nm (ó 720nm).

**Cálculo:**

$$\% \text{ P en plantas} = \frac{(a-b)}{s} \times 5 \times 10^{-3} \times \text{fch}$$

en lo cual,

a	=	mg/l(ppm)P en el extracto
b	=	mg/l(ppm)P en el blanco
s	=	peso muestra secada a 105°C
$5 \times 10^{-3}$	=	$50 \times \frac{100}{1,000,000}$
fch	=	factor de corrección de humedad

**C. Para determinar K, Na y Al (opcional)**

Medir estos elementos de la misma manera como para el método de determinación de K, Na y Al en el Método de calcinación, Sección 29.

**Notas Adicionales:**

Alternativas para las determinaciones de S:

- En lugar del reactivo "gelatina-BaCl<sub>2</sub>", se podría usar el reactivo "Tween-80 - gelatina". (Para preparar, disolver 18,09g de BaCl<sub>2</sub> (A.R.) en 90ml de agua. Añadir 10ml "Tween-80" y calentar para disolver. Enfriar y conservar 24 horas antes de usarlo). Se desarrolla la turbidez usando la proporción de 4ml muestra a 1ml reactivo "BaCl<sub>2</sub>-Tween80"

- b) Para preparar estándares de S: Disolver 27,176g de sulfato de potasio (secado 2 horas a 105°C) en 800ml de agua. Añadir 10ml de ácido perclórico del 70-72% , dejar enfriar y completar el volumen a un litro. Esta solución contiene 5000ugS/ml. Hacer diluciones para obtener un rango entre 1 y 15ugS/ml en 50ml de solución.

---

**Referencias:**

NES, P. 1979. *Routine measurement of total sulphur in biological material*. N.Z. Journal of Science, 22:269 - 72.

Adaptación por COCHRANE, T.T., 1990

## 32. DETERMINACION DE B, Cu, Zn, Fe Y Mo (MAS Ca, Mg, K, Na Y Al), EN MATERIALES DE PLANTAS

### Principio:

Se quema el material de planta en un horno "mufla" a 470°C. Se disuelve la ceniza en ácido clorhídrico y se usa este extracto para las determinaciones.

### Equipos:

- Horno "mufla"
- Tubos de vidrio de capacidad de 50ml con una altura de aproximadamente de 12 cm, para entrar en el horno mufla con su respectiva bandeja de aluminio (para 30-40 tubos)
- Diluidoras semi automáticas
- Calentador de tubos de ensayo tipo "bloque de aluminio"
- Balanza con precisión de  $\pm 0,001g$
- Espectrofotómetro de absorción atómica, A.A.S.
- Espectrofotómetro
- Embudos separatorios de 100ml con tapas

### Reactivos:

- A) HCl 0,2M
- B) HCl 1,0M
- C)  $NH_4OAc$  (acetato de amonio)
- D) EDTA - sal disodica
- E) Acido acético glacial
- F)  $H_2SO_4$ , 1:4 (ácido : agua)
- G) Solución amortiguadora: Disolver 173g de  $NH_4OAc$  y 37,2g DTA en 800ml de agua. Ajustar el pH a 5.2 añadiendo ácido acético glacial o ácido sulfúrico 1:4 (ácido:agua). Añadir agua para completar el volumen a un litro.

- H) Acido ascórbico - L, 2%: Disolver 2g de ácido ascórbico en 100ml de agua.
- I) Reactivo azometina-H. Disolver 0,6g de azometina-H en 100ml de la solución ácido ascórbico 2%. Conservar en el refrigerador. El reactivo solamente dura 3 días.
- J) Acido bórico,  $H_3BO_3$
- K) **Estándard de B de 100mg/l(ppm):** (Si no hay un estándar analítico preparado). Pesar 0,572g de  $H_3BO_3$  previamente secado a  $105^{\circ}C$  por 2 horas, colocarlo en un balón volumétrico de un litro, disolverlo en agua y completar el volumen.
- L) **Estándares de trabajo de B:** Colocar alicuotas de 0; 0,4; 0,8; 1,2 y 1,6ml del estándar de B 100mg/l(ppm) en balones volumétricos de 100ml y completar los volúmenes para obtener estándares de 0; 0,4; 0,8; 1,2 y 1,6mg/l(ppm)B.
- M) **Estándares de Cu.**
- 100mg/l(ppm)Cu:** (Si no hay estándares analíticos preparados). Pesar 0,3930g  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  previamente secado a  $105^{\circ}C$  por 2 horas. Colocarlo en un balón volumétrico de un litro, disolverlo en agua conteniendo 1ml de  $H_2SO_4$  (conc.), y completar el volumen con agua.
  - 10mg/l(ppm)Cu:** pipetear 20ml del estándar 100mg/l(ppm)Cu en un balón volumétrico de 200ml y completar el volumen.
  - Estándares de trabajo de Cu:** Pipetear 0; 1,0; 2,0; 3,0 y 6,0ml del estándar 10mg/l(ppm)Cu en balones volumétricos de 100ml, añadir 10ml de HCl 1M y completar los volúmenes con agua para obtener la serie 0; 0,1; 0,2; 0,3 y 0,6mg/l(ppm)Cu (Estos estándares podrían ser preparados conjuntamente con los estándares de trabajo de Zn).\*

---

\*En tal caso, se añade 10ml de HCl 1M una sola vez antes de completar los volúmenes a 100ml.

## N) Estándares de Zn:

- a) **100mg/l(ppm)Zn:** (Si no hay estándares analíticos preparados). Pesar 0,4398g  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , previamente secado a  $105^\circ\text{C}$  por 2 horas, colocarlo en un balón volumétrico de un litro, disolverlo en agua y completar el volumen.
- b) **10mg/l(ppm)Zn:** Pipetear 20ml del estándar 100mg/l(ppm)Zn en un balón volumétrico de 200ml y completar el volumen con agua.
- c) **Estándares de trabajo de Zn:** Pipetear 0, 2, 4, 6 y 8ml del estándar 10mg/l(ppm)Zn en balones volumétricos de 100ml, añadir 10ml de HCl 1M y completar los volúmenes para obtener la serie 0; 0,2; 0,4; 0,6, y 0,8mg/l(ppm)Zn. (Estos estándares podrían ser preparados conjuntamente con los estándares de Cu)\*.

## O) Estándares de Mn.

- a) **100mg/l(ppm)Mn:** (Si no hay estándares analíticos preparados). Pesar 0,4060g de  $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  previamente secado a  $105^\circ\text{C}$  por 2 horas, colocarlo en un balón volumétrico de un litro, disolverlo en agua conteniendo 1ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (conc.), y completar el volumen con agua.
- b) **10mg/l(ppm)Mn:** Pipetear 20ml del estándar 100mg/l(ppm)Mn en un balón volumétrico de 200ml y completar el volumen.
- c) **Estándares de trabajo de Mn:** Pipetear 0, 5, 10, 15, 20 y 30ml del estándar 10mg/l(ppm)Mn en balones volumétricos de 100ml, añadir 10ml de HCl 1M y completar volúmenes para obtener las series 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 y 3,0ppm Mn. (Estos estándares podrían ser preparados conjuntamente con los estándares de trabajo de Fe\*).

## P) Estándares de Fe.

- a) **100mg/l(ppm)Fe:** (Si no hay estándares analíticos preparados). Disolver 0,1000g de alambre de Fe (limpio sin oxidación), en aproximadamente

---

\*En tal caso, se añade 10ml de HCl 1M una sola vez antes de completar los volúmenes a 100ml.

10ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (conc.) A.R. calentandolo en un balón volumétrico de un litro. Dejar enfriar y completar el volumen.

- b) **Estándares de trabajo de Fe:** Pipetear 0, 1, 2, 3, 4 y 6ml del estándar 100mg/l(ppm)Fe en balones volumétricos de 100ml, añadir 10ml de 1M HCl, y completar los volúmenes para obtener las series 0, 1, 2, 3, 4 y 6mg/l(ppm)Fe. (Se podría preparar estos estándares conjuntamente con los estándares de  $\text{Mn}^{*}$ ).

Q) **Cloruro ferrico  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 0.5% solución:** Disolver 5g de  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en agua y completar el volumen hasta un litro.

R) **Tiocianato de amonio  $\text{NH}_4\text{SCN}$ , 40% en agua**

S) **Cloruro estanoso  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 40% en HCl 1M:** Disolver 40g de  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  en 20ml HCl 5M y diluirlo hasta 100ml.

**Nota:** Tiene que ser preparado fresco cada día.

T) **Solvente orgánico: Eter isopropilo.**

**Nota:** Se lava el solvente antes de usarlo con una mezcla de las soluciones  $\text{SnCl}_2$ ,  $\text{NH}_4\text{SCN}$  y agua, 1:1:8 en embudos separatorios. Colocar 100ml isopropyl ether y 10ml de la solución lavadora en el embudo separatorio. Agitar fuertemente. Dejar separar las fases, drenar y botar afuera la fase acuosa. Lavar de nuevo con 10ml HCl 2M, drenar y botar afuera la solución de ácido. Repetir este procedimiento 4 o 5 veces.

U) **Nitrato de sodio,  $\text{NaNO}_3$  42,5% solución:** Disolver 42,5g de  $\text{NaNO}_3$  en agua y completar a 100ml.

V) **Reactivos alternativos:**

- a) Solvente orgánico: Mezclar  $\text{CCl}_4$  con alcohol iso-amílico en la proporción 1:1 por volumen
- b) Tiocianato de potasio KSCN 40%, en lugar de la solución  $\text{NH}_4\text{SCN}$ .

---

\* En tal caso, se añade 10ml de HCl 1M una sola vez antes de completar los volúmenes a 100ml.

- c) Sulfato de hierro y amonio  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 5% en agua, en lugar de la solución de  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

**W) Estándares de Mo.**

- a) 1000mg/l(ppm)Mo. (Si no hay estándar analítico preparado en ampollas). Pesar 1,500g  $\text{MoO}_3$  previamente secado a 105°C por 2 horas. Colocarlo en un balón volumétrico de un litro. Agregar 5ml de NaOH 5M para disolverlo. Diluir hasta aproximadamente 500ml con agua y acidificar la solución con aproximadamente 2ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  4M. Completar el volumen con agua.
- b) Mo 100mg/l(ppm). Pipetear 20ml estándar de Mo 1000mg/l(ppm) en un balón volumétrico de 200ml y completar el volumen con agua.
- c) Mo 10mg/l(ppm). Pipetear 20ml estándar de Mo 100mg/l(ppm) en un balón volumétrico de 200ml y completar el volumen con agua.
- d) Soluciones estándares de trabajo de Mo: Añadir 0; 2,5; 5, 10 y 20ml de la solución 10mg/l(ppm)Mo a balones volumétricos de 100ml para obtener las series. 0; 0,25; 0,5; 1 y 2mg/l(ppm)Mo.

**Procedimiento:**

1. Pesar 0,5g de muestra secada a 105°C y molida para pasar por un tamiz de 0,7mm (3,0g en el caso de análisis de Mo), transferirla a un crisol de porcelana y colocarla en el horno "mufla"
2. Elevar gradualmente la temperatura del horno a 470°C e incinerar la muestra por 4-5 horas a esta temperatura. Después dejar enfriar.
3. Sacar la muestra de la mufla y añadir 1ml HCl (conc.) 1:1 (ácido:agua) (ó 2ml en el caso de análisis de Mo). Colocar un calentador de tubos de ensayo tipo "bloque de aluminio" en una campana de gas, y calentar a 100°C hasta que se sequen.
4. Disolver la ceniza en exáctamente 10ml de HCl 0,2M. Hay que añadir el ácido poco a poco mezclando bién con un palito de polietileno duro. Luego guardar los extractos en tubos de centrifuga de polietileno con tapas. (En casos necesarios, hay que centrifugar los tubos para bajar sedimentos no solubles).

5. Determinar B, Cu, Zn, Mn, y Fe en este extracto hecho con 0,5g muestra seca, y en casos deseados, Ca, Mg, K, Na, y Al. Para determinar Al, se disuelve una alícuota de 2ml del extracto hasta 10ml con HCl 0,2M y proceder como se ha descrito en la Sección 24, párrafo 2.

**A) Boro**

1. Transferir alícuotas de 2ml de los extractos, y 2ml de las soluciones estándares de trabajo, a tubos pequeños de polietileno. Añadir 2ml de la solución amortiguadora y mezclar bien. Después añadir 2ml del reactivo azometina-H, mezclar bien y dejar 2 horas.
2. Después de 2 horas, leer la concentración del B en el espectrofotómetro por absorbancia a 420nm.

**Cálculo:**

$$B, \text{ mg/kg(ppm)} = \frac{(a-b)}{s} \times 10 \times \text{fch}$$

en lo cual,

a	=	mg/l(ppm)B en el extracto
b	=	mg/l(ppm)B en el blanco
s	=	peso en g, muestra secada a 105°C
10	=	dilución del extracto
fch	=	factor de corrección de humedad.

**B) Cu, Zn, Mn y Fe**

1. Tomar una alícuota de 2ml del extracto y diluirlo a 4ml con agua (1:1).
2. Leer las concentraciones de Zn, Mn y Fe en el extracto diluido con el AAS a las bandas 219,9; 279,5 y 248,3nm, respectivamente.

**Cálculo:**

$$Cu, Zn, Mn \text{ o } Fe \text{ mg/kg(ppm)} = \frac{(a-b)}{s} \times 20 \times \text{fch}$$



en lo cual,

a	=	mg/l(ppm)Cu, Zn, Mn o Fe en el extracto
b	=	mg/l(ppm)Cu, Zn, Mn o Fe en el blanco
s	=	peso muestra g, secada a 105°C
20	=	10 x 2, factor de dilución
fch	=	factor de corrección de humedad

### C) Mo

1. Filtrar los extractos de 3g de las muestras por un papel Whatman No.42 a embudos separatorios de 100ml, y también 16ml de los estándares de 0; 0,25; 0,5; 1,0 y 2mg/l(ppm)Mo y 16ml de los blancos. Añadir 20ml HCl 2M y 30ml agua y mezclar bien.
2. Añadir 1ml de la solución FeCl<sub>3</sub>, y mezclar bien.
3. Añadir 1ml de la solución de nitrato de sodio, 40%.
4. Añadir 1ml de la solución de tiocianato de amonio, 40% y mezclar bien.
5. Añadir 2ml de la solución SnCl<sub>2</sub>, 40% y mezclar bien.
6. Añadir exactamente 6ml del solvente orgánico y mezclar bien por 2 minutos, agitando fuertemente. Dejar por 15 minutos.
7. Agitar los embudos separatorios de nuevo durante 2 minutos y dejar separar las fases por lo menos 15 minutos.
8. Separar la fase orgánica, filtrando por un papel Whatman No.41, y leer la concentración de Mo en esta fase con el espectrofotómetro por absorbancia a 470nm.

### Cálculo:

$$\text{Mo, mg/kg(ppm)} = \frac{(a-b)}{s} \times 6 \times \text{fch}$$

en lo cual,

a	=	mg/l(ppm)Mo en el extracto
b	=	mg/l(ppm)Mo en el blanco
s	=	peso en g, muestra secada a 105°C
fch	=	factor de corrección de humedad
6	=	factor de dilución

**Notas:** Hay posibles interferencias con tungsteno, titanio, vanadio y platino con el método. Si se nota que hay diferencias en los colores de los extractos comparados con los estándares debido a posibles interferencias, se podría eliminarlas, diluyendo la muestra a 20ml con HCl (conc.) para obtener una concentración equivalente de HCl 6M, añadiendo 4ml de ácido cítrico de 40% en HCl 6M y extrayendo esta solución con 4 porciones sucesivas de 25ml de eter etílico. Entonces, añadir 10ml de agua a los extractos de eter en un embudo separatorio, y agitar para transferir el Mo al agua, botando afuera el eter; se procede con el análisis añadiendo 3ml HCl 4M, 3ml agua, 1ml solución FeCl<sub>3</sub>, 1ml solución NH<sub>4</sub>SCN y 1ml solución BaCl<sub>2</sub>, y extrayendo con 6ml de solvente orgánico como se indica arriba.

---

### Referencias:

- COCHRANE, T.T.y OROS, R.V. 1967. *Métodos de análisis químicos para suelos tropicales y muestras de plantas*. British Tropical Agricultural Mission to Bolivia.
- KUBOTA, J y CARY, E.E. *Cobalt, molybdenum, and selenium*. In: *Methods of Soil Analysis, Part 2. Chemical and Microbiological Properties*. Agronomy Mongraph No.9, (2nd Edition) A.S.A.-SSSA, Wisconsin, USA: p 491-3

Adaptación por COCHRANE, T.T.1990.

## APENDICE 1

### PRECISION, ERRORES, CONTROL DE CALIDAD Y

#### REPORTAJE DE RESULTADOS

##### A. Precisión

La precisión de los análisis de suelo y de materiales de plantas depende en gran parte de:

- a. El submuestreo de las muestras dentro del laboratorio y
  - b. La precisión de las mediciones.
1. En la Sección 2, se ha recomendado un método de sub-muestreo de las muestras de suelos recibido por el laboratorio y que se pesa una muestra de suelo para análisis hasta una precisión de  $\pm 1\%$ . Esto es fundamental para obtener un análisis confiable.
  2. Se da énfasis en que el tamaño de la sub-muestra usada para un análisis influye en la precisión del resultado. Si la precisión de las medidas dentro del laboratorio es igual, la precisión relativa del análisis sería mayor cuando se usa una sub-muestra mayor. (Por ejemplo: cuando se mide 5cm con una regla con un error máximo absoluto de  $\pm 0,1\text{cm}$ , entonces el error máximo relativo  $\pm 0,1/5$  sería mayor que cuando se lee 100cm con la misma precisión,  $\pm 0,1/100$ . - Todo es relativo).
  3. La precisión del análisis también depende en el número de pasos individuales del análisis. En lo posible, se debe tratar de reducir los pasos a 2 ó 3; por ejemplo, una extracción, (dilución), y lectura por máquina o titulación. -Si un análisis tiene 2 pasos, cada uno con una precisión de  $\pm 0,5\%$ , la suma de la variabilidad sería  $\pm 1\%$ . Si el mismo análisis tiene 5 pasos la suma de la variabilidad sería  $\pm 2,5\%$ .
  4. Cuando se dice que en un instrumento se mide hasta la unidad más cercana de, por ejemplo, 0,1 con 100% de precisión, quiere decir que el instrumento permite una lectura con una confianza de  $\pm 0,05$ , porque el error máximo sería la mitad de la unidad 0,1 legible en el instrumento. - Es importante tomar este

principio en cuenta cuando se usa balanzas, espectrométros u otros instrumentos.

5. Cuando se trata de la medición de volúmenes es necesario tomar en cuenta la precisión de los frascos volumétricos, buretas o pipetas graduadas; algunos han sido especialmente estandarizados, y otros son de clase "A" con un poco menos de precisión, y otros son de clase "B" con menos precisión todavía. La precisión de las mediciones de estos "instrumentos" depende de la temperatura. También se tiene que tomar en cuenta que hay que tener mucho cuidado con el uso de pipetas; generalmente éstas deben drenar por sí solas, tocando el lado del recipiente con la punta de la pipeta.

## **B. Errores y Control de Calidad**

En adición a las consideraciones de precisión, hay 2 tipos de errores en análisis:

1. **Errores sistemáticos.** Este tipo de error se debe al procedimiento analítico usado, o una falla constante en las mediciones. (Por ejemplo: uso de frascos volumétricos o buretas imprecisas, o una falla o falta de calibración de un instrumento).

Es necesario revisar los procedimientos analíticos con cuidado para eliminar este problema; una forma para detectar tales problemas es usar "muestras de control" con resultados analíticos estandarizados. Por eso, es importante incluir muestras de control en cada lote de análisis. También se hace análisis en blanco para detectar posibles errores sistemáticos debido a agua de baja calidad, reactivos contaminados, falta de limpieza de recipientes y otras fuentes de contaminación como polvo y manos sucias de técnicos de laboratorio.

2. **Errores aleatorios.** Generalmente cuando se realizan determinaciones de la misma muestra, se encuentra que los valores de los resultados varían. La "curva de frecuencia" de estos valores determina la reproductibilidad del análisis.

La variación en los resultados puede depender de muchos factores como fluctuaciones en temperatura, variaciones en lecturas por instrumentos y especialmente en la habilidad de los técnicos de leer instrumentos, volúmenes y controlar tiempos de extracción, etc. Este tipo de desviación del verdadero valor de la medida se llama "error aleatorio". Para determinaciones precisas, se hace análisis con varias repeticiones de la misma muestra. Sin embargo, cuando se

estabiliza una "rutina" para un método analítico, normalmente se analiza solamente una vez y se trata en lo posible de reducir el error aleatorio a un rango muy estrecho. No obstante, como una medida de control para análisis preciso, muchas veces se usan muestras duplicadas para verificar la técnica del laboratorista.

Para verificar que la distribución aleatoria o la reproductibilidad de los resultados analíticos tiene un rango estrecho, y como un método para controlar la calidad de los análisis en el laboratorio, es aconsejable comparar los resultados del análisis de los controles después de cada 15 análisis (aprox.), usando la siguiente ecuación:

$$t = \frac{r - m}{s/N^{1/2}}$$

en lo cual,

t	=	prueba de "t" de "Student"
r	=	valor analítico estandarizado de la muestra de control o de "referencia"
m	=	valor promedio de los resultados de los 15 análisis de la muestra de control
s	=	desviación estandard de los 15 análisis de control
N	=	número de los análisis de control

Para chequear si los valores de los análisis del control difieren significativamente de su valor real, se calcula el valor "t" y se lo compara con los valores en la siguiente tabla de "puntos de probabilidad de la distribución "t".

Puntos de probabilidad de la distribución-t				
N-1	P			
	0,005	0,01	0,05	0,01
1	12,7	63,7	12,7	6,31
2	14,1	9,92	4,30	2,92
3	7,45	5,84	3,18	2,35
4	5,60	4,60	2,78	2,13
5	4,77	4,03	2,57	2,91
6	4,32	3,71	2,45	1,94
7	4,03	3,50	2,36	1,89
8	3,83	3,36	2,31	1,86
9	3,69	3,25	2,26	1,83
10	3,58	3,17	2,23	1,81
11	3,50	3,11	2,20	1,80
12	3,43	3,05	2,18	1,78
13	3,37	3,01	2,16	1,77
14	3,33	2,98	2,14	1,76
15	3,29	2,95	2,13	1,75
16	3,25	2,92	2,12	1,75
17	3,22	2,90	2,11	1,74
18	3,20	2,88	2,10	1,73
19	3,17	2,86	2,09	1,73
20	3,15	2,85	2,09	1,72
21	3,14	2,83	2,08	1,72
22	3,12	2,82	2,07	1,72
23	3,10	2,81	2,07	1,71
24	3,09	2,80	2,06	1,71
25	3,08	2,79	2,06	1,71

Se lee "N-1" en la columna de la izquierda, y el correspondiente valor de "t" a los diferentes niveles de probabilidad. Por ejemplo, si el valor calculado de "t" es mayor que "t" al 0,05 nivel de probabilidad ( $P < 0,05$ ), este indica que el valor de "t" calculado tiene una probabilidad de menos de 5 en 100 que va a ocurrir por azar. Esto implica que no hay una diferencia significativa entre el valor real y el valor medido en el laboratorio. Generalmente se usa el punto  $P < 0,05$  para indicar diferencias significativas.

Se nota que se debe usar por lo menos una muestra de control por cada 20 muestras en los análisis de rutina, y que los técnicos haciendo los análisis no deben saber cuales son. El Jefe de laboratorio debe calcular los valores de "t" periódicamente, como prueba de control de precisión en el laboratorio.

### **C. Reportaje de Resultados**

En los análisis de suelos y materiales de plantas, se miden varias cantidades a diferentes grados de precisión. Las siguientes reglas son útiles para saber la manera de reportar resultados.

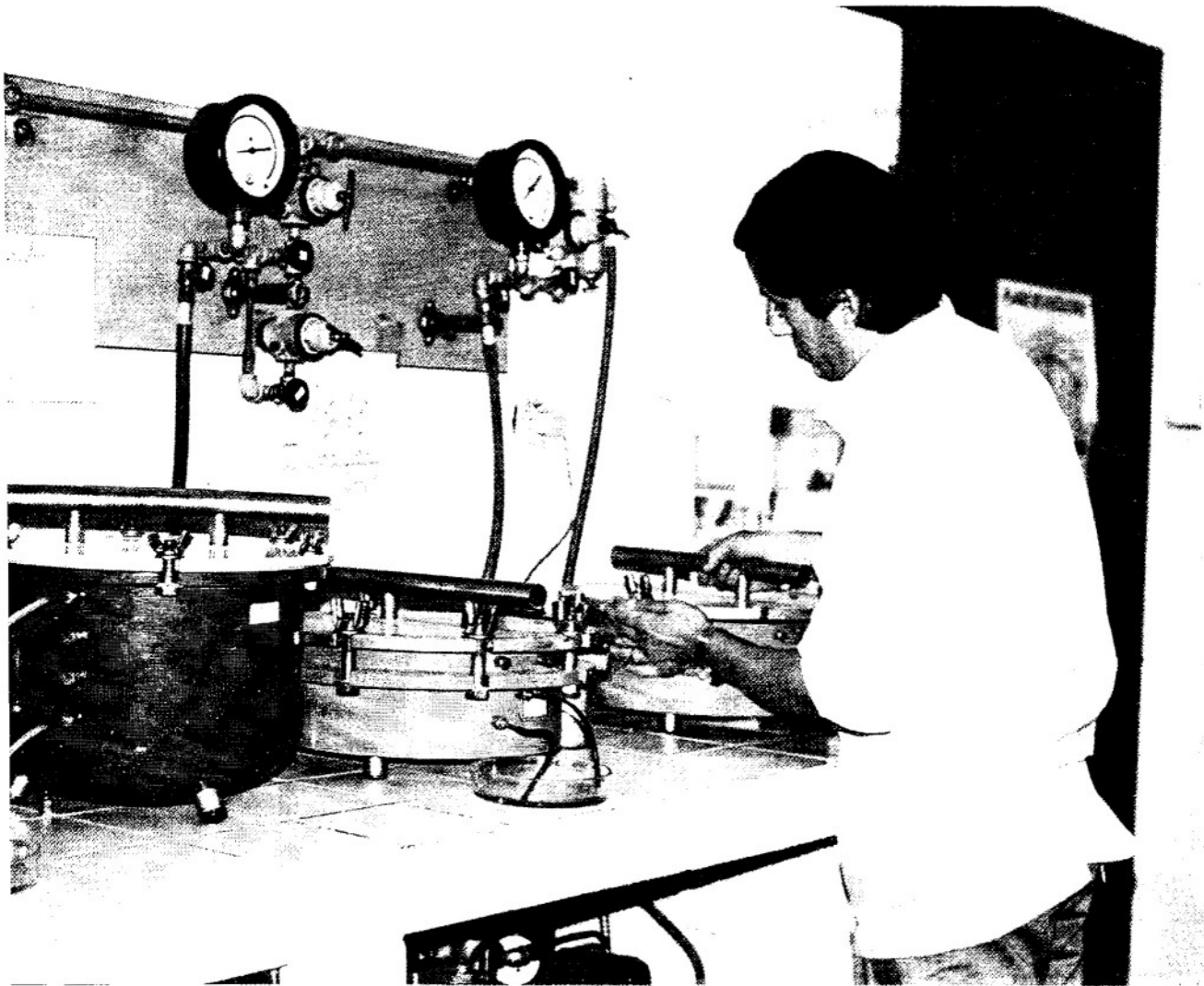
1. En las sumas y restas, no se deben retener más cifras decimales que las confiables en la cantidad que tiene el menor número de cifras decimales confiables.
2. En las multiplicaciones y las divisiones, no se deben retener más cifras significativas que las cifras confiables en el factor con la menor cantidad de cifras significativas. No obstante, cuando se efectúan varios cálculos se debe mantener una cifra más de las que esta regla indica, hasta obtener el resultado final.

**APENDICE 2****LA CONCENTRACION DE REACTIVOS ANALITICOS LIQUIDOS**

1. Acido acético glacial: no menos de 99,5% por peso.
2. Acido acético 6M: diluir 350ml ácido acético glacial con agua a un litro.
3. Hidróxido de amonio conc. 15M. Sp.Gr.0,90. tiene aprox. 28%  $\text{NH}_3$  por peso.
4. Hidróxido de amonia 6M. Sp.Gr 0,96: Tiene aprox. 10%  $\text{NH}_3$  por peso. Para preparar añadir 3 volúmenes de agua a 2 volúmenes de  $\text{NH}_4\text{OH}$ .
5. Acido clorhídrico conc. 12M. Sp.Gr.1,19: tiene aprox. 37%  $\text{HCl}$ .
6. Acido clorhídrico 6M: Añadir  $\text{HCl}$  conc. a un volumen igual de agua.
7. Acido hidrofúrico.  $\text{HF}$  48% de solución.
8. Acido nítrico conc. 16M. Sp.Gr. 1,42. Tiene aprox. 70%  $\text{HNO}_3$  por peso.
9. Acido nítrico 6M. Diluir 350ml de  $\text{HNO}_3$  conc. con agua a un litro.
10. Acido perclórico.  $\text{HClO}_4$  9M. Sp.Gr 1,53: Tiene aprox. 60% por peso.
11. Acido ortofosfórico 85% solución.
12. Acido sulfúrico conc. 18M. Sp.Gr.1,84: tiene aprox. 93%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  por Peso.
13. Acido sulfúrico 9M: **con cuidado y despacio**. echar  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc. a un volumen igual de agua.
14. Acido sulfúrico 3M: **con cuidado y despacio**, echar 167ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc. a 700ml de agua fría y diluir hasta un litro.



# ANALISIS FISICO DE SUELOS



### **33. DISTRIBUCION DEL TAMAÑO DE PARTICULAS EN 3 CLASES (PARA TEXTURA) - METODO DE HIDROMETRO**

#### **Principio:**

El análisis mecánico de suelo tiene el propósito de especificar su textura por la determinación de los contenidos de arcilla, limo y arena de la fracción del suelo que ha pasado por un tamiz de abertura de 2mm. En suelos que tienen materiales de más de 2mm de diámetro (como grava y piedras), es necesario determinar el porcentaje del suelo que ocupa esta fracción.

Los suelos son dispersados dentro de sus partículas primarias por agitación con una solución dispersante que consiste en una mezcla de hexametáfosfato y carbonato de sodio. Este dispersante es satisfactorio para la mayoría de suelos, pero para suelos con grandes contenidos de materia orgánica (>5%) se debería dispersar el suelo con agua oxigenada para remover la materia orgánica y luego con la mezcla de hexametáfosfato y carbonato de sodio.

Cuando el suelo ya ha sido dispersado, la suspensión es transferida con agua destilada dentro de un cilindro de 1000ml de capacidad. Después de seis horas de sedimentación cuando quedan solamente partículas de arcilla en la suspensión se registra la concentración de arcilla con un hidrómetro calibrado. El contenido de arena se determina tamizando la suspensión con un tamiz de abertura de 53 micrómetros y el contenido de limo se calcula por diferencia.

#### **Equipos:**

- Tazas de dispersión de 600ml de capacidad o frascos plásticos de 600ml de capacidad.
- Botellas resistentes al calor de 600ml de capacidad con tapas tipo rosca (para dispersión de suelos con altas cantidades de materia orgánica).
- Agitadora eléctrica (tipo licuadora) o agitadora mecánica tipo horizontal.
- Cilindros de sedimentación de 1000ml de capacidad.
- Hidrómetro ASTM 152H con escala de Bouyoucos en gramos por litro.
- Termómetro que registra hasta 0,1°C.
- Tamiz de abertura de 53 micrómetros.

- Cápsulas de aluminio.
- Estufa.
- Desecadora.
- Balanza que registra hasta 2 decimales.
- Pizeta

**Reactivos:**

- A) Solución dispersante. Secar hexametáfosfato de sodio por dos horas a 105°C. Luego pesar 40,0g de hexametáfosfato de sodio y 10,0g de carbonato de sodio y disolver en 100ml de agua destilada.
- B) Agua oxigenada, 30% (100 vols.)
- C) Alcohol amylico

**Procedimiento:****a) Dispersión con hexametáfosfato y carbonato de sodio (para suelos con <5% materia orgánica)**

1. Echar 40,0g de suelo secado en el aire en un frasco plástico de 600ml de capacidad.
2. Agregar 100ml de solución dispersante y 400ml de agua destilada y dejar por 10 minutos.
3. Si se usa **agitadora eléctrica** transferir la solución a las tazas de dispersión con ayuda de una pizeta, y mezclar la suspensión con agitadora eléctrica por 5 minutos.

Si se usa una **agitadora mecánica** tipo horizontal, colocar directamente los frascos plásticos con la solución y agitar por 1,5 horas.

4. Transferir la suspensión dentro de un cilindro de 1000ml y echar agua destilada hasta que llegue a 1000ml. **(Es más conveniente no preparar más de 25 cilindros de una sola vez).**
5. Preparar un testigo - un cilindro que tiene 100ml de solución dispersante y 900ml de agua destilada.

6. Cuando todos los cilindros estén preparados, mezclar bien cada uno tapando el cilindro con una tapa e invirtiendo completamente el cilindro por varias veces durante 25 segundos.
  7. Después de 6 horas de sedimentación tomar la lectura (L) de cada cilindro en torno con el hidrómetro registrando los valores en el Formulario No.1. Introducir el hidrómetro cuidadosamente dentro del cilindro unos 10 segundos antes de tomar la lectura.
  8. Registrar la temperatura de las suspensiones y el valor del hidrómetro del cilindro testigo ( $L_t$ )
  9. Echar toda la suspensión de cada cilindro dentro de un tamiz de abertura de 53 micrómetros y agitar el residuo con agua debajo de un grifo, hasta que pase toda la materia fina. El interior del cilindro debe quedar bien limpio de suelo.
  10. Transferir los contenidos de cada tamiz dentro de una cápsula de aluminio de peso conocido, secar a 105°C por 3 horas, dejar enfriar en desecadora o en la misma estufa y pesar para calcular el peso de arena.
- b) Dispersión con agua oxigenada hexametáfosfato y carbonato de sodio (para suelos con > 5% materia orgánica)**
1. Echar 40,0g de suelo secado en el aire en una botella resistente al calor de 600ml de capacidad con una tapa tipo rosca.
  2. Agregar 100ml de agua destilada, luego 10ml de agua oxigenada (30%) y girar para mezclar. Si burbujea y comienza a rebalsar, se echa una gota de alcohol amílico.
  3. Cuando ya ha calmado la reacción calentar la botella por 30 minutos en el baño maría con agua hirviendo para destruir cualquier agua oxigenada que no ha reaccionado. Remover la botella y dejar enfriar.
  4. Echar 100ml de solución dispersante y 300ml de agua destilada y dejar por 10 minutos.
  5. Luego proceder con los pasos 3) a 10) de la parte (a) del procedimiento.

**Nota:**

- 1) Se puede usar agua de lluvia en lugar de agua destilada. Si no se dispone de agua destilada ni agua de lluvia se tiene que usar agua corriente del grifo.
- 2) Si se moja el tamiz con una solución de jabón esto mejorará su mojamiento y aumentará el flujo.

**Cálculo: (Se refiere al Formulario No.1).**

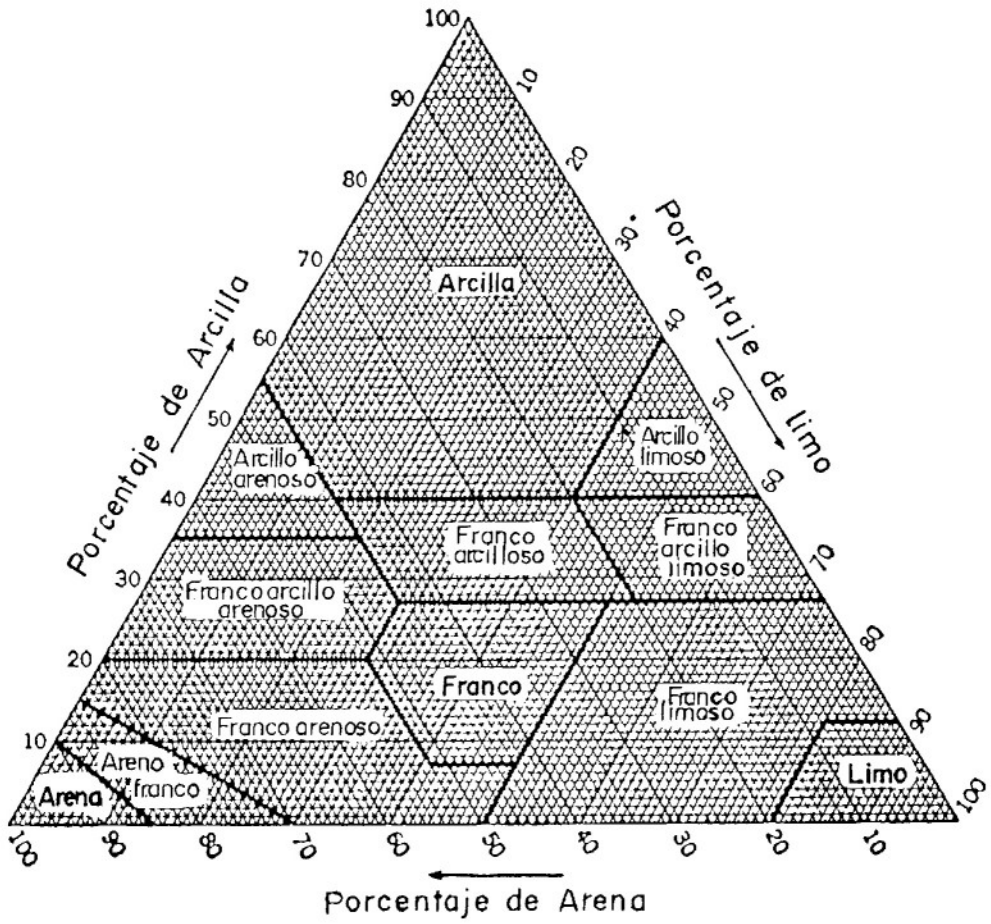
1. Hacer la corrección de la lectura del hidrómetro ( $L$ ) por la temperatura de la suspensión. Por cada grado centígrado arriba de  $20^{\circ}\text{C}$ , agregar 0,36 a la lectura ( $L$ ) del hidrómetro, y por cada grado centígrado debajo de  $20^{\circ}\text{C}$ , restar 0,36 para conseguir el valor corregido ( $L_c$ ).
2. **Porcentaje de arcilla** =  $2,5 (L_c - L_t)\%$   
donde  $L_t$  = lectura del hidrómetro en testigo.
3. **Porcentaje de arena** =  $2,5 P$   
donde  $P$  = peso de arena seca.
4. **Porcentaje de limo** =  $100 - 2,5P - 2,5 (L_c - L_t)$
5. Determinar la textura del suelo del triángulo de textura Fig. 1).

---

**Referencias**

- DAY, PR. 1965. *Particle fractionation and particle size analysis*, Chapter 43 in "Methods of Soil Analysis", Part 1. Agronomy Series No. 9, American Society of Agronomy, Madison, Winconin, USA.

Figura 1  
**TRIANGULO DE TEXTURA**





## **34. ARCILLA DISPERSABLE POR AGUA - PARAMETRO DERIVADO: INDICE DE FLOCULACION**

### **Principio:**

La arcilla dispersada por agua se refiere al contenido de arcilla en el suelo que es fácilmente dispersado por agitación en agua. También se la llama arcilla natural. El contenido de arcilla determinado con la adición de la solución dispersante da el contenido de arcilla total, es decir la arcilla fácilmente dispersada más la arcilla que queda agregada como partículas del tamaño de limo y arena.

Se determina el contenido de arcilla dispersada por agua mediante el análisis de la distribución del tamaño de partículas en 3 clases (para textura) - método de hidrómetro (ver Sección 33) pero sin el uso de la solución dispersante ni del agua oxigenada.

### **Equipo:**

- Similar que para la distribución de partículas en 3 clases (para textura) - método de hidrómetro (ver Sección 33)

### **Reactivos:**

Ninguno

### **Procedimiento:**

Seguir el método para el análisis de la distribución del tamaño de partículas en 3 clases (para textura) - método de hidrómetro; pero sin el uso de la solución dispersante y agua oxigenada (ver Sección 33, pasos a) 1-8 solamente).



**Cálculo: (referente al Formulario No. 1)****a) Arcilla dispersable por agua.**

1. Hacer la corrección de la lectura del hidrómetro (L) por la temperatura. Por cada grado centígrado arriba de 20°C, agregar 0,36 a la lectura (L) del hidrómetro, y por cada grado centígrado debajo de 20°C, restar 0,36 para obtener el valor corregido ( $L_c$ ).
2. Porcentaje de arcilla dispersable por agua =  $2,5 (L_c - L_t)$ .

en lo cual,

$L_t$  = lectura del hidrómetro en testigo.

**b) Índice de Floculación.**

El índice de floculación indica el estado de agregación de la arcilla en el suelo y puede ser utilizado como un índice de la estabilidad de la estructura del suelo.

$$\text{Índice de floculación} = \frac{(\text{arcilla total} - \text{arcilla dispersable por agua})}{\text{arcilla total}} 100\%$$

en lo cual,

arcilla total = contenido de arcilla determinado con solución dispersante como en la Sección 33.

**Referencias:**

- VAN REEUWIJK (ed.) 1986. *Procedures for soil analysis*, 2nd. edition. Technical paper No. 9. International Soil Reference and Information Centre, Wageningen, The Netherlands. page 37.



## 35. DISTRIBUCION DEL TAMAÑO DE PARTICULAS EN 8 CLASES - METODO DEL HIDROMETRO

### Principio:

El principio es igual al de la "Distribución del tamaño de partículas en 3 clases (para textura) - Método de Hidrómetro", pero se toman mas mediciones que permite hacer una curva de la distribución de los tamaños de partículas con el propósito de determinar los porcentajes de ocho fracciones de partículas que corresponden a la arena muy gruesa (2000-1000 $\mu$ m), arena gruesa (1000-500 $\mu$ m), arena mediana (500-250 $\mu$ m), arena fina (250-100 $\mu$ m), arena muy fina (100-50 $\mu$ m), limo grueso (50-20 $\mu$ m), limo fino (20-2 $\mu$ m) y arcilla (<2 $\mu$ m). En la mayoría de los suelos se usa la mezcla de hexametáfosfato de sodio y carbonato de sodio para dispersar el suelo; en suelos con alto contenido de materia orgánica (>5%) se utilizará agua oxigenada para remover la materia orgánica y luego la mezcla de hexametáfosfato y carbonato de sodio.

### Equipos:

- Frascos plásticos de 600ml de capacidad.
- Baño maría
- Tazas de dispersión de 600ml de capacidad.
- Botellas resistentes al calor de 600ml de capacidad con tapa tipo rosca (para suelos con >5% de materia orgánica).
- Agitadora eléctrica (tipo licuadora) o agitadora mecánica, tipo horizontal.
- Cilindros de sedimentación de 1000ml de capacidad.
- Hidrómetro ASTM No. 152H graduado en gramos por litro.
- Termómetro que registra hasta por lo menos  $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$
- Tamices de 5 pulgadas de diámetro y de tamaños de abertura de 53, 106, 250, 500 y 1000 micrómetros (Nos. 270, 140, 60, 35 y 18 respectivamente), base y tapa.
- Agitadora de tamices.
- Cápsulas de aluminio.
- Cepillo.

- Pizeta.
- Estufa.
- Cronómetro.
- Desecador
- Balanza que registra hasta 2 decimales.

**Reactivos:**

- A) Solución dispersante - secar hexametáfosfato de sodio por dos horas a 105°C. Luego pesar 40,0g de hexametáfosfato de sodio y 10,0g de carbonato de sodio y disolver en 1000ml de agua destilada.
- B) Agua oxigenada 30% (100 vols).
- C) Alcohol amylico.

**Nota:**

En lugar de agua destilada, se puede usar agua de lluvia. Si no se dispone de agua destilada ni agua de lluvia se tiene que usar agua corriente del grifo.

**Procedimiento:**

(Se recomienda que hagan un máximo de 10 muestras en una vez)

- a) **Dispersión con hexametáfosfato y carbonato de sodio (para suelos con <5% materia orgánica)**
  1. Pesar 40,0g de suelo en cápsula de aluminio de peso conocido. Secarlo a 105°C por 24 horas, enfriar en desecador y pesar el suelo seco. Registrar los valores en el Formulario No. 3. Usar una copia de dicho formulario para cada muestra.
  2. Pesar otra muestra de 40,0g del mismo suelo y poner en un frasco plástico de 600ml.
  3. Agregar 100ml de solución dispersante y 400ml de agua destilada y dejar por 10 minutos o más.
  4. Si se usa un **agitador eléctrico**, transferir la suspensión dentro de una taza de dispersión con ayuda de una pizeta y agitar por 5 minutos.

Alternativamente si se usa un **agitador mecánico** tipo horizontal colocar directamente los frascos con la suspensión y agitar por 1,5 horas.

5. Transferir la suspensión dentro de un cilindro de 1000ml que está en un baño maría a una temperatura ajustada a 30°C.
6. Añadir agua destilada al cilindro hasta que llegue a 1000ml.
7. Registrar la temperatura inicial de la suspensión cuando ya sea constante en el Formulario No.1.
8. Tapar el primer cilindro con un tapón y agitar invirtiéndolo una vez por segundo por 20 segundos para mezclar bien. Luego pararlo dentro del baño maría, registrar la hora inmediatamente en el Formulario No.1 e introducir el hidrómetro dentro del cilindro lentamente y con mucho cuidado para que no altere la precipitación de las partículas.
9. Tomar la lectura (L) a los 30 segundos (si ya han pasado 30 segundos, registrar el tiempo preciso cuando hayan tomado la lectura) y registrarla en el Formulario No. 1. Se utilizará una copia de dicho formulario para las 10 muestras.
10. Sin remover el hidrómetro, hacer las lecturas después de 60 segundos y después de 3 minutos y registrarlas.
11. Repetir los pasos 8 hasta 10 para el segundo cilindro, luego para el tercer cilindro, y así sucesivamente.
12. Cuando ya han sacado las primeras tres lecturas de cada cilindro, agitar el primer cilindro por 20 segundos, registrar la hora de agitación en el Formulario No. 1 y esperar 40 segundos, luego agitar el segundo cilindro por 20 segundos, anotar la hora, esperar por 40 segundos etc.
13. Después de agitar el último cilindro (no más de 10 cilindros), registrar la lectura que corresponde a 10 minutos después de la hora de agitación del primer cilindro y registrarla en el Formulario No. 1, luego sacar el hidrómetro lentamente y con mucho cuidado.

14. Inmediatamente meter el hidrómetro en el segundo cilindro y registrar la lectura exactamente 10 minutos después de la hora de agitación de este cilindro.
15. Repetir para todos los cilindros el mismo procedimiento.
16. Sin mezclar la suspensión entre lecturas, lentamente meter el hidrómetro en la suspensión a aproximadamente 10 segundos antes de cada lectura y tomar lecturas después de 30, 90, 270 y 720 minutos. También retirar lentamente el hidrómetro de la suspensión, cada vez.
17. Por último, registrar la temperatura final en el Formulario No.1.
18. Calibrar el hidrómetro: Echar 100ml de solución dispersante en un cilindro de 1000ml de capacidad, agregar agua destilada hasta que llegue a 1000ml. Mezclar bien, y meterlo en el baño maría; tomar la temperatura, registrarla, luego insertar el hidrómetro lentamente y tomar la lectura ( $L_t$ ) y registrarla en los Formularios No. 1 y 3.
19. Después de sacar la última lectura que corresponde a 12 horas, echar toda la suspensión del primer cilindro dentro de un tamiz de 53 micrómetros de abertura.
20. Agitar el residuo en el tamiz lavando con agua de grifo hasta que pase la materia fina.
21. Transferir el residuo usando un cepillo suave dentro de una cápsula de aluminio de peso conocido que esté encima de una hoja de papel (por si ésta se derramara).
22. Secar la cápsula y contenidos en la estufa por 4 horas a 105°C, luego dejar enfriar en el desecador.
23. Arreglar los tamices de 1000, 500, 250, 106, y 53 micrómetros de diámetro (números 18, 35, 60, 140 y 270) en forma ordenada en la agitadora con una base y tapa, transferir el residuo del primer cilindro dentro del tamiz de más arriba (número 18) y agitar por 3 minutos.

24. Después de agitar, verificar que no existan partículas grandes o compuestas de materia orgánica, arena o limo. Si están presentes quebrarlas con el cepillo y agitar por un minuto más.
25. Transferir las partículas de cada tamiz dentro de una cápsula de aluminio de peso conocido y que esté sobre una hoja de papel y pesar.
26. Registrar los pesos de cada fracción en el Formulario No.2, utilizando una hoja del formulario para cada muestra.

**b) Dispersión con agua oxigenada y hexametáfosfato y carbonato de sodio (para suelos con >5% de materia orgánica).**

1. Echar 40,0g de suelo secado en el aire en una botella resistente al calor de 600ml de capacidad con una tapa tipo rosca.
2. Agregar 100ml de agua destilada, luego 10ml de agua oxigenada (30%) y girar para mezclar. Si burbujea y comienza a rebasar echar una gota de alcohol amylico.
3. Cuando ya ha calmado la reacción calentar la botella por 30 minutos en baño maría con agua hirviendo para destruir cualquier agua oxigenada que no ha reaccionado. Remover la botella y dejar enfriar.
4. Echar 100ml de solución dispersante y 300ml de agua destilada y dejar por 10 minutos.
5. Luego proceder con los pasos 4 a 26 de la parte (a) del procedimiento.

**Cálculo:**

1. Calcular el peso seco del suelo de los datos en el Formulario No. 3, y transferir este valor en el Formulario No. 2.
2. Calcular el porcentaje de cada fracción de arena para cada cilindro en relación al peso seco del suelo en el Formulario No. 2.
3. Por cada cilindro, transferir los valores de las lecturas del hidrómetro (L), la temperatura y los tiempos que corresponden del Formulario No. 1 a una

copia del Formulario No.3 donde se encuentra el peso seco (S) del mismo suelo.

4. Para cada cilindro, calcular los valores de  $L - L_t$  por cada tiempo, e insertarlos en el Formulario No.3.
5. Calcular el porcentaje acumulativo (P) que es dado por  $100(L - L_t)/S$ .
6. Insertar los valores del factor de corrección (Fc) de acuerdo con la temperatura (obtenida del Cuadro No.1).
7. Insertar los valores del parámetro de sedimentación (B) que corresponden a la lectura observada del hidrómetro (L), (obtenida del Cuadro No.2).
8. Calcular los valores de la raíz cuadrada del tiempo T en minutos.
9. Calcular el diámetro equivalente de las partículas (D) por cada tiempo usando la relación:

$$D = F_c B / T^{0,5}$$

10. Luego trazar los valores del porcentaje acumulativo (P) contra los valores del diámetro equivalente (D) en papel semilogarítmico o en papel milimétrico, donde los valores de (P) y (D) corresponden a los ejes de Y (escala lineal) y X (escala logarítmica) respectivamente.
11. Calcular los porcentajes sumatorios que corresponden a las fracciones 0 - 2 micrómetros (arcilla), 2 -20 micrómetros (limo fino), 20 - 50 micrómetros (limo grueso) y 50 -2000 micrómetros (arena). Luego calcular los porcentajes actuales de éstas 4 fracciones por diferencia como en el ejemplo de abajo:

Fracción (micrómetros)	Porcentaje Sumatorio	Porcentaje Actual
0 - 2	10	10
2 - 20	15	5
20 - 50	26	11
50 - 2000	100	74



12. Los porcentajes de cada fracción de arena han sido calculados en el Formulario No. 2 y el total de la fracción de arena del Formulario No. 2 debería igualar el porcentaje de arena (50 - 2000 micrómetros) calculado del gráfico.
13. Presentar los porcentajes de cada fracción de partículas para cada muestra en el Formulario No. 4.

**Nota:**

Los porcentajes de las fracciones de arena también se pueden obtener del gráfico.

---

**Referencias:**

- DAY, PR. 1965. *Particle fractionation and particle size analysis*. Chapter 43, pages 562 - 566 in: *Methods of Soil Analysis, Part I*, C.A. Black (Ed.). Agronomy Series No. 9, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.
- GEE, G.W. and BAUDER, J.W. 1986. *Particle - size Analysis*. Chapter 15, pages 404 - 409 in: *Methods of Soil Analysis, Part I. Physical and Mineralogical Methods - Agronomy Monograph No. 9 (2nd Edition)*, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.

**CUADRO No. 1**

RELACION ENTRE LA TEMPERATURA DE LA SUSPENSION Y  
EL FACTOR DE CORRECCION ( $F_c$ )

Temperatura (°C)	Factor de Corrección ( $F_c$ )
20	1.120
21	1.108
22	1.095
23	1.082
24	1.069
25	1.056
26	1.045
27	1.034
28	1.023
29	1.011
30	1.000

CUADRO No. 2

RELACION ENTRE LA LECTURA DEL HIDROMETRO (L) Y EL  
PARAMETRO DE SEDIMENTACION (B)

L	B	L	B	L	B
-5	50.4	11	46.4	26	42.2
-4	50.1	12	46.2	27	41.9
-3	49.9	13	45.9	28	41.6
-2	49.6	14	45.6	29	41.3
-1	49.4	15	45.3	30	41.0
0	49.2	16	45.0	31	40.7
1	48.9	17	44.8	32	40.4
2	48.7	18	44.5	33	40.1
3	48.4	19	44.2	34	39.8
4	48.2	20	43.9	35	39.5
5	47.9				
6	47.7	21	43.7	36	39.2
7	47.4	22	43.4	37	38.9
8	47.2	23	43.1	38	38.6
9	47.0	24	42.8	39	38.3
10	46.7	25	42.5	40	38.0



**FORMULARIO N<sup>o</sup>. 2**

**DATOS DE LAS FRACCIONES DE ARENA - METODO DE TAMIZADO**

Número de Laboratorio de la Muestra:

Número de Cilindro:

Peso Seco de la Muestra:

Fecha:

	Residuo Total	Peso de arena (g)						Total
		TAMAÑO DE LA FRACCIÓN (MICROMETROS)						
		2000-1000	1000-500	500-250	250-106	106-53	<53	
Número de Cápsula								
Peso de Cápsula								
Peso Cápsula + Fracción Seca								
Peso Fracción Seca								
% de la Muestra								

**FORMULARIO No. 3. CALCULO DE LOS PORCENTAJES SUMATORIOS Y LOS DIAMETROS DE LAS PARTICULAS**

Número de Laboratorio de la Muestra:

Número de Cilindro:

Lectura del Testigo ( $L_t$ ):

Fecha:

PESO DE CAPSULA		PESO DE CAPSULA + SUELO		PESO DE CAPSULA + SUELO SECADO AL HORNO		PESO DE SUELO SECO (S)	
1)	2)	3)	4)	5)	6)	7)	8)
1)							
2)							
3)							
4)							
5)							
6)							
7)							
8)							

P = Porcentaje sumatorio;  $F_c$  = Factor de corrección por temperatura;  $L_t$  = Lectura del hidrómetro del Testigo; B = Parámetro de sedimentación; D = diámetro equivalente de las partículas =  $F_c B / T^{0.5}$ ;  
 T = Tiempo de sedimentación (minutos).



## **36. DENSIDAD REAL**

### **Principio:**

La densidad real refiere a la densidad de todas las partículas sólidas conjuntas cuando no hay espacios entre las mismas. Se determina la densidad real de un suelo de la razón de la masa por el volumen de sí mismo utilizando un picnómetro (frasco para gravedad específica).

### **Equipo:**

- Picnómetros con tapas de vidrio-molido que son perforados con un tubo capilar.
- Termómetro que registra hasta 0,1°C.
- Tamiz con abertura de 2mm.
- Balanza que permite pesar con una precisión de por lo menos 1 milígramo.
- Calentador eléctrico.
- Desecadora.
- Trapo para secar los picnómetros.
- Horno.

### **Nota:**

En lugar de picnómetros se puede usar frascos volumétricos de 100ml de capacidad.

### **Procedimiento:**

1. Pesar un picnómetro + su tapa que estén secos y limpios y registrar el valor (P) en el Formulario No. 1.
2. Echar unos 10 gramos de suelo que ha sido tamizado a través de un tamiz con abertura de 2mm dentro del picnómetro. (Si se usa un frasco volumétrico de 100ml de capacidad, echar unos 50g de suelo).
3. Limpiar afuera y dentro del cuello del picnómetro del suelo que fue derramado durante el traslado.



4. Pesar el picnómetro más su tapa y el suelo ( $P_s$ ) y registrar el peso en el Formulario No. 1.
5. Pesar otra muestra de suelo de unos 10g ( $S_a$ ) en una cápsula de peso conocido (C), luego secarlo en un horno por 24 horas a  $105^{\circ}\text{C}$ , dejar enfriar en una desecadora y pesar ( $C+S_h$ ). Registrar los pesos en el Formulario No. 2 para la determinación del contenido de humedad.
6. Llenar el picnómetro (medio lleno) con agua destilada, lavando dentro del mismo cualquier suelo que quede en contacto con el interior del cuello.
7. Colocar el picnómetro encima de una calentadora y hervir suavemente durante varios minutos para remover el aire atrapado. Agitar suavemente los contenidos frecuentemente para evitar pérdidas de suelo por la espuma.
8. Enfriar el picnómetro y sus contenidos a la temperatura ambiente y luego llenar con agua destilada ya previamente hervida que está a la temperatura ambiente.
9. Colocar cuidadosamente la tapa del picnómetro de tal manera que esté completamente lleno con agua sin ninguna burbuja del aire presente.
10. Secar y limpiar el exterior del picnómetro con un trapo seco y evitar que pierda el agua del tubo capilar en la tapa.
11. Pesar el picnómetro más la tapa, más el suelo y más el agua ( $P_{sa}$ ) y luego registrar la temperatura ambiente ( $T_a$ ) en el Formulario No. 1.
12. Botar los contenidos del picnómetro y lavarlo bien. Luego llenar con agua destilada tibia previamente hervida, colocar cuidadosamente la tapa, secar cuidadosamente el exterior y pesar el picnómetro más la tapa y más agua ( $P_a$ ). Tener cuidado que la temperatura quede igual que antes.

**Nota:**

Haga todos los pesos con una precisión de por lo menos 1 milígramo.

**Cálculos:**

- (i) Contenido de humedad (%) del suelo secado en aire (H). Ver Formulario No. 2.

$$H (\%) = (S_a - S_h) \cdot 100/S_h$$

en lo cual,

$S_a$  = peso del suelo secado en aire

$S_h$  = peso del suelo secado en horno

(ii) Densidad real (DR). Ver Formulario No. 1

$$DR \text{ (g cm}^{-3}\text{)} = \frac{100 \cdot D_a(P_s - P)}{100 + H} / \frac{(100 \cdot (P_s - P)) - (P_{sa} - P_a)}{100 + H}$$

en lo cual,

$D_a$  = densidad del agua a la temperatura ( $T_a$ ) registrada ( $\text{g cm}^{-3}$ ). Ver Cuadro No.1.

$P$  = peso del picnómetro + tapa

$P_s$  = peso del picnómetro + tapa + suelo

$P_{sa}$  = peso del picnómetro + tapa + suelo + agua

$P_a$  = peso del picnómetro + tapa + agua

---

### Referencias:

- BLAKE, G.R. and HARTGE, K.H. 1986. *Particle Density*, Chapter 14, pages 377-382 In "Methods of Soil Analysis", Part 1 (2nd edition), A. Klute (Ed.) Agronomy Series No. 9, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.

CUADRO No. 1

RELACION ENTRE LA DENSIDAD DE AGUA Y LA TEMPERATURA

TEMPERATURA (°C)	DENSIDAD (g cm <sup>-3</sup> )
10	0.9997
12	0.9995
14	0.9992
16	0.9989
18	0.9986
20	0.9982
22	0.9978
24	0.9973
26	0.9968
28	0.9962
30	0.9956
32	0.9950
34	0.9944
36	0.9937





## **37. DENSIDAD APARENTE (METODO DE CAMPO)**

### **PARAMETRO DERIVADO: POROSIDAD TOTAL**

#### **Principio:**

Para determinar la densidad aparente se determina el peso de un volumen conocido de suelo que debe ser muestreado cuando el suelo está cerca de la capacidad de campo. Desviaciones pequeñas en el contenido de humedad no resultarían en errores significativos, pero no se debería muestrear cuando está muy seco, ni muy húmedo. Se recomienda el uso de uno de los varios muestreadores de suelo que existen para sacar muestras no alteradas en anillos. Alternativamente, si no se dispone de un muestreador, se puede insertar directamente dentro del suelo un anillo con filo biselado utilizando un martillo y soquete de madera. Este método es menos preciso y requiere mucho cuidado para asegurar que el anillo entre en forma recta para no dejar vacíos entre los lados internos del anillo y la muestra del suelo. Además mientras más grande el anillo es mejor, y deberá ser de por lo menos  $100 \text{ cm}^3$  de volumen recomendándose un mínimo de 5 reiteraciones para obtener un valor representativo del suelo.

La porosidad total se calcula en base de los valores de la densidad aparente y la densidad real.

#### **Equipos:**

- Muestreador de suelo equipado con anillos y martillo.
- Alternativamente se puede usar anillos de por lo menos  $100 \text{ cm}^3$  de volumen con filos biselados, un soquete de madera y un martillo.
- Palita
- Cuchillo largo
- Cuchillo corto
- Bolsas de plástico
- Ligas
- Cápsulas de aluminio
- Balanza
- Estufa

**Procedimiento:**

1. Elegir un área representativa del suelo y nivelar la superficie de donde se muestreará el suelo. Se puede sacar muestras del perfil de una calicata o de una serie de gradas construídas a las profundidades requeridas.

**a) Muestreo del suelo con muestreador**

- (i) Sacar una muestra del suelo de la profundidad deseada con el muestreador.
- (ii) Remover con cuidado los anillos del muestreador y nivelar la superficie del suelo a los dos extremos del anillo medio para quedar paralelo a los lados, recto y liso.
- (iii) Cuidadosamente meter el anillo en una bolsa de plástico junto con su etiqueta que indica la ubicación y profundidad de la muestra y asegurar con una liga para transportar al laboratorio. Si los anillos tienen tapas colocar las tapas.

**b) Muestreo del suelo con anillo y soquete de madera**

- (i) Colocar el soquete de madera encima de un anillo con filo biselado y cuidadosamente empujar el anillo dentro del suelo o golpear suavemente con martillo al soquete de madera. Es muy importante que el anillo entre al suelo en forma recta y que el nivel del suelo dentro del mismo, sea igual al nivel de afuera del anillo, lo que indica que no hay compactación.
- (ii) Cuando el cilindro ya ha entrado casi completamente, quedando aproximadamente 0,5cm arriba de la superficie del suelo, colocar otro anillo encima del primero y empujar o golpear con martillo al soquete de madera encima del segundo anillo hasta que el primer anillo haya entrado aproximadamente 1cm dentro del suelo.
- (iii) Excavar el suelo de alrededor del anillo con una palita y luego cortar el suelo debajo del anillo con cuchillo largo y recoger el anillo más el suelo adjuntado.

- (iv) Cuidadosamente cortar con cuchillo corto el suelo pegado al anillo y nivelar la superficie del suelo de las dos caras circulares del anillo para quedar paralela a los lados, recta y lisa.
- (v) Cuidadosamente meter el anillo en una bolsa de plástico junto con un etiqueta que indica la ubicación y profundidad de la muestra y asegurar con una liga para transportar al laboratorio. Si los anillos tienen tapas colocar las tapas.

**c) Determinaciones de peso en el laboratorio.**

- (i) Colocar el anillo + suelo húmedo en una cápsula de aluminio de peso conocido y secar en una estufa a 105°C por 48 horas.
- (ii) Dejar enfriarse en la estufa y luego sacar el anillo + suelo seco y pesar. Registrar el peso en el Formulario No. 1.
- (iii) Remover todo el suelo del anillo y pesar el anillo, si el peso del anillo no era conocido. Registrarlo en el Formulario No. 1.

**Cálculo:**

Ver el Formulario No. 1

$$D.A.(g\ cm^{-3}) = \frac{P_{cas} - P_a - P_c}{V_a}$$

en lo cual,

$P_{cas}$	=	Peso (cápsula + anillo + suelo seco)
$P_a$	=	Peso anillo
$P_c$	=	Peso cápsula
$V_a$	=	Volumen anillo

**Nota:**

Valores de densidad aparente pueden ser usados para expresar los contenidos de nutrientes o de humedad en base de profundidades lo que tiene más significancia cuando uno quiere comparar el estado nutricional o de humedad de diferentes suelos de valores contrastes de densidad aparente.



**Parámetro Derivado:**

$$\text{Porosidad total (\%)} = \frac{(D_r - D_a) \cdot 100}{D_r}$$

en lo cual,

$D_r$  = Densidad real  
 $D_a$  = Densidad aparente

**Nota:**

Donde no se necesita alta precisión se puede usar un valor de  $2,65\text{gcm}^{-3}$  para la densidad real de suelos minerales.

---

**Referencias:**

- BLAKE, E.R. and HARTGE, K.H. 1986. *Bulk Density*, Chapter 13 in *Methods of Soil Analysis, Part 1. Physical and Mineralogical Methods*, Agronomy Monograph No. 9 (2nd edition), pages 363-367 (Bulk density) and page 300 (total porosity).



## **38. DENSIDAD APARENTE DE AGREGADOS**

### **Principio:**

La densidad aparente de un agregado de suelo se determina del peso en aire dividido por el volumen del agregado que está dado por la diferencia entre el peso en aire y el peso en agua según el principio de Arquímedes. Para determinar el peso en agua se cubre el agregado con una cobertura hermética de cera parafina antes de pesar en agua.

### **Equipos:**

- Estufa
- Cápsulas de aluminio
- Balanza Ohaus que permite pesar los agregados suspendidos de un brazo en el aire o en un vaso de agua.
- Hilo de algodón
- Cera de parafina
- Calentador
- Frasco de vidrio
- Termómetro
- Desecadora

### **Procedimiento:**

1. Secar los agregados de suelo en el aire
2. Luego determinar el porcentaje de humedad de los agregados pesando una muestra de los agregados, y dejando secar a 105°C por 48 horas. Después enfriar en una desecadora y pesar otra vez. Registrar los pesos en el Formulario No.1.
3. Escoger 3 ó 4 agregados secados en el aire preferentemente de tamaño 2 a 4cm de diámetro y atar cada uno con un hilo.

4. Pesar cada agregado colgándolo del hilo de la balanza en el aire, y registrar el peso en el Formulario No. 2.
5. Calentar la cera de parafina hasta 100°C y luego dejar enfriarse hasta 60-70°C.
6. Mojar los agregados dentro de la cera de parafina (que está a 60-70°C) y permitir drenar el exceso. Repetir si el agregado no está totalmente cubierto por la parafina.
7. Pesar cada agregado con cobertura de parafina al aire y registrar los pesos en el Formulario No. 2.
8. Pesar cada agregado con cobertura de parafina sumergiéndolo completamente en un vaso de agua. Si se observan burbujas de aire apareciendo en la superficie de la parafina, o el peso aumenta con el tiempo, eso significa que el agregado no tiene una cobertura de cera completamente hermética y el agua está penetrando el agregado. En este caso hay que descartar el agregado y repetir el proceso con otro agregado.

**Cálculo:**

- i) Contenido de humedad de los agregados secados en aire (H). Ver el Formulario No.1

$$H \% = (S_a - S_h) \cdot 100 / S_h$$

en lo cual,

$S_a$  = Peso de sub-muestra de agregados secados en aire

$S_h$  = Peso de sub-muestra de agregados secados en horno

- ii) Peso seco (en horno) del agregado ( $P_s$ ) (Ver Formulario No. 2)

$$P_s = P_1 / (1 + (H/100))$$

en lo cual,

$P_1$  = peso del agregado en el aire

H = porcentaje de humedad (en base del peso seco en el horno) determinado de la submuestra de agregados. (Ver Formulario No. 1.)

iii) Volumen del agregado + parafina =  $P_2 - P_3$  (Ver formulario No. 2)

en lo cual,

$P_2$  = peso del agregado + parafina en el aire

$P_3$  = peso del agregado + parafina en el agua

iv) Volumen de la parafina =  $(P_2 - P_1)/0.9$

en lo cual,

0,9 = densidad de la cera de parafina

v) Densidad aparente( $\text{g cm}^{-3}$ ) = 
$$\frac{P_s}{(P_2 - P_3) - (P_2 - P_1)/0.9}$$

**Nota:**

Este método también puede ser utilizado para la determinación de la densidad aparente de suelos pedregosos. Para tales suelos se excava un terrón intacto del tamaño aproximado de un puño que no tiene piedras.

---

**Referencias:**

- BLAKE, G.R. and HARTGE, K.H. 1986. *Bulk Density*. Chapter 13 in *Methods of Soil Analysis, Part 1. Physical and Mineralogical Methods*, Agronomy Monograph No. 9 (2nd edition), Pages 371-373.





## 39. DISTRIBUCION DEL TAMAÑO DE AGREGADOS SECOS

### Principio:

La distribución del tamaño de agregados secos es importante en relación a la susceptibilidad de suelos a la erosión eólica. Se determina la distribución del tamaño de agregados secos con un juego de tamices. Puesto que el tamaño de los agregados dependerá de las fuerzas sometidas al suelo que provocan la formación de agregados y la humedad del suelo al tiempo de aplicar las fuerzas, es necesario estandarizar las fuerzas destructivas aplicadas al suelo antes de muestrear. Alternativamente que se muestran los suelos cuando están en su estado natural (como antes de la siembra) que es cuando más frecuentemente ocurren los mayores riesgos de erosión eólica.

### Equipo:

- Agitador de tamices.
- Juego de tamices con aberturas de malla de 4,76; 2,00; 0,85 y 0,21mm con base y tapa.
- Palita rectangular de 30 cm<sup>2</sup> de área y 3 cm de profundidad.
- Latas de 1000 cm<sup>3</sup> de capacidad con tapas
- Bandejas de madera de 2500 cm<sup>2</sup> de área y 4 cm de profundidad.
- Balanza que registra hasta 2 decimales.
- Cápsulas de peso conocido.

### Procedimiento:

1. Muestrear el suelo cuando ya está seco y está en un estado frecuentemente sometido al proceso de erosión eólica, como por ejemplo, después de la preparación para la siembra. Recoger al azar 10 submuestras de 30cm<sup>2</sup> del área cada una y 3cm de profundidad utilizando la palita rectangular. Meter las submuestras en una lata con tapa.
2. En el laboratorio colocar las muestras en bandejas para secar en el aire por 2 días o más hasta que estén bien secas.



3. Arreglar el juego de tamices en orden dentro del equipo vibratorio de tamices de tal manera que el tamiz de malla más grande se coloca más arriba y el tamiz de malla más pequeña se coloca más abajo. Colocar la tapa y base de los tamices.
4. Pesarse aproximadamente 100 gramos de agregados de una bandeja hasta una precisión de 1 decimal, y trasladar al tamiz superior del juego de tamices.
5. Tamizar con una amplitud de 1mm por un período de un minuto con vibración intermitente hasta que todos los agregados han pasado por medio de los tamices con tamaños de aberturas más grandes que de los agregados.
6. Luego pesarse la cantidad de agregados que quedan en la base y en cada tamiz dentro de cápsulas de pesos conocidos, y registrar los valores en el Formulario No. 1.
7. Medir el diámetro (x) del agregado más grande que está retenido por el tamiz superior y registrarlo en el Formulario No. 1.

#### Cálculo:

1. Calcular el peso de agregados retenidos por cada tamiz y por la base (ver formulario No. 1).
2. Calcular la fracción del peso total del suelo que ha sido retenido por cada tamiz y por la base.
3. Calcular el diámetro promedio (d) de los agregados superiores a 4,76mm de diámetro:

$$d = \frac{x + 4,76}{2}$$

donde x = diámetro del agregado más grande que era retenido por el tamiz superior.

4. Calcular el producto del diámetro promedio de cada fracción y la fracción de los agregados retenida por el mismo tamiz.
5. Sumar los productos para obtener el diámetro peso promedio (DPP) del suelo.

**Nota:**

El diámetro promedio geométrico (DPG) y la desviación logarítmica estándar pueden ser evaluados para caracterizar la distribución del tamaño de agregados; pero estos índices son más complicados para calcular.

$$\text{DPG (mm)} = \exp \left( \frac{\sum_{i=1}^n P_i \cdot \log d_i}{\sum_{i=1}^n P_i} \right)$$

en lo cual,

$P_i$  = peso de agregados dentro de una clase de tamaño.

$d_i$  = diámetro promedio de la clase de tamaño.

---

**Referencias**

- KEMPER, W.H and ROSENAU, R.C. 1986. *Aggregate stability and size distribution. In Methods of soil analysis Part 1. Physical and mineralogical methods - Agronomy monograph No.9 (2nd ed.) A. Klute (ed.). Chapter 17. pp 425-442*

FORMULARIO No. 1

DETERMINACION DE LA DISTRIBUCION DE TAMAÑO DE AGREGADOS SECOS

Peso de suelo tamizado:

x:

Fecha:

	Tamaño de fracción de agregados				Total
	>4,76mm	2,00-4,76mm	0,85-2,00mm	0,21-0,85mm	
Peso cápsula					
Peso cápsula + agregados					
Peso agregados					
Fracción del peso total del suelo (P)					1,00
Diámetro promedio de la fracción (d)	a	3,38	1,42	0,53	0,10
Producto (P.d)					D.P.pb

a Este valor se evalúa de  $(x + 4.76)/2$ , donde x = diámetro del agregado más grande que fue retenido por el tamiz superior

bDPP = Diámetro - Peso Promedio

## 40. ESTABILIDAD DE AGREGADOS - METODO DE TAMIZADO Y ROCIADO CON AGUA

### Principio:

Se determina la estabilidad de agregados secados en el aire de 0,85-2mm de diámetro cuando están sometidas a una rociada de agua que simula muy crudamente la acción de la lluvia. Se lo realiza por el uso de un agitador de tamices de velocidad y amplitud variable que también permite la aplicación de agua en forma de una rociada.

El índice de la estabilidad de agregados se evalúa por la cantidad de partículas de suelo menos de 0,85mm de diámetro que existen en agregados de tamaños 0,85 - 2mm de diámetro como una fracción. La estabilidad de los agregados más la distribución del tamaño de agregados son parámetros importantes para la evaluación de la susceptibilidad de suelos a la erosión eólica, erosión hídrica y al encostramiento.

El pre-tratamiento de los agregados, las condiciones de almacenamiento y el lapso de tiempo antes de hacer el análisis son aspectos importantes para obtener resultados consistentes y reproducibles.

### Equipos:

- Palita rectangular de 30 cm<sup>2</sup> de corte transversal y 3 cm de profundidad.
- Latas de 1000 cm<sup>3</sup> de capacidad con tapas
- Bandejas de madera de 2,500 cm<sup>2</sup> de área y 5 cm de profundidad.
- Balanza con precisión hasta 2 puntos decimales
- Agitador de tamices (marca Endecotts) de velocidad y amplitud variable y con agitación contfnua e intermitente con tapa equipada de una boquilla para aplicar rociada de agua.
- Tamices de 20 cm de diámetro con abertura de 2mm y 0,85mm.
- Bases para los tamices, una con salida para tamizar con rociada, otra sin salida
- Manómetro que registra hasta 2 bares de presión con mangueras para conectar el grifo con la boquilla de la tapa del agitador de tamices.
- Cronómetro

- Estufa
- Pizeta con agua destilada

**Procedimiento:****A. Recolección de las muestras.**

Recoger pequeñas muestras de suelo con la palita rectangular de 0 - 3 cm de profundidad en 10 sitios elegidos al azar de cada parcela cuando el suelo esté seco. Meter las 10 muestras en una lata con tapa.

**Nota:**

- a) Es mucho mejor transportar las muestras al laboratorio en latas, así se protege mejor los agregados que en bolsas de plástico. Utilice ligas para asegurar las tapas a las latas.
- b) Es preferible muestrear los agregados cuando están bastante secos, así son más resistentes.

**B. Pre-tratamiento y Almacenamiento de las Muestras.**

- i) Una vez llegado al laboratorio trasladar con mucho cuidado las muestras de agregados dentro de las banderas largas y desparramarlos para ocupar una capa delgada de menos de 3mm de espesor.
- ii) Dejar para secar bien en el aire por unas 24 horas.

**Nota:**

Es importante dejar secar las muestras dentro de 24 horas de su llegada al laboratorio.

**C. Análisis de las Muestras****Nota:**

- a) Se debe hacer el análisis de las muestras lo más antes posible y no más tarde que 2 semanas después del muestreo.

- b) Hacer todos los análisis en duplicado y pesar con precisión de 0,01 gramos.
- iii) Pesar aproximadamente 100,00 gramos de una muestra de agregados y registrar el peso preciso ( $P_A$ ) en el Formulario No. 1
- iv) Trasladar la muestra de agregados secos a un tamiz con abertura de 2mm y colocar el tamiz encima de otro tamiz de apertura 0,85mm de peso conocido, que esta colocado encima de una base sin salida. Registrar los pesos del tamiz de abertura 0,85mm ( $P_T$ ) en el Formulario No. 1
- v) Colocar los tamices más base y tapa en el agitador de tamices y agitar con una amplitud de 1mm por un período de 20-90 segundos hasta que haya una buena separación de los agregados entre los dos tamices según su tamaño sin provocar su desagregación.

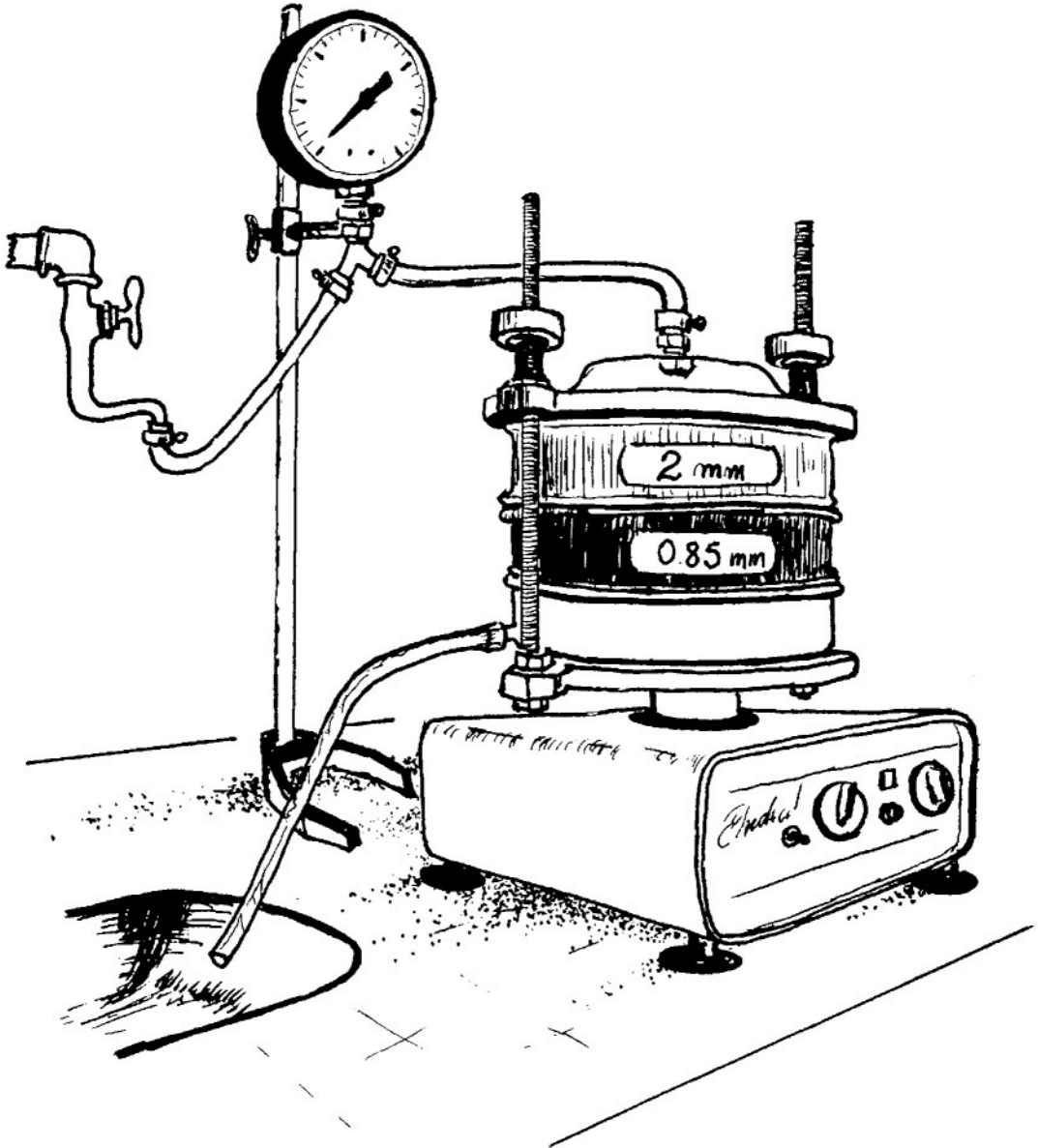
**Nota:**

El período óptimo de agitación dependerá de la textura y estabilidad de los agregados. Para suelos con agregados débiles tamizar por solo 20 segundos, para otros suelos por 90 segundos. Registrar el tiempo y amplitud de agitación en el Formulario No. 1

- vi) Pesar el tamiz de abertura 0,85mm más los agregados de 0,85-2mm de diámetro retenido por este tamiz y registrar el peso ( $P_T+P_x$ ) en el Formulario No. 1
- vii) Descartar los agregados retenidos por el tamiz de apertura de 2mm y el suelo que acumuló en la base.
- viii) Colocar sobre una base con salida, el tamiz con abertura de 0,85mm más los agregados de 0,85-2mm de diámetro retenidos por este tamiz y la tapa con su boquilla en el agitador de tamices.
- ix) Conectar el grifo con el manómetro y con la boquilla de la tapa del agitador (Fig. 1).
- x) Abrir el grifo y ajustarlo para dar una presión de agua de 0,6 bares, y al mismo tiempo comenzar la agitación continua por 15 segundos con una

Figura

EQUIPO DE TAMIZAJE EN HUMEDO  
PARA DETERMINACION DE ESTABILIDAD DE AGREGADOS



amplitud de 1mm. Registrar el tiempo y amplitud de agitación en el Formulario No. 1

**Nota:**

- a) La temperatura del agua debería ser entre 22-25°C y la conductividad eléctrica debería ser  $< 0,01 \text{ mS cm}^{-1}$ . Si el agua del grifo no corresponde a esta conductividad será necesario usar agua destilada o agua de lluvia.
- b) Se recomienda usar un cronómetro en lugar del interruptor del agitador para controlar el tiempo de agitación; así es más preciso.
- xi) Al terminar los 15 segundos inmediatamente apagar la rociada y el agitador.
- xii) Remover la base con salida y botar el suelo que acumuló en la base.
- xiii) Colocar el tamiz con abertura de 0,85mm más los agregados estables de 0,85-2mm de diámetro encima de una base sin salida y desintegrar los agregados con una barra de vidrio cubierta con goma.
- xiv) Luego tamizar con rociada hasta que todas las partículas que sean más pequeñas de 0,85mm de diámetro se pasen por medio del tamiz para acumular en la base sin salida.

**Nota:**

- (a) Si le cuesta desintegrar los agregados mecánicamente con agua, se puede tamizar en una solución dispersante (que contiene 2g de hexametáfosfato de sodio en 1 litro para suelos de  $\text{pH} > 7$  ó 2 g de NaOH en 1 litro para suelos de  $\text{pH} < 7$ ).
- (b) Las partículas grandes ( $> 0,85\text{mm}$  de diámetro) que formaron parte de los agregados estables pueden ser concreciones o granos de arena.
- xv) (a) Lavar las partículas grandes que quedan en el tamiz de apertura de 0,85mm dentro de una cápsula de peso conocido, con una pizeta con la ayuda de un cepillo, luego desechar el exceso del agua y secar en una estufa a 105°C hasta que se sequen.



(b) Alternativamente meter el tamiz más las partículas grandes directamente dentro de una estufa a 105°C hasta que se sequen.

xvi) Lavar con una pizeta dentro de una cápsula de peso conocido todas las partículas < 0,85mm de diámetro que se acumularon en la base sin salida en paso xv. Luego desechar el exceso del agua y secar en una estufa a 105°C hasta que se seque.

xvii) Pesar la cápsula más las partículas grandes ( $P_{C1} + P_G$ ) y el peso de la cápsula más las partículas pequeñas ( $P_{C2} + P_p$ ) y registrarlos en el Formulario No. 1.

#### Cálculo: (referente al Formulario No. 1)

1. Registrar el peso inicial de los agregados secos de 0,85-2mm de diámetro ( $P_X$ ).
2. Calcular el peso de las partículas grandes ( $P_G$ ) que formaron parte de los agregados estables.
3. Calcular el peso de las partículas pequeñas ( $P_p$ ) que formaron parte de los agregados estables.
4. Calcular el peso inicial de los agregados secos de 0,85-2mm de diámetro menos el peso de partículas grandes ( $P_X - P_G$ ).
5. Calcular el índice de estabilidad de los agregados (I):-

$$I = P_p / (P_X - P_G)$$

---

#### Referencias:

- KEMPER, W.D. and ROSENAU R.C. 1986. *Aggregate Stability and size distribution. In "Methods of Soil Analysis, Part 1. Physical and Mineralogical Methods", Agronomy Monograph No. 9 (2nd edition). Chapter 17, pages 425-442.*
- KEMPER, W.D. 1965. *Aggregate stability. In "Methods of Soil Analysis, Part 1. Physical and Mineralogical Properties, including Statistics of Measurement and Sampling". Agronomy Monograph No. 9. Chapter 40, pages 511-519.*

**FORMULARIO No. 1. CALCULO DE LA ESTABILIDAD DE AGREGADOS POR EL METODO DE TAMIZADO Y ROCIADA CON AGUA**

Fecha:

Tiempo de agitar en seco:

Amplitud de agitar en seco:

Peso inicial de agregados ( $P_A$ ):

Presión de agua:

C.E. de agua:

Temperatura de agua:

Tiempo de agitar con rociada:

Amplitud de agitar con rociada:

No.de muestra	$P_T$	$P_T + P_X$	$P_X$	No.de cápsula C1	$P_{C1}$	$P_{C1} + P_G$	$P_G$	No.de cápsula C2	$P_{C2}$	$P_{C2} + P_P$	$P_P$	$P_X - P_G$	<b>I</b>

$P_T$  = Peso del tamiz de apertura de 0,85 mm

$P_X$  = Peso original de los agregados secados en el aire de 0,85-2 mm del diámetro

$P_{C1}$ ,  $P_{C2}$  = Peso de cápsula

$P_G$  = Peso de las partículas grandes > 0,85 mm de diámetro que formaron parte de los agregados estables =  $(P_{C1} + P_G) - P_{C1}$

$P_P$  = Peso de las partículas pequeñas < 0,85mm de diámetro que formaron parte de los agregados estables =  $(P_{C2} + P_P) - P_{C2}$

**I** = Índice de estabilidad de los agregados =  $P_P / (P_X - P_G)$

## 41. ESTABILIDAD DE AGREGADOS - METODO DE EMERSON

### Principio:

Los agregados están clasificados en 8 clases de estabilidad, que se refieren como las clases de Emerson, en base de su coherencia en agua. Se observa si los agregados se desmenuzan, se dispersan o se hinchan cuando están sometidos al agua destilada, y para aquéllos agregados que se desmenuzan pero no se dispersan, se observa como se comportan los agregados artificiales formados por moldeaduras del suelo. Además se distingue una clase en base de la presencia de minerales con alto contenido de calcio. Este método es muy simple y es apto tanto como un método del laboratorio y hasta cierto punto como una prueba de campo.

### Equipo:

- Cajas de petri
- Tamices de aberturas de 4,75 y 2,36mm
- Espátula
- Probetas

### Procedimiento:

1. Tamizar una muestra de suelo secado en el aire por medio de tamices de 4,74 y 2,36mm de tamaño y elegir tres agregados retenidos por el tamiz de 2,36mm.
2. Echar agua destilada dentro de una caja de petri y cuidadosamente meter con la espátula los tres agregados.
3. Registrar los siguientes datos en el Formulario No.1.
  - (i) la hora de introducción de los agregados en el agua.
  - (ii) si ocurre o nó desagregación.
  - (iii) la hora cuando comienza la dispersión.

- (iv) la hora cuando los agregados se han dispersado completamente.
  - (v) la temperatura del agua.
4. Si los agregados se deshacen pero no se dispersan, echar agua destilada a algunos gramos de suelo secado en el aire para llevar el suelo aproximadamente a su límite plástico.
  5. Remoldear el suelo a este contenido de humedad con la espátula por 2 minutos y formar tres bolas pequeñas de este suelo de unos 3 milímetros de diámetro.
  6. Repetir los pasos 2 y 3 y registrar los datos en el Formulario No. 2.
  7. Si el suelo todavía no dispersa, ensayar el suelo para la presencia de carbonato de calcio o sulfato de calcio (ver Secciones 7 y 8). Registrar el resultado en el Formulario No. 2. En el campo solo es factible ensayar la presencia de carbonato de calcio utilizando HCl 10% que resulta en la producción de burbujas si se presentan carbonatos de calcio.
  8. Si el carbonato de calcio y el sulfato de calcio no están presentes preparar una suspensión de suelo: agua (1:5). Colocar 2 gramos de suelo secado en el aire en una probeta y echar 10ml de agua destilada.
  9. Agitar vigorosamente por 10 minutos y registrar si la suspensión queda dispersada o si agrega dejando agua casi clara dentro de 5 minutos. Registrar el resultado en el Formulario No. 2.

**Nota:**

- (a) La mayoría de los agregados se desmenuzan cuando se los mete en agua destilada debido a la compresión del aire causado por la atracción del agua dentro del agregado y por el hinchamiento del mismo.
- (b) Dispersión se refiere a la tendencia de la fracción de arcilla del suelo a transformarse dentro de una suspensión coloidal que forma una nube alrededor del agregado.
- (c) Al moldear el suelo en un estado húmedo y formar pequeñas bolas éste efectúa una quiebra de los dominios de arcilla estableciendo una

orientación más al azar con un predominio de contactos de tipo borde-plano.

**Clasificación:**

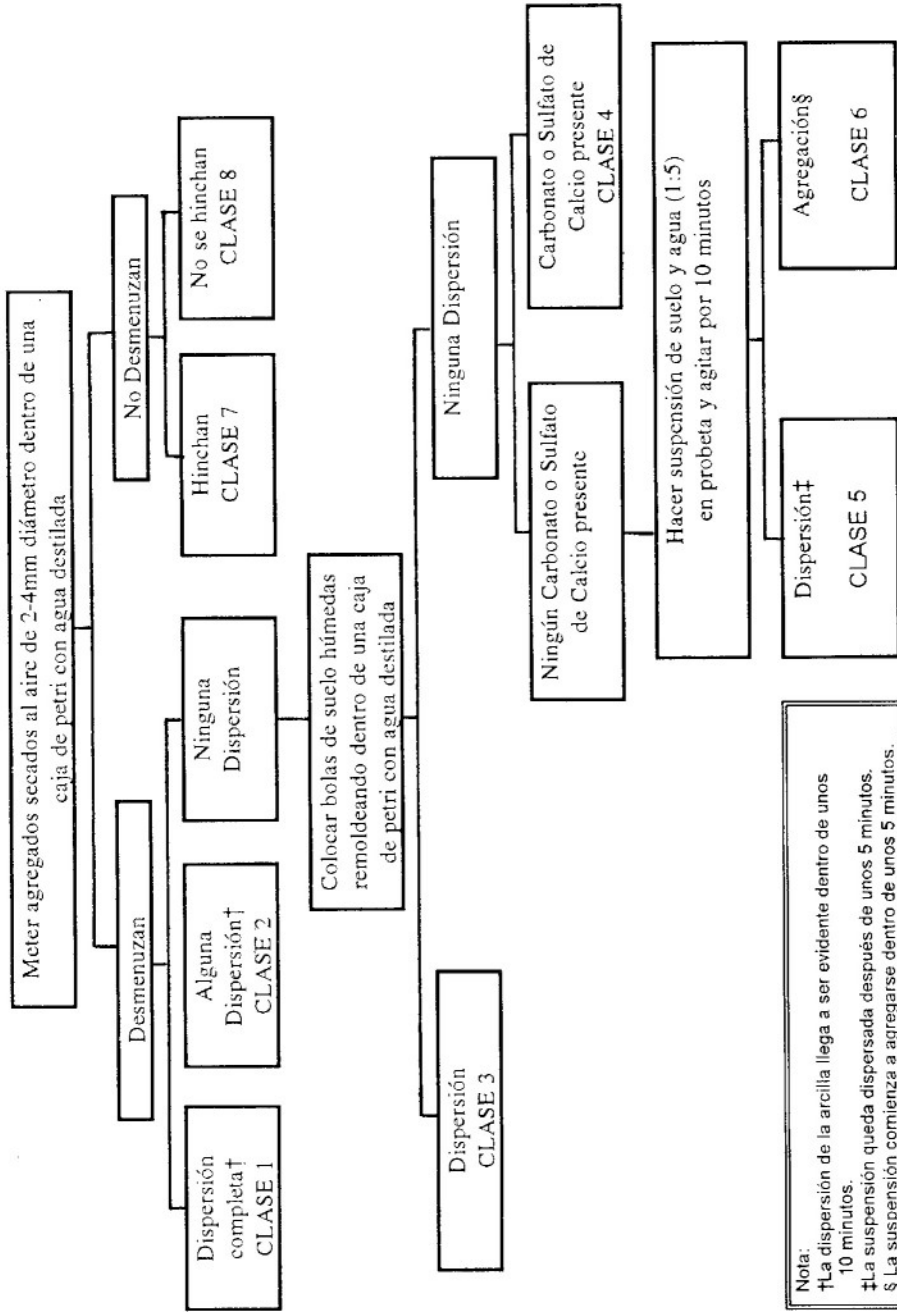
Se evalúa la estabilidad de los agregados en base del número de la clase de Emerson siguiendo el esquema mostrado en la Figura No.1. Si los agregados se desmenuzan, ellos pertenecen a las clases 1-6; si no se desmenuzan, pertenecen a las clases 7 u 8.

---

**Referencias:**

STANDARDS ASSOCIATION OF AUSTRALIA, 1980. *Determination of Emerson class number of a soil*, AS 1289.C8.1-1980. In "Methods of testing soils for engineering purposes, Part C - Soil classification tests".

FIGURA No. 1: DETERMINACION DEL NUMERO DE LA CLASE DE EMERSON



## FORMULARIO No. 1

REGISTRO DE DATOS SOBRE EL COMPORTAMIENTO DE AGREGADOS  
NATURALES EN AGUA POR EL METODO DE EMERSON

Fecha:

Número Lab.	Número agregados	Hora de introducir en agua	Desagregar Si/No	Hora de comenzar a dispersar	Hora de terminar a dispersar	Temperatura del agua
	1					
	2					
	3					
	1					
	2					
	3					
	1					
	2					
	3					
	1					
	2					
	3					
	1					
	2					
	3					
	1					
	2					
	3					
	1					
	2					
	3					

**FORMULARIO No. 2. REGISTRO DE DATOS SOBRE EL COMPORTAMIENTO DE AGREGADOS REMOLDEADOS EN AGUA POR EL METODO DE EMERSON**

Fecha:

No. Lab.	Número agregados	Hora de introducir en agua	Desagregación Si/No	Hora de comenzar a dispersar	Hora de terminar a dispersar	Temperatura del agua	Presencia CaCO <sub>3</sub> o CaSO <sub>4</sub>	Suspensión dispersa o agrega
	1							
	2							
	3							
	1							
	2							
	3							
	1							
	2							
	3							
	1							
	2							
	3							
	1							
	2							
	3							
	1							
	2							
	3							
	1							
	2							
	3							
	1							
	2							
	3							



## **42. FUERZAS DE RETENCION DE LA HUMEDAD DEL SUELO. PARAMETROS DERIVADOS: POROS DE TRANSMISION, POROS DE ALMACENAMIENTO, POROS RESIDUALES, PUNTO DE MARCHITEZ PERMANENTE, CAPACIDAD DE CAMPO, CAPACIDAD DE AGUA DISPONIBLE.**

### **Principio:**

La humedad del suelo está retenida con diferentes fuerzas y para determinar la relación entre el contenido de humedad del suelo y las fuerzas de retención de la misma, se somete una muestra del suelo que está saturado con agua a una serie de presiones incrementadas y se mide la cantidad de agua que sale con cada incremento de presión. Las cantidades de agua que están extraídas con cada incremento de presión, son las cantidades de agua que fueron retenidas en el suelo con estos mismos valores de succión.

Para bajas succiones hasta 0,06 bares se emplea una mesa de tensión y para succiones más altas se usan ollas y recipientes de presión. Es preferible usar muestras no disturbadas de suelo para todo el rango de mediciones (0-15 bares); pero para succiones superior a 1-2 bares se puede emplear muestras disturbadas sin introducir grandes errores. Además, este procedimiento es más rápido. **Para succiones menores de 1-2 bares el uso de muestras no-disturbadas es imprescindible.**

### **Equipo:**

- Mesas de tensión hechas de plexiglás con tapa (2) (Ver Fig. 2a y b)
- Tubo plástico (12m)
- Bidon de 10 a 20 litros
- Llaves (7)
- Equipos de nivelación (2) (ver Fig.2c)
- Botellas plásticas que quepan dentro del equipo de nivelación(2)
- Soportes calibrados (2)
- Compresora (1)
- Recipiente de presión (1)
- Olla de presión (1)

- Platos cerámicos de 1 ó 3 bares (2)
- Platos cerámicos de 15 bares (2)
- Medidores de presión (2)
- Válvulas (3)
- Llaves (4)
- Anillos de bronce o acero de 3cm de altura y 5,3cm de diámetro (24)
- Envases de latón de 5cm de altura y 8cm de diámetro (24)
- Nilon
- Ligas
- Anillos retenedores de goma de 1,0cm de altura y 5,5cm de diámetro (24)
- Papel filtro (30cm x 45cm)
- Papel filtro (9cm de diámetro)
- Envases para recoger el drenaje de la olla y recipiente de presión (4)
- Probeta de 250ml (2)
- Bañadores (4) (dentro de cada uno entran 12 anillos o un plato cerámico)
- Envase de aluminio de 2,5cm de altura y 5cm de diámetro (2)
- Estufa
- Desecadoras
- Estufa ancha
- Balanza que registra hasta 2 puntos decimales.
- Jeringa plástica

**Reactivos:**

- A) Sulfato de bario
- B) Kaolinita

**Procedimiento:**

El siguiente procedimiento determina los contenidos de humedad del suelo retenidos con succiones de 0,001, 0,01, 0,03, 0,06, 0,1, 0,2, 0,3, 2,5 y 15,0 bares para obtener la relación completa entre el contenido de humedad del suelo y las fuerzas de retención del mismo dentro del rango de humedad disponible de suelos. A menudo será necesario solamente determinar los contenidos de humedad del suelo que corresponden a ciertas succiones, como por ejemplo, 0,06 bares para evaluar la macro-porosidad 0,1, 0,2, ó 0,3 bares para determinar la capacidad del campo (ver Sección 46) y 15,0 bares para el punto de marchitez permanente.

**a) Muestreo y preparación de muestras no disturbadas de suelo en anillos.**

1. Saque muestras de suelo con un muestreador de suelo con anillos de tal forma que una muestra no-disturbada de suelo dentro de un anillo esté obtenida sin haber sido compactada. La forma de muestrear es igual que para la densidad aparente (ver Sección 37) pero se emplea anillos de una altura de 3cm y un diámetro de 5,3cm. Si se inserta los anillos directamente dentro del suelo utilizando un martillo y un soquete de madera los anillos tienen que tener filos biselados.
2. Colocar un pedazo de nilon de unos 8cm x 8cm al extremo del anillo que esté lo más recto y liso con una liga para asegurar un buen contacto entre el suelo dentro del anillo y la mesa de tensión.
3. Meter hasta 24 anillos engravados con su número del laboratorio dentro de dos bañadores que tienen 1cm de profundidad de agua destilada en cada uno para mojarlos completamente y dejarlos por dos días.

**b) Preparación y uso de las mesas de tensión para succiones de 0,001, 0,01, 0,03 y 0,06 bares con muestras no-disturbadas****Nota:**

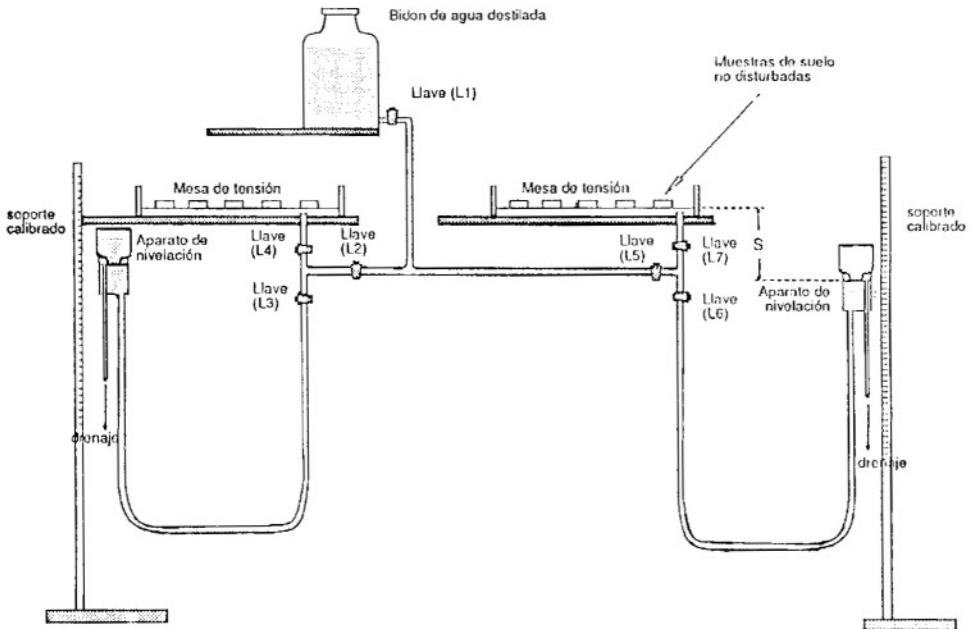
Se recomienda usar dos mesas de tensión simultaneamente para hacer hasta 24 muestras a la vez. (ver Figura 1).

1. Llenar con agua destilada el bidón, abrir la llave de paso (L1) del bidón y las llaves L2, L4, L5 y L7 para que el agua entre en las dos mesas y ajustar la altura de los dos aparatos de nivelación, para que el agua entre y se establezcan niveles iguales en las dos mesas de tensión.
2. Cerrar las llaves L1, L2 y L5 y abrir las llaves L3 y L6.
3. Asegurar que no hay burbujas en los tubos, ni tampoco entre las mesas de tensión y los aparatos de nivelación, ni entre los tubos y las llaves que controlan la entrada del agua del bidón.
4. Cortar hojas de papel filtro que quepan bien dentro de las mesas de tensión, luego colocarlas encima del agua dentro de las dos mesas.

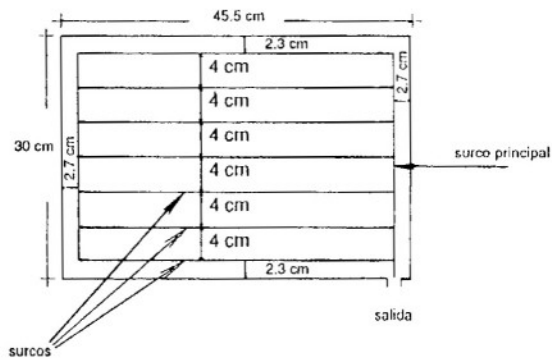
Figura 1

EQUIPO DE LA MESA DE TENSION

a) Croquis



b) Vista de arriba de la mesa de tensión

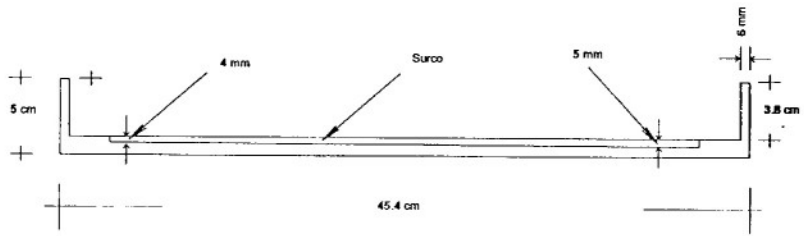


5. Aplicar una succión de 30cm, bajando a esta distancia los aparatos de nivelación para que el papel filtro logre pegarse a la base de la mesa de tensión.
6. Echar en cada mesa de tensión aproximadamente 600ml de una suspensión de 30g de BaSO<sub>4</sub> y 30g de kaolinita (mejor preparar esta cantidad en 800ml de agua destilada.)
7. Dejar las mesas sin tapas para que se sequen durante 2 a 3 días pero cubrir las con malla o papel para proteger su superficie del polvo. Luego meter 13 pequeños papeles filtro dentro de cada mesa de tensión.
8. Colocar una botella llena de agua destilada en cada aparato de nivelación de tal manera que la apertura de la botella esté un poco abajo del nivel de la salida de drenaje (ver Fig.2c).
9. Colocar la salida del tubo de drenaje de cada aparato de nivelación dentro de una probeta para medir el drenaje.
10. En la mañana, revisar que no hayan escapes de aire manifestados por la presencia de burbujas de aire en los tubos. Si hay, comenzar de nuevo el procedimiento de la preparación de las mesas de tensión.
11. Sacar los anillos con sus muestras uno por uno del bañador, secar con papel de seda el exceso de agua y pesarlos rápidamente. Registrar el peso (P<sub>0,001</sub>) en el Formulario No. 1.
12. Luego colocar hasta 12 anillos encima de los pequeños papeles filtros en cada mesa de tensión y aplicar una succión de 10cm para ajustar la posición del aparato de nivelación de tal manera que la distancia S (Fig. 1) es igual a 10 cm. La succión se mide desde la mitad de los anillos en la mesa de tensión hasta el nivel de agua en el aparato de nivelación.
13. Meter un envase con agua colocado encima de un pequeño papel filtro dentro de cada mesa de tensión para mantener un ambiente húmedo y colocar la tapa encima de la mesa de tensión de tal forma que el aire todavía puede entrar.

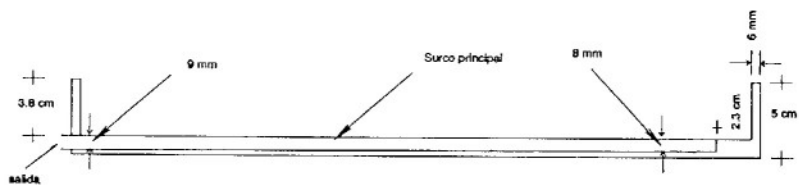
178a

Figura 2.

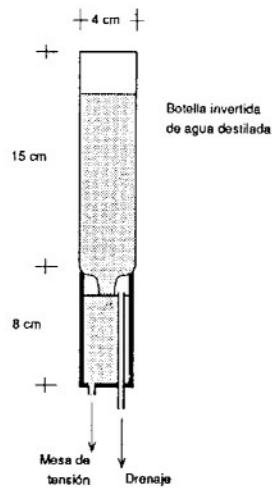
a) Vista de frente - sección longitudinal de la mesa de tensión



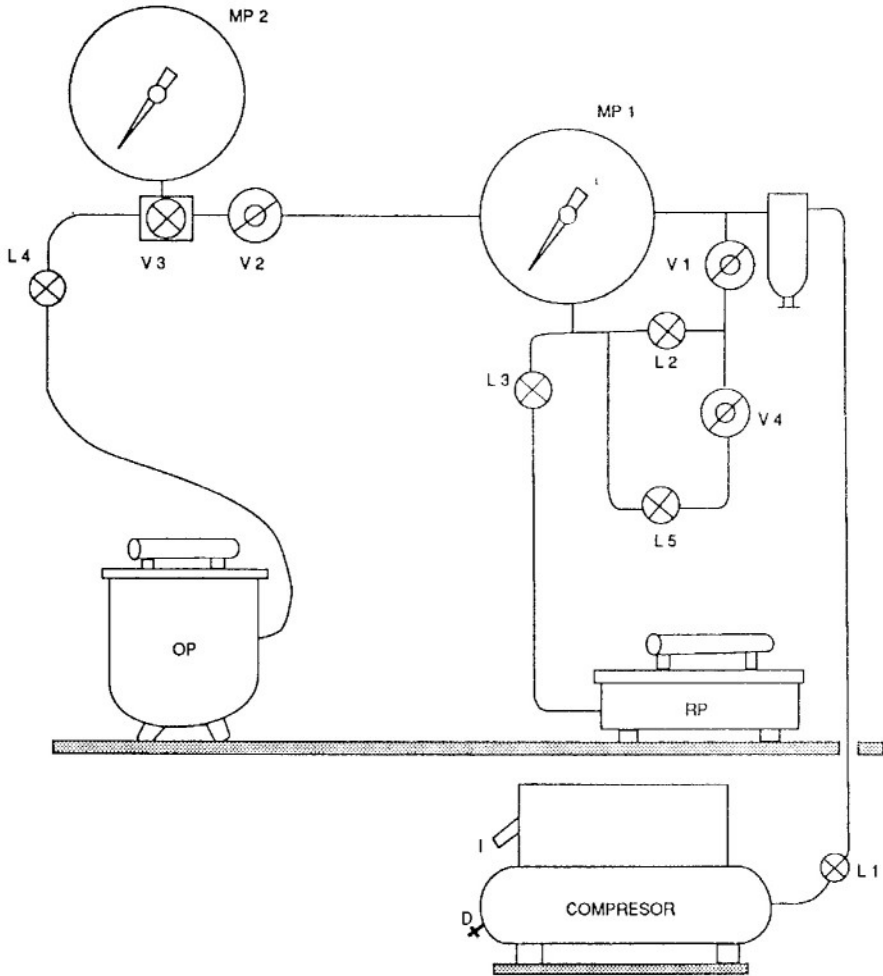
b) Vista de frente - sección transversal de la mesa de tensión



c) Aparato de nivelación



CROQUIS DEL EQUIPO DE OLLA Y PLATO DE PRESION



RP	Recipiente de presión
OP	Olla de presión
MP 1-2	Medidores de presión
V 1-4	Válvulas
L 1-5	Llaves
I	Interruptor
D	Drenaje

Nota:

Las llaves L 1-L 5 cierran girándose a favor de las agujas del reloj.

Las válvulas V 1-V 4 se cierran girándolas contra el reloj.

14. Esperar hasta que los anillos estén en equilibrio con la succión aplicada y que no drene más agua dentro de la probeta. Normalmente hay que esperar hasta 3 días.
15. Luego pesar cada anillo, registrar el peso ( $P_{0,01}$ ) en el formulario y después devolverlos a las mesas de tensión y aplicar una succión de 30cm, para ir bajando el aparato de nivelación, hasta que  $S$  (Fig. 1) sea igual a 30 cm.
16. Esperar hasta que los anillos estén en equilibrio (3 días), pesarlos ( $P_{0,03}$ ), registrar los pesos en el formulario No. 1. y devolverlos otra vez.
17. Luego aplicar una succión de 60cm hasta que llegue el equilibrio (3 días), pesarlos otra vez ( $P_{0,06}$ ) y registrar los pesos en el mismo formulario.

**c) Preparación del compresor para utilizar la olla y recipiente de presión.**

Cierre la llave L1 (Fig. 3) y encender el motor del compresor subiendo el interruptor I y dejarlo toda la noche para que llegue a 300 libras por pulgada cuadrada en la mañana.

**Nota:**

Si el compresor no ha sido encendido la noche anterior, suba el interruptor I y permita que la bomba alcance la máxima presión (aproximadamente 300 libras por pulgada cuadrada) en el depósito.

El proceso puede ser acelerado encendiendo el motor manualmente girando el botón negro en sentido de las agujas del reloj con un intervalo de 15 minutos entre los subsiguientes encendidos, hasta alcanzar las 300 libras/pulgada.

**d) Preparación y uso de la olla de presión para succiones de 0,1, 0,2 y 0,3 bares con muestras no-disturbadas.**

1. Prepare con un día de anticipación dos platos cerámicos de 1 ó 3 bares (cada plato puede servir para 12 muestras), embebiéndolos en un bañador de agua destilada por 24 horas.



2. Luego asegúrese que no quede aire atrapado entre el material cerámico, presionando cuidadosamente con la mano la goma del plato mientras que el plato y su tubo de salida estén debajo del agua.
3. Asegurar que todas las llaves y válvulas (ver Fig.3) estén cerradas y que L1 esté abierta.

**Nota:(referente a la Fig. 3)**

Las llaves L1 - L4 cierran girándolas a favor de las agujas del reloj. Las válvulas V1-V3 se cierran girandolas contrareloj.

4. Coloque los clips de sujeción dentro de la olla de presión (OP) a las alturas requeridas para acomodar los dos platos (para 24 muestras).
5. Colocar cada plato en turno dentro de la olla de presión haciendo las conexiones de tubos internos y externos necesarios.
6. Limpie la tapa y las superficies de apoyo de la olla y engrase ligeramente el anillo de goma "O" en la tapa.
7. Cierre la tapa y selle la olla usando las tuercas y pernos en forma normal.
8. Abra la válvula V3
9. Abra la válvula V2 para dar una lectura de 0,1 bar arriba de la presión requerida, es decir 0,2 bares, si se requiere una presión de 0,1 bares.
10. Abra la llave L4, y abra gradualmente la válvula V3 hasta alcanzar la presión requerida, es decir 0,1 bares. Podrían necesitarse ajustes finos con la válvula V3 de vez en cuando para poder mantener la lectura correcta de presión en forma precisa.
11. Al final del período de extracción cuando no se expela más agua, (normalmente después de unos 3 a 5 días) cierre las válvulas V3 y V2 para aliviar la presión, abra la olla y retire cuidadosamente los anillos con sus muestras y colocarlos en una bandeja.
12. Pesar los anillos rápidamente antes de que se pierda la humedad por evaporación y registre los pesos ( $P_{0,10}$ ) en el formulario No. 1.

13. Devuelva los anillos y platos cerámicos dentro de la olla de presión y repita los pasos d.3 a d.12 para las lecturas de presión de 0,2 bares y registre el peso ( $P_{0,20}$ ) en el formulario No. 1.
14. Repita los pasos d.3 a d.12 para la lectura que corresponde a una presión de 0,3 bares y registre el peso ( $P_{0,30}$ ) en el Formulario No. 1.

**Nota:**

También se puede determinar la humedad retenida a 0,5 bares siguiendo los pasos d3-d12 si uno desea.

- 15 a) Si no va a usar estas mismas muestras no-disturbadas para las determinaciones de 2,5 y 15,0 bares **secarlas** a 105°C por 24 horas, dejarlas enfriar en la estufa y pesarlas otra vez para determinar el peso del suelo seco + anillo ( $P_s$ ). Remover el suelo del anillo, lavar y secar el anillo y pesar el anillo ( $P_A$ ), luego proceder a los cálculos. Para las determinaciones de humedad retenida a 2,5 y 15 bares con muestras perturbadas proceder a los pasos e) y f).

b) Si va a continuar usando estas mismas muestras no-disturbadas para las determinaciones de 2,5 y 15,0 bares **no secarlas** a 105°C pero proceder a paso f).

**Nota:**

Para estas succiones mayores se puede seguir con las mismas muestras no-disturbadas en anillos que se han usado para las succiones inferiores o alternativamente se puede usar muestras perturbadas colocadas en anillos retentores de goma.

**e) Preparación y uso del recipiente de presión para una succión de 2,5 bares utilizando muestras perturbadas de suelo.**

1. Prepare con dos días de anticipación dos platos cerámicos de 15 bares embebiendolos en dos bañadores con agua destilada por 24 horas.
2. Luego asegúrese que no quede aire atrapado entre la goma y el material cerámico, presionando cuidadosamente con la mano la goma del plato mientras que el plato y su tubo de salida están debajo del agua.

3. Coloque el número requerido de anillos retentores de goma en un orden identificable sobre los platos cerámicos en los bañadores.
4. Coloque una cantidad de cada muestra de suelo en los anillos retentores para llenar los anillos hasta una superficie nivelada.

**Nota:**

Las muestras de suelo disturbadas deberían ser preparadas a través del secado de aire luego pasadas por un tamiz con abertura de 2mm.

5. Mantenga el nivel de agua destilada necesaria dentro de los bañadores para remojar las muestras de suelo en los anillos retentores, usualmente dejándolos así toda la noche.
6. Al día siguiente, retire cuidadosamente el agua de exceso de la parte de encima de los anillos retentores usando una jeringa plástica.
7. Para el recipiente de presión RP (Fig. 3), coloque el triángulo metálico en el fondo del recipiente.
8. Colocar el conector del ángulo recto con su tubo de plástico negro al tubo de salida del plato cerámico mientras soporta el plato cerámico atrás del tubo de salida con los dedos.
9. Coloque el primer plato cerámico más sus anillos y muestras sobre el triángulo dentro del recipiente de presión.
10. Coloque el tubo de plástico negro al tubo de salida en la pared interior del recipiente de presión.
11. Coloque tres espaciadores de plástico encima del primer plato cerámico y descance el segundo plato cerámico más sus anillos y muestras con su ángulo recto y tubo de plástico encima de los espaciadores.
12. Haga las conexiones del plato cerámico a la salida del recipiente de presión.
13. Coloque un tubo de plástico o de goma que resulte adecuado al lado del tubo de salida (metálica) y haga que el otro extremo vaya a dar a una jarra u otro recipiente para recoger el drenaje.

14. Limpie y engrase ligeramente el anillo negro en 'O' y coloque en su posición dentro de la ranura en la parte alta del recipiente de presión.
15. Cierre la tapa, coloque las tuercas y pernos en su posición en las ranuras alrededor de la circunferencia del recipiente y ajuste cada tuerca a mano en forma pareja, hasta que la tapa quede sellada.
16. Asegurese que todas las llaves y válvulas estén cerradas.
17. Abra lentamente la llave L1 (Fig. 3) del compresor.
18. Abra la llave L2
19. Abra la válvula V1 lentamente hasta que la lectura de presión sea 4 bares.
20. Cierre la llave L2 y abra las llaves L5 y L3
21. Abra la válvula V4 hasta que el manómetro se lea cerca a 1 bar para permitir la salida inicial de agua.
22. Abra la válvula V4 hasta que se alcance la presión requerida de **2,5 bares**.
23. Dejar la presión requerida hasta que el drenaje de agua cese. Normalmente hay que esperar unos 7 días.
24. Desconecte los tubos de salida del recipiente de presión y cierre gradualmente la válvula V4.
25. Cuando el manómetro se lea cero, suelte las tuercas de mariposa del rededor de la tapa en forma pareja, hasta que puedan quitarse y la tapa pueda levantarse.
26. Desconecte los tubos internos y accesorios y retire cuidadosamente los platos de presión.
27. Usando una espátula ancha, saque las muestras cuidadosamente y rápidamente fuera de los platos cerámicos, meterlas en cápsulas de peso conocido y péselas antes de que se pierda la humedad por evaporación. Registre los pesos en el Formulario No. 2.

28. Seque las muestras a 105°C por 24 horas, déjelas enfriar en desecador o en la misma estufa y vuelva a pesar. Registre los pesos en el mismo formulario No. 2.

**f) Preparación y uso del recipiente de presión para una succión de 15,0 bares utilizando muestras disturbadas de suelo.**

1. Siga con los pasos e.1 hasta e.17
2. Abra las llaves L2 y L3
3. Inicialmente se forzará a salir una gran cantidad de agua del recipiente de presión. Cuando la cantidad haya disminuido, aumente gradualmente la presión, abriendo la válvula V1 lentamente.
4. Continúe abriendo la válvula V1 hasta que se alcance la presión de 15 bares.
5. Mantenga la presión de 15 bares hasta que el drenaje de agua cese. Normalmente hay que esperar unos 7 días.
6. Desconecte los tubos de salida del recipiente de presión.
7. Cierre gradualmente la válvula V1
8. Cuando el manómetro se lea cero, suelte las tuercas de mariposa del rededor de la tapa en forma pareja, hasta que puedan quitarse y la tapa pueda levantarse.
9. Desconecte los tubos internos y accesorios y retire cuidadosamente los platos de presión.
10. Usando una espátula ancha, saque las muestras cuidadosamente y rápidamente fuera de los platos cerámicos, métalos en cápsulas de peso conocido y péselas antes de que se pierda la humedad por evaporación. Registre los pesos en el Formulario No. 2.
11. Seque las muestras a 105°C por 24 horas, déjelos enfriar en desecador o en la misma estufa y vuelva a pesar, Registrar los pesos en el mismo formulario No. 2.

**g) Preparación y uso del recipiente de presión para succiones de 2,5 y 15,0 bares utilizando muestras no-disturbadas.**

**Nota:**

Si por cualquier razón habría una larga demora entre la determinación de la humedad retenida a 0,5 bares y el uso de la misma muestra para 2,5 bares, sería aconsejable remojar los anillos más muestras en bañadores de agua destilada como lo descrito en el paso a.3, antes de proceder. Además será necesario esperar unas dos semanas o más para llegar al equilibrio cuando el drenaje de agua ha alcanzado una presión de 2,5 y 15,0 bares

1. Preparar el compresor (paso c), luego preparar los platos cerámicos (pasos e.1 y e.2).
2. Luego siga con el método para muestras disturbadas (pasos e.7 a e.26), pero en lugar de colocar anillos retentores de goma que se llenan con suelo disturbado se coloca los anillos de muestras no-disturbadas inmediatamente después de terminar la determinación de humedad retenida a 0,5 bares (paso d.14).
3. Pesar los anillos rápidamente antes de que se pierda la humedad por evaporación y registre los pesos ( $P_{2,5}$ ) en el Formulario No. 3.
4. Devuelva los anillos y platos cerámicos dentro del recipiente de presión haciendo las conexiones necesarias (ver e.8 - e.17).
5. Abra las llaves L2 y L3.
6. Siga los pasos e.3 hasta e.9, pero note que el tiempo hasta que acabará el drenaje de agua a una presión de 15 bares será por lo menos de 2 semanas.
7. Pese los anillos rápidamente antes de que se pierda la humedad por evaporación y registre los pesos ( $P_{15,0}$ ) en el Formulario No. 3.
8. Luego seque los anillos + muestras a  $105^{\circ}\text{C}$  por 24 horas, dejarlos enfriarse en la estufa y pesarlos otra vez para determinar el peso de suelo seco + anillo ( $P_S$ ). Remover el suelo del anillo, lavar y secar el anillo y pesar el anillo ( $P_A$ ). Registrar estos pesos en el Formulario No. 3.

**Cálculo:**

- (i) **Los contenidos de humedad retenida con las Succiones de 0-0,5 bares de muestras no-disturbadas.**

Contenido de humedad del suelo (H) como porcentaje (peso/peso) referente al Formulario No. 1.

$$H_{0,001}(\%) = (P_{0,001} - P_S).100/(P_S - P_A)$$

$$H_{0,01}(\%) = (P_{0,01} - P_S).100/(P_S - P_A)$$

$$H_{0,03}(\%) = (P_{0,03} - P_S).100/(P_S - P_A)$$

$$H_{0,06}(\%) = (P_{0,06} - P_S).100/(P_S - P_A)$$

$$H_{0,10}(\%) = (P_{0,10} - P_S).100/(P_S - P_A)$$

$$H_{0,20}(\%) = (P_{0,20} - P_S).100/(P_S - P_A)$$

$$H_{0,30}(\%) = (P_{0,30} - P_S).100/(P_S - P_A)$$

en lo cual,

$P_S$  = Peso de suelo seco + anillo

$P_A$  = Peso de anillo

$P$  = Peso de anillo + suelo húmedo equilibrado a la succión especificada en bares.

Convertir estos valores de porcentaje (peso/peso) de humedad dentro de porcentajes (volumen/volumen) multiplicando por la densidad aparente del suelo de la misma profundidad.

**Nota:**

Se evalúa la densidad aparente del suelo de:  $(P_S - P_A)/\text{volumen del anillo}$ .

- (ii) **Los contenidos de humedad retenida con Succiones de 2,5 y 15,0 bares utilizando muestras disturbadas.**

Contenido de humedad del suelo (H) como porcentaje (peso/peso) referente al Formulario No. 2.

$$H(\%) = (P_{C+H} - P_{C+S}) \cdot 100 / (P_{C+S} - P_C)$$

en lo cual,

$P_C$  = peso cápsula

$P_{C+H}$  = peso cápsula + suelo húmedo después de equilibrar a 2,5 ó 15,0 bares.

$P_{C+S}$  = peso cápsula + suelo secado a 105°C.

Convertir estos valores de porcentaje (peso/peso) en valores de porcentaje (volumen/volumen) multiplicando por la densidad aparente del suelo y registrarlos para cada muestra en el Formulario No. 4.

(iii) **Los contenidos de humedad retenida con las succiones de 2,5 y 15,0 bares utilizando muestras no-disturbadas.**

Contenido de humedad del suelo (H) como porcentaje (peso/peso) referente al Formulario No. 3.

$$H_{2,5}(\%) = (P_{2,5} - P_S) \cdot 100 / (P_S - P_A)$$

$$H_{15,0}(\%) = (P_{15,0} - P_S) \cdot 100 / (P_S - P_A)$$

Convertir estos valores de porcentaje (peso/peso) en valores de porcentaje (vol/vol) multiplicando por la densidad aparente del suelo y regístrelos para cada muestra en el Formulario No. 4.

(iv) **Curva de la Retención de Humedad del Suelo.**

Trazar los valores presentados en el Formulario No. 4 de la succión de la humedad en términos de pF en el eje vertical contra los valores de humedad (% vol/vol) en el eje horizontal. Se considera que cero porcentaje de humedad (es decir secado en la estufa) corresponde a pF7.0.



**Nota:**

pF es un término obsoleto pero todavía se utiliza mucho. Se define pF como el logaritmo de la succión dado en centímetros de agua, donde 1 bar es igual a 1017cm de carga de agua ó 100 kPa.

**(v) Parámetros Derivados de Porosidad.**

Según una modificación del sistema de clasificación de poros en base de su uso funcional por Greenland (1979) y la relación entre los diámetros de los poros cilíndricos equivalentes (D) en cm. y la succión (S) en bares con que la humedad está retenida en el poro, es decir:

$$D(\text{cm}) = 0,298/1000.S$$

Se puede calcular los volúmenes de las siguientes clases de poros utilizando los datos del Formulario No. 4.

Volumen de Poros de Transmisión = volumen de humedad retenida con succiones menores a 0,06 bares (pF1,8) que corresponde al diámetro de los poros cilíndricos equivalentes de mayor de 0,05mm.

Volumen de Poros de Almacenamiento = volumen de la humedad retenida con succiones entre 15-0,06 bares (pF4,2-1,8) que corresponde al diámetro de los poros cilíndricos equivalentes entre 0,0002 y 0,05mm.

Volumen de Poros Residuales = volumen de la humedad retenida con succiones mayores a 15 bares (pF4,2) que corresponde al diámetro de los poros cilíndricos equivalentes menores que 0,0002mm.

**Nota:**

El volumen de poros de transmisión puede ser considerado como la macroporosidad o la porosidad llenada con aire cuando el suelo está a su capacidad de campo, pero estos dos parámetros han sido definidos diferentemente por diferentes autores.

**(vi) Parámetros Derivados relacionados a La Humedad Disponible del Suelo.****Punto de Marchitez Permanente (PMP):**

Se determina directamente del porcentaje de humedad que corresponde a  $pF_{4,2}$ .

**Capacidad de Campo (CC):**

Se recomienda que se determine este parámetro directamente del campo según el método proporcionado en la Sección 46, salvo que ya se sabe la relación entre la capacidad del campo y la succión de la humedad del suelo a que corresponde para el suelo considerado.

**Capacidad de Agua Disponible (CAD):**

Se determina en % (vol/vol):  $CAD = CC - PMP$

en lo cual,

CC y PMP están en unidades de porcentaje (vol/vol)

**Nota:**

Para determinar estos parámetros para la zona de enraizamiento de un suelo, se tiene que determinar los parámetros para cada horizonte dentro de la zona de enraizamiento y se suman los valores de la CAD para cada horizonte para llegar al valor que corresponde a la de la zona de enraizamiento.

---

**Referencias:**

- RICHARDS, L.A., 1965. *Physical condition of water in soil*. In: *Methods of Soil Analysis*, Part 1. Physical and Mineralogical Properties, including Statistics of Measurement and Sampling Ed. C.A. Black. No.9 in Agronomy Series, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA. Chapter 8, Pages 128-137.
- GREENLAND, D.J., 1979. *Structural organization of soils and crop production*. "In: Soil Physical Properties and Crop Production in the Tropics", Ed. R.Lal and D.J. Greenland, Wiley and Sons, Chichester, UK, Pages 47-56.

- KLUTE, A. 1986. *Water retention; laboratory methods*. In: "Methods of Soil Analysis, Part 1. Physical and Mineralogical Methods", 2nd ed. Ed. A. Klute. No. 9 in Agronomy Series, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA. Chapter 26.

FORMULARIO No. 1

CALCULO DE LA HUMEDAD DEL SUELO RETENIDA CON SUCCIONES DE 0-0,5 BARES UTILIZANDO MUESTRAS NO DISTURBADAS

Fecha:

No. Lab	No. Anillo	$P_S$	$P_A$	$P_S + P_A$	$H_{0,001}$	$P_{0,001}$	$H_{0,01}$	$P_{0,01}$	$H_{0,03}$	$P_{0,03}$	$H_{0,06}$	$P_{0,06}$	$H_{0,10}$	$P_{0,10}$	$H_{0,20}$	$P_{0,20}$	$H_{0,30}$	$P_{0,30}$	$H_{0,30}$	

$P_S$  = Peso de suelo seco + anillo  
 $P_A$  = Peso de anillo  
 $P$  = Peso de anillo + suelo húmedo equilibrado a la succión especificada  
 $H$  = Porcentaje de humedad (peso/peso) en el suelo a la succión especificada

## FORMULARIO No. 2

## CALCULO DE LA HUMEDAD DEL SUELO RETENIDA CON SUCCIONES DE 2,5 Y 15,0 BARES UTILIZANDO MUESTRAS DISTURBADAS

Fecha:

No.	No.	2,5 BARES					15 BARES						
		No.Cap.	P <sub>C</sub>	P <sub>C+H</sub>	P <sub>C+S</sub>	P <sub>H</sub>	H <sub>2,5%</sub>	No.Cap.	P <sub>C</sub>	P <sub>C+H</sub>	P <sub>C+S</sub>	P <sub>H</sub>	H <sub>15,0%</sub>

P<sub>C</sub> = Peso cápsulaP<sub>C+H</sub> = Peso cápsula + suelo húmedo después de equilibrar a 2,5 ó 15,0 baresP<sub>C+S</sub> = Peso cápsula + suelo secado a 105°CP<sub>H</sub> = Peso humedad = P<sub>C+H</sub> - P<sub>C+S</sub>H = Porcentaje humedad = P<sub>H</sub> · 100 / (P<sub>C+S</sub> - P<sub>C</sub>)

Sección 42. Fuerzas de retención de la humedad del suelo

## FORMULARIO No. 3

CALCULO DE LA HUMEDAD DEL SUELO RETENIDA CON SUCCIONES DE 2,5 Y 15,0 BARES UTILIZANDO  
MUESTRAS NO DISTURBADAS

Fecha:

No. Lab	No. Anillo	P <sub>S</sub>	P <sub>A</sub>	P <sub>S</sub> -P <sub>A</sub>	P <sub>2,5</sub>	%H <sub>2,5</sub>	P <sub>15,0</sub>	%H <sub>15,0</sub>

P<sub>S</sub> = Peso de suelo seco + anillo

P<sub>A</sub> = Peso de anillo

P = Peso de anillo + suelo húmedo equilibrado a la succión especificada

H = Porcentaje de humedad (peso/peso) en el suelo a la succión especificada

FORMULARIO No. 4

RESUMEN DE LA HUMEDAD DEL SUELO RETENIDA CON DIFERENTES SUCCIONES (EN BARES Y pF)  
Y PARAMETROS DERIVADOS DE POROSIDAD.

Fecha:

NO. LAB	NO. ANILLO	DENS. AP. (g cm <sup>3</sup> )	% DE HUMEDAD (vol.vol.)						POROS DE TRANSMISION <sup>a</sup> (% v/v)	POROS DE ALMACENA MIENTO <sup>b</sup> (% v/v)	POROS RESIDUALES <sup>c</sup> (% v/v)	CAPACIDAD DEL AGUA DISPONIBLE <sup>d</sup> (% v/v)														
			SUCCION (BARES)																							
			0.001	0.01	0.03	0.06	0.10	0.20																		
			SUCCION (pF)																							
			0.0	1.0	1.5	1.8	2.0	2.3	2.5	3.4	4.2															

<sup>a</sup>Poros mayores a 0,05 mm de diámetro que corresponden a poros vaciados con una presión de 0,06 bares o pF1,8 (Greenland, 1979)

<sup>b</sup>Poros de diámetro 0,05-0,002mm que corresponden a poros vaciados con una presión entre 15 y 0,06 bares o pF 4,2-1,8

<sup>c</sup>Poros de diámetro menor a 0,002mm que corresponden a poros vaciados con una presión mayor a 15 bares o pF4,2.

<sup>d</sup>Capacidad de agua disponible (% v/v) refiere a la diferencia entre el contenido de humedad del suelo a la capacidad del campo (determinado en Sección 46 o dado por el valor de pF 2,0; 2,3 ó 2,5) y al punto de marchitez permanente (pF 4,2)  
**Nota:** Los diámetros dados son aquéllos de los poros cilíndricos equivalentes.

### **43. LIMITE PLASTICO Y LIMITE LIQUIDO - PARAMETRO DERIVADO: INDICE DE CONSISTENCIA**

#### **Principio:**

El **límite plástico** es el contenido de humedad del suelo a que la consistencia del suelo cambia de friable a plástico. Este parámetro tiene más importancia en relación a la facilidad de trabajar el suelo sin dañarlo. Si el límite plástico es mayor a la capacidad de campo, por lo general se puede cultivar el suelo sin deteriorar la condición física del suelo; en cambio si la capacidad de campo es mayor al límite plástico el suelo es mucho más susceptible a una deterioración física como compactación debido a su cultivación. Este parámetro puede ser utilizado como un índice de la susceptibilidad de suelos a compactación (Barber et al, 1989).

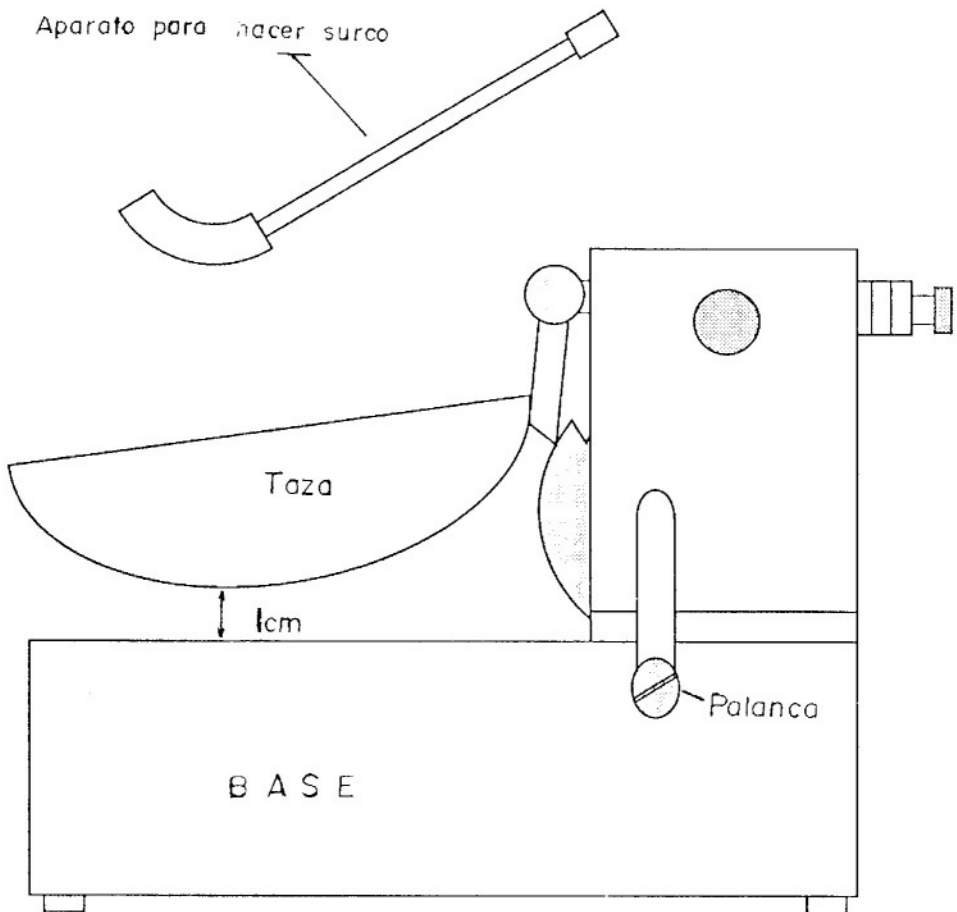
Se determina el límite plástico de suelos agregando agua destilada al suelo hasta que forme una pasta firme, luego se continúa formando hilos de la pasta hasta que el hilo comience a desmenuzarse, es decir, cuando está a punto de perder su plasticidad. El contenido de humedad de hilo en esta condición es igual al límite plástico.

El **límite líquido** es el contenido de humedad del suelo a la cual las fuerzas de cohesión llegan a ser tan reducidas que la masa de suelo comienza a correr. Este parámetro tiene más importancia en relación a la tendencia de que los suelos formen costras. Si el límite líquido es igual o menor que la capacidad del campo, el suelo apagará y comenzará a correr en condiciones mojadas, así formando encostramientos; en cambio si el límite líquido es mayor a la capacidad del campo no apagará.

Se determina el límite líquido utilizando el aparato de Casagrande (ver Figura 1) en que se coloca una porción de masa de suelo. Este aparato permite determinar cuántos golpes estándares de la taza del aparato son requeridos para que corra el suelo para tapar un surco de dimensiones estándares con diferentes valores del contenido de humedad del suelo. El contenido de humedad que corresponde a 25 golpes es el límite líquido.



Figura 1  
EQUIPO DE CASAGRANDE PARA LA DETERMINACION  
DEL LIMITE LIQUIDO



El **índice de consistencia** fue formulado por de Ploey (1981) como una indicación de la susceptibilidad de suelos a formar costras. Se lo determina utilizando el mismo aparato que se usa para el Límite Líquido, se lo obtiene de la diferencia en los contenidos de humedad del suelo que corresponden a 5 y 10 golpes de la taza del equipo de Casagrande para tapar el surco.

### **Equipo:**

- Equipo de Casagrande + aparato para hacer surco (ver Figura 1)
- Mortero y mano
- Tamiz No. 35
- Vasos de precipitación de 600ml de capacidad
- Vidrios de reloj
- Cuchillo
- Cápsulas de aluminio
- Estufa
- Desecador
- Balanza que registra hasta dos decimales
- Un azulejo
- Papel milimétrico.

### **Procedimiento:**

#### **A. Preparación de una pasta firme de la muestra de suelo**

1. Sacar una muestra representativa del suelo de unos 500 gramos.
  - (a) Preferentemente la muestra debería estar húmeda. En este caso remover a mano todas las partículas más grandes que 2mm de diámetro.
  - (b) Si la muestra ha estado secada en aire (pero no más que 43°C), pulverizar la muestra en mortero y pasar la muestra por un tamiz No. 35 para remover partículas grandes.
2. Mezclar bien la muestra con agua destilada para producir una pasta firme.
  - (a) Si la muestra esta húmeda inicialmente, se puede probarla inmediatamente.

- (b) Si la muestra está seca inicialmente, dejar la muestra en un vaso de precipitación cubierto con un vidrio de reloj por 24 horas o más, antes de probar.

### **B. Determinación del Límite Plástico.**

1. Pesar 10 - 15g de la pasta firme y amasarla en una pelota.
2. Aplanar el suelo encima de un azulejo hasta que forme un hilo de 3mm de diámetro.
3. Remoldear el suelo en una pelota.
4. Repetir el paso 2 hasta que obtenga un hilo que comience a desmenuzarse cuando llega a un diámetro de 3mm.
5. Inmediatamente pesar el suelo en una cápsula de peso conocido hasta centésimo de gramo y registrar los datos en el Formulario No. 1. Secar en estufa a 110°C por 24 horas, enfriar en desecador, pesar otra vez y registrar los datos en el mismo formulario.
6. Repetir los pasos 1 a 5 para obtener tres determinaciones.

### **C. Determinación del Límite Líquido.**

1. Ajustar el equipo de Casagrande hasta que el espacio entre la taza , cuando está en posición más arriba y la base sea 1cm.
2. Mezclar bien aproximadamente 100g de la pasta firme, con suficiente agua para producir una consistencia de masilla blanda.
3. Poner aproximadamente 30ml de la pasta en la taza y nivelar la superficie con el frente de la taza para que forme un volumen que tenga 1cm de espesor arriba del fondo de la taza.
4. Cortar un surco y remover algún suelo al lado de las paredes del surco que está más de 1cm arriba del fondo de la taza.

5. Girar la palanca en dos revoluciones por segundo y registrar el número de golpecitos que causen la unión de ambos lados del surco por una distancia de 0,5 pulgadas.
6. Inmediatamente mezclar otra vez la pasta en la taza, formar otro surco y seguir paso C.5 otra vez. Siempre que el número de golpecitos sea dentro de 1 ó 2 del valor obtenido previamente y también sea entre 12 y 38, se considera que la determinación es válida.
7. Remover más o menos 10g de la porción del suelo de la taza, poner en una cápsula de peso conocido, pesar hasta centésimo de gramo y registrar el peso en el Formulario No.2. Secar en una estufa a 110°C. por 24 horas, enfriar en desecador y pesarla otra vez hasta centésimo de gramo y registrar el peso en el mismo formulario.
8. Repetir los pasos C3-C7 después de añadir más pasta o agua, a fin de que un mínimo de 4 determinaciones sean obtenidas en el rango 12 a 38 con algunos valores arriba y algunos debajo del valor de 25. Registrar los valores en el Formulario No.2.

#### **D. Determinación del Índice de Consistencia (C5-10)**

1. Ajustar el equipo de Casagrande hasta que el espacio entre la taza cuando está en su posición más arriba y la base sea 1cm.
2. Mezclar bien aproximadamente 150g de la pasta con suficiente agua para producir una consistencia de masilla blanda.
3. Poner más o menos 30ml de la pasta en la taza y nivelar la superficie con el frente de la taza para que forme un volumen que tenga 1cm de espesor arriba del fondo de la taza.
4. Cortar un surco y remover algún suelo al lado de las paredes del surco más de 1cm arriba del fondo de la taza.
5. Girar la palanca en dos revoluciones por segundo y registrar en el Formulario No.2 el número de golpecitos que causen la unión de ambos lados del surco por una distancia de 0,5 pulgadas.

6. Inmediatamente mezclar otra vez la pasta en la taza, formar otro surco y seguir el paso D5 otra vez. Siempre que el número de golpecitos sea dentro de 1 ó 2 del valor obtenido previamente y también sea entre 12 y 20, considerar que la determinación es válida.
7. Remover más o menos 10g de la porción del suelo de la taza, poner en una cápsula de peso conocido, pesar hasta centésimo de gramo y registrar el peso en el Formulario No. 2. Secar en una estufa a 110°C por 24 horas, enfriar en desecador, pesarla otra vez y registrar en el mismo formulario.
8. Progresivamente añada más agua destilada a la pasta, mezclar bien y determinar el número de golpecitos para cerrar el surco por una distancia de 0,5 pulgadas. Sacar una porción del suelo para determinar el contenido de humedad.
9. Continuar el procedimiento hasta que se necesite solamente 2 golpecitos para cerrar el surco y hayan sacado 6 lecturas entre 2 y 15 ó 20 golpecitos. Registrar los pesos y los números de golpes en el Formulario No.2.
10. Repetir la prueba tres veces por cada suelo.

### Cálculo:

#### (i) LIMITE PLASTICO

- (a) Calcular referente al Formulario No.1, el porcentaje de humedad (H).

$$H (\%) = (P_{C+H} - P_{C+S}) \cdot 100 / P_S$$

en lo cual,

$P_{C+H}$  = Peso de cápsula + suelo húmedo

$P_{C+S}$  = Peso de cápsula + suelo secado en la estufa

$P_S$  = Peso del suelo secado en la estufa.

- (b) Presentar el límite plástico como el promedio de las tres determinaciones.

**(ii) LIMITE LIQUIDO**

- (a) Trazar una curva del porcentaje de humedad (H) contra el número de golpes (del Formulario No.2) en papel milimétrico.
- (b) Presentar el límite líquido como el porcentaje de humedad del suelo que corresponde a 25 golpes.

**(iii) INDICE DE CONSISTENCIA**

- (a) Trazar en papel milimétrico los valores del porcentaje de humedad (H) contra el número de golpes por cada una de las tres pruebas de cada suelo (utilizando los datos en el Formulario No.2.).
- (b) Calcular la diferencia en el contenido promedio de humedad que corresponde a valores de 5 y 10 golpes. Este valor iguala al índice de consistencia  $C_{5-10}$

**Referencias:**

- SOWERS, G.F. 1965. *Consistency*. Chapter 31 in: "Methods of Soil Analysis, Part 1 - Physical and Mineralogical Properties, Including Statistics of Measurement and Sampling". Ed. C.A. Black. Agronomy Series No.9, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.
- DE PLOEY, J. 1981. *Crusting and time-dependent rainwash mechanisms on loamy soil*. In: "Soil Conservation - Problems and Prospects". Ed. R.P.C. Morgan. John Wiley and Sons, Chichester, UK.
- BARBER, R.G., C. HERRERA, and O. DIAZ 1989. *Estado de compactación, y susceptibilidad a la compactación de suelos aluviales en Santa Cruz*. Informe No.54 CIAT/MBAT, Santa Cruz, Bolivia. También en Soil Tillage Res. 15:153-167.

## FORMULARIO No. 1

## CALCULO DEL LIMITE PLASTICO

Fecha:

No. Lab.	No. Cápsula	P <sub>C</sub>	P <sub>C+H</sub>	P <sub>C+S</sub>	P <sub>S</sub>	H %	H prom. (%)

P<sub>C</sub> = Peso cápsulaP<sub>C+H</sub> = Peso cápsula + suelo húmedoP<sub>C+S</sub> = Peso cápsula + suelo secado en estufaP<sub>S</sub> = Peso suelo secado (P<sub>C+S</sub> - P<sub>C</sub>)H = Porcentaje de humedad =  $(P_{C+H} - P_{C+S}) \cdot 100 / P_S$ 

H prom = Promedio de H de tres reiteraciones

## FORMULARIO No. 2

## CALCULO DEL LIMITE LIQUIDO Y EL INDICE DE CONSISTENCIA

Fecha:

No. Lab.	No. Cápsula	P <sub>C</sub>	P <sub>C+H</sub>	P <sub>C+S</sub>	P <sub>S</sub>	H %	No. Golpes

P<sub>C</sub> = Peso cápsulaP<sub>C+H</sub> = Peso cápsula + suelo húmedoP<sub>C+S</sub> = Peso cápsula + suelo secado en estufaP<sub>S</sub> = Peso del suelo secado (P<sub>C+S</sub> - P<sub>C</sub>)H = Porcentaje de humedad =  $(P_{C+H} - P_{C+S}) \cdot 100 / P_S$



## 44. TASAS DE INFILTRACION (METODO DE CAMPO)

### Principio:

La tasa de infiltración refiere a la velocidad con que el agua entra verticalmente dentro del suelo, y no debe confundirlo con la conductividad hidráulica que indica la habilidad del suelo en transmitir el agua. Se determina la tasa de infiltración midiendo la tasa con que el nivel de agua baja dentro del interior de dos cilindros concéntricos insertados dentro del suelo. La infiltración del agua dentro del cilindro externo reduce los errores debido al movimiento lateral del agua al borde del cilindro interno. Hay dos parámetros de la tasa de infiltración que son importantes - la **capacidad de infiltración**, es decir, la cantidad de agua que infiltrará dentro de los primeros 30 ó 60 minutos por ejemplo, y la **tasa mínima de infiltración** que es la tasa constante que desarrolla después de algunas horas (normalmente 3 a 5 horas).

### Equipo:

- Juegos de dos cilindros concéntricos hechos de acero de diámetro de aproximadamente 30 cm y 55 cm y altura de 40 cm. Un lado de los bordes de los cilindros debería estar afilado para facilitar su inserción.
- Planchas metálicas para insertar los cilindros y una madera de 15 cm x 15 cm.
- Combo de 7 kg o martillo pesado.
- Puentes ajustables de medición para sujetar al cilindro interno.
- Flotadores con barras de medición que se colocan dentro de los puentes ajustables de medición.
- Pedazos de plástico.
- Turriles de agua.
- Baldes (2 por cada juego de cilindros)
- Tableros + formularios (1 tablero por cada juego de cilindros).
- Cronómetros (1 por cada juego de cilindros).
- Papel gráfico milimétrico.
- Barreno
- Bolsas de plástico grueso.
- Cápsulas de aluminio\*
- Balanza que registra hasta 2 decimales\*

- Estufa\*
- Cuchillo o tijeras grandes (para cortar vegetación)
- Marcador
- Calculador de bolsillo

\*Equipos requeridos en el laboratorio

**Procedimiento:**

1. Seleccionar sitios representativos del área a ser investigada. Una persona puede manejar hasta tres anillos doble y por eso será aconsejable elegir tres sitios que son espaciados a no más de 20 metros uno del otro. Si hay vegetación cortarla con tijeras grandes a una altura de 3 cm arriba de la superficie del suelo.

**Nota:**

1. Debido a los altos valores del coeficiente de variación para tasas de infiltración, a menudo en exceso de 100%, es necesario hacer un mínimo de 8 mediciones para cada suelo o tratamiento para obtener un valor dentro de  $\pm 40\%$  del valor verdadero con una confianza de 95% (Barber y Diaz, 1985).
2. Mojar cada sitio con agua donde va a colocar los cilindros si el suelo ya no está húmedo, por algunas horas utilizando una barrera circular de tierra para retener el agua.
3. Marcar el exterior de los cilindros con una línea a 15cm arriba del borde afilado.
4. Insertar los dos cilindros concéntricos primeramente el cilindro pequeño y luego el cilindro más grande en cada sitio, colocando la plancha metálica encima del cilindro y la madera encima de la plancha golpeando cuidadosamente con el combo para que entren verticalmente hasta que los cilindros profundicen a 15 cm. El cilindro exterior se puede insertar solamente unos 13 cm de profundidad.

**Nota:**

Si no se tienen las planchas metálicas se puede usar una madera puesta encima y a través del cilindro y se la golpea en la parte central con un martillo, cada momento dando vueltas a la posición de la madera.

5. Afirme el suelo al lado del interior y exterior de los cilindros y si quedan vacíos entre los cilindros y el suelo, sellarlos con barro.
6. Sacar muestras del suelo de cada 20 cm hasta 1 m de profundidad de alrededor de los anillos para determinar el contenido de humedad inicial del suelo. Meterlas en latas con tapas herméticas o en doble bolsa de plástico para llevarlas al laboratorio. Luego se las pesa, se las seca en la estufa a 105°C por 24 horas, se las deja enfriar y se las pesa otra vez. Registrar los pesos en el Formulario No. 1.
7. Colocar pedazos de plástico dentro del cilindro interior y exterior para disipar la fuerza de echar el agua y reducir turbidez. Alistar todo el equipo y la provisión del agua para los tres sitios antes de comenzar las mediciones.
8. Llenar los dos cilindros en el primer sitio con agua hasta aproximadamente 15 cm de profundidad y registrar en el Formulario No. 2 el tiempo y la lectura de la altura del agua dentro del cilindro interno como lo indicado por el flotador y su barra de medición.
9. Medir otra vez el nivel del agua después de 1, 5, 10, 20, 30, 45, 60, 90 y 120 minutos y cada hora para el saldo de la prueba (y más frecuentemente si la tasa de infiltración es rápida). Siempre mantenga el nivel de agua en el cilindro externo parecido a aquél nivel en el cilindro interno.

Cuando el nivel de agua cae unos 5 cm hasta aproximadamente 10 cm de profundidad (y no más abajo que 7.5 cm de profundidad) en el cilindro interno echar agua hasta que llegue al nivel de 15 cm de profundidad otra vez. Registrar los niveles del agua antes y después de rellenar en el Formulario No. 2 y trate de rellenar los dos cilindros lo más rápido posible.

10. Siga con las mediciones haciendo cálculos de las tasas de infiltración al mismo tiempo, hasta que la tasa de infiltración llegue a ser constante. Eso normalmente tarda por lo menos 3 horas y a menudo hasta 5 ó 6 horas.

#### **Nota**

- a) Si no se tiene los flotadores y medidores, se puede medir la distancia de la superficie del agua dentro del cilindro interno hasta la cumbre del mismo cilindro.

- b) Por lo general la caída del nivel de agua entre mediciones no debería ser mayor a 2.5 cm. Es decir uno debería registrar por lo menos dos mediciones antes de rellenar el anillo interior.
- c) Cuando la tasa de infiltración en el primer sitio se ha reducido, se puede comenzar a sacar lecturas del segundo sitio y luego del tercer sitio; así una persona debería poder manejar tres sitios simultáneamente siempre y cuando la provisión de agua sea adecuada.
- d) Si se usa un sistema de aprovisionamiento de agua por un equipo de carga constante se tienen que hacer las mediciones del agua en el bidón de agua que debería estar calibrado. Ver Figura No. 1.

### Cálculo:

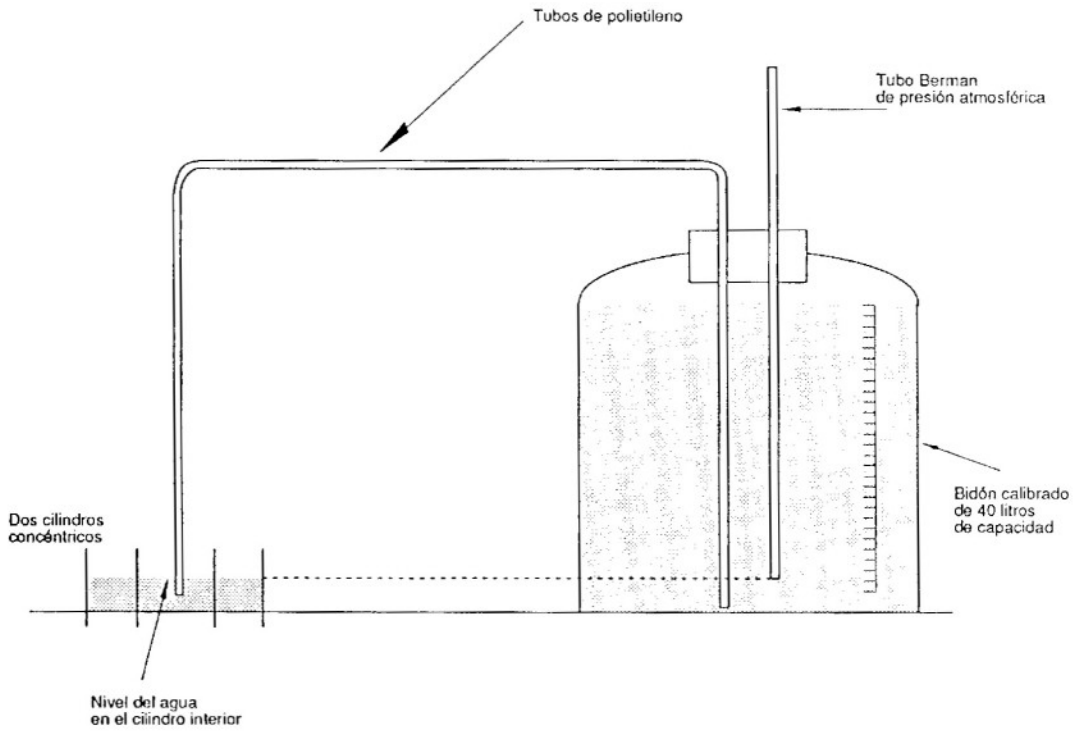
Para cada uno de los tres sitios calcular lo siguiente en el Formulario No. 2.

- (i) Intervalo de tiempo (Col.3) = el tiempo (Col.1) de la misma fila menos el tiempo (Col.1) de la fila anterior.
- (ii) Cambio de lectura (Col.4) = la lectura (Col. 2) de la misma fila menos lectura (Col.2) de la fila anterior.
- (iii) Tasa de infiltración (Col.5) =  $(\text{Col.4}) \cdot 60 / (\text{Col.3})$ .
- (iv) Tiempo acumulado (Col.6) = la suma de los tiempos anteriores (Col.3) + el tiempo de la misma fila.
- (v) Lectura acumulada (Col.7) = la suma de los cambios de lectura (Col.4) anteriores + el cambio de lectura de la misma fila.
- (vi) Curva de la tasa de infiltración contra tiempo.  
Trazar los valores de la tasa de infiltración en cm/hora (Col.5) como el eje vertical contra los valores del tiempo acumulado (Col.6) en minutos como el eje horizontal en papel milimétrico gráfico.
- (vii) Curva de la capacidad de infiltración.  
Trazar los valores de la lectura acumulada (Col.7) en cm de agua como el eje vertical contra el tiempo acumulado (Col.6) en minutos como el eje horizontal en papel milimétrico gráfico.

206a

Figura 1

SISTEMA DE APROVISIONAMIENTO DE AGUA A LOS CILINDROS DE INFILTRACION  
POR UN EQUIPO DE CARGA CONSTANTE



(viii) Calcular el promedio de los tres valores de:

- a) La tasa mínima de infiltración (indicada por la tasa constante obtenida del gráfico en vi).
- b) La cantidad de agua que ha acumulado en períodos de 30 minutos y 1 hora obtenida del gráfico en vii).

(ix) Calcular el contenido de humedad del suelo al tiempo de hacer las pruebas de infiltración.

- a) Pesar las muestras de suelo húmedo en cápsulas de peso conocido ( $P_C$ ) y registrar los pesos ( $P_{C+H}$ ) en el formulario No. 1.
- b) Colocar las muestras en el horno y secar por 48 horas.
- c) Trasladar las muestras a un desecador para enfriar o dejar enfriar en el horno.
- d) Pesar las muestras de suelo secado ( $P_{C+S}$ ) y registrarlas en el Formulario No. 1.
- e) Calcular el peso del suelo seco ( $P_S$ ) de la relación:

$$P_S = P_{C+S} - P_C$$

- f) Calcular el porcentaje de humedad (H) de la relación:

$$H = (P_{C+H} - P_{C+S}) \cdot 100 / P_S$$

**Nota:**

- i) Los mismos sitios donde se han colocado los anillos pueden ser utilizados para la medición de la capacidad de campo. Después de remover los anillos, se tapa el área mojada con una plancha de plástico y luego después de 48 horas se sacan muestras del suelo para determinar los contenidos de humedad en el laboratorio por gravimetría. Ver Sección 46.

---

**Referencias:**

- LANDON, J.R. 1984. Booker Tropical Soil Manual. *A handbook for soil survey and agricultural land evaluation in the tropics and subtropics*, Booker Agriculture International Ltd., Pitman Press, Bath, U.K. pages 62-71, and 213-218.
- BERTRAND, A.R. 1965. *Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and mineralogical properties, including statistics of measurement and sampling*. Ed. C.A. Black. Agronomy Series No. 9. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA. pages 197-209.
- BARBER, R.G. and O. DIAZ. 1985. *Datos preliminares de heterogeneidad física de suelos y su implicación en el número de muestreos*. Informe No. 37, CIAT/BTAM, Santa Cruz, Bolivia.

## FORMULARIO No. 1

## DETERMINACION DEL CONTENIDO DE HUMEDAD DE MUESTRAS DE SUELO

No. Lab.	Prof. Muestra (cm)	No. Cápsula	P <sub>C</sub>	P <sub>C+H</sub>	P <sub>C+S</sub>	P <sub>S</sub>	H %

P<sub>C</sub> = Peso Cápsula

P<sub>C+H</sub> = Peso cápsula + suelo húmedo

P<sub>C+S</sub> = Peso cápsula + suelo seco

P<sub>S</sub> = Peso suelo seco = P<sub>C+S</sub> - P<sub>C</sub>

H = Porcentaje de humedad (peso/peso) en el suelo =  $(P_{C+H} - P_{C+S}) \cdot 100 / P_S$



## FORMULARIO No. 2

## FORMULARIO PARA LA MEDICION DE TASAS DE INFILTRACION

Ubicación:

Suelo y Superficie:

Historia del sitio:

Tipo de infiltrómetro:

Altura de la carga hidráulica, mínima:

Fecha:

Lluvia anterior:

;máxima:

Col.1	Col.2	Col.3	Col.4	Col.5	Col.6	Col.7
Tiempo local (h.min.)	Lectura (cm)	Intervalo de tiempo (min)	Cambio de Lectura (cm)	Tasa de Infiltración (cm h <sup>-1</sup> )	Tiempo acumulado (min)	Lectura acumulada (cm)

## 45. RESISTENCIA DEL SUELO AL PENETROMETRO (METODO DE CAMPO )

### Principio:

El penetrómetro registra la resistencia del suelo a la introducción del cono del penetrómetro dentro del suelo. Esta resistencia está influida por varios factores como el contenido de humedad, la densidad aparente, la compresibilidad y la estructura del suelo y también el tamaño y el ángulo del cono del penetrómetro. La metodología que se presenta aquí está para el Bush Recording Soil Penetrometer modelo Mark 1, fabricado por Findlay y Irvine Ltda\*, con un cono de ángulo de 30° y diámetro de 12,83mm. Se introduce verticalmente el penetrómetro dentro del suelo manualmente con una velocidad constante y la resistencia está medida automáticamente cada 3,5cm de profundidad hasta una profundidad de 52cm. Se puede registrar la resistencia manualmente o por el uso de un almacenador de datos que después descarga los datos a una computadora. Para minimizar la influencia del contenido de humedad del suelo sobre la resistencia del penetrómetro se recomienda que midan las resistencias cuando el perfil del suelo está cerca a la capacidad de campo hasta 60cm de profundidad, es decir a 48 horas después de una lluvia fuerte. Esta práctica es especialmente importante cuando uno quiere registrar los cambios progresivos en la resistencia del suelo durante un período de tiempo. Cada mes será necesario recalibrar el penetrómetro.

### Equipo:

- Penetrómetro tipo Bush Recording modelo Mark 1
- Cono de ángulo de 30° y 12,83mm de diámetro.
- Llave para probar el tamaño del cono y unirlo al penetrómetro
- Cargador de batería (entrada de 230/240 voltios, 50/60 HZ., salida 100mA.-5 a 10 células).
- Tablero
- Formularios
- Barreno

---

\* Findlay y Irvine Ltda, Bog Road, Penicuik, Midlothian, Scotland, Reino Unido.

- Latas con tapas herméticas o doble bolsas de plástico
- Cápsulas
- Balanza que registre hasta 2 decimales
- Estufa
- Pesos de 2kg (x2); 5kg (x2); 10kg (x1); 19.2kg (x1).
- Colgadores de alambre para colgar los pesos del penetrómetro.
- Almacenador de datos y cables para conectar al penetrómetro y a la computadora.

**Procedimiento:**

**A. USO DEL PENETROMETRO SIN ALMACENADOR DE DATOS (ADD)**

**(a) Preparación del Penetrómetro (ver Fig. 1.)**

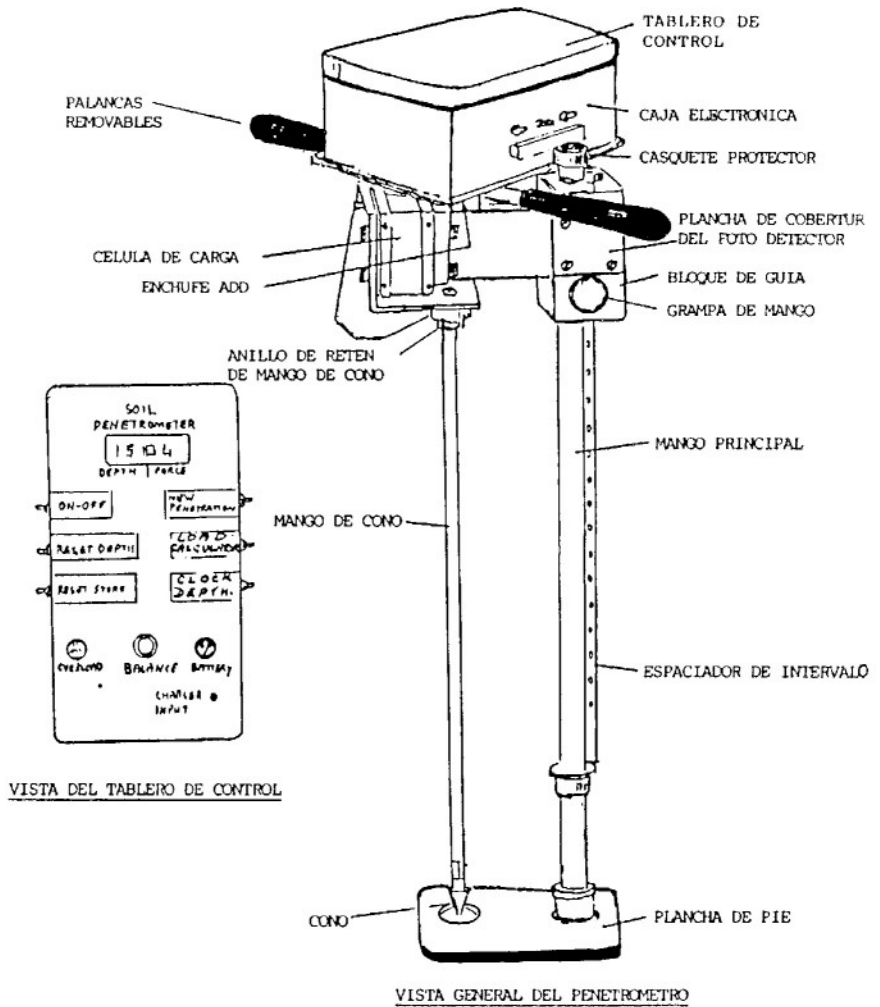
1. Recargar el penetrómetro por 14 horas la noche anterior a usarlo. Luego se debería poder usar el penetrómetro por 20 horas en seguida antes de recargarlo, pero si no se lo usa por 2 días o más se recomienda recargarlo otra vez por 14 horas. Si no se usa el penetrómetro después de recargarlo, la carga debería durar por aproximadamente dos meses.
2. Chequear cada mes la calibración del penetrómetro (ver sección f), y el estado del cono, que no esté doblada la punta ni tan gastado el tamaño del cono para que no pase por el hueco en la llave suministrada.
3. Encender el penetrómetro presionando "ON" y dejar por un minuto para calentar.
4. Antes de introducir el cono, sacar la tapa de plástico, ajustar BALANCE hasta que desaparezca el signo negativo y luego volver a colocar la tapa.
5. Encender RESET STORE por dos segundos, cuando FORCE registrará 00.

**Nota:**

Debería reemplazar las baterías cada 2 años o cada 700 ciclos de recargar/descargar

Figura 1

APARIENCIA DEL PENETROMETRO Y BOTONES DE CONTROL



6. Aflojar el probó **CUANDO EL CONO NO ESTA COLOCADO** para que el probó quede en contacto con un bloque de madera y la fuerza debe ser igual a 6kg si el penetrómetro está bien calibrado y recargado.
  7. Colocar el cono de 12,83mm de diámetro.
- (b) **Manera de usar el Penetrómetro.**
1. Prender RESET STORE por dos segundos.
  2. Prender RESET DEPTH
  3. Aflojar la abrazadora y empujar verticalmente el penetrómetro dentro del suelo hasta 52,5cm de profundidad en 17 segundos a una velocidad uniforme. Procurar que el cono se encuentre en el centro del círculo en la plancha base durante la penetración y no pisar la plancha al introducir ni al sacar el penetrómetro.
  4. Sacar el penetrómetro con cuidado y apretar la abrazadora.
  5. Prender RESET DEPTH.
  6. Luego prender CLOCK DEPTH y registrar las fuerzas para cada profundidad entre 1 y 15 en el Formulario No.1.
  7. Luego prender RESET DEPTH y chequear que el balance continúe bien.
  8. Luego buscar otro sitio para una nueva penetración y repetir los pasos b.1 hasta el b.7.

**Nota:**

- (i) Hay que hacer 30 ó preferentemente 40 penetraciones, elegidas al azar de cada unidad de suelo o parcela, para obtener valores confiables del promedio y desviación standard.
- (ii) El flujograma para los pasos en la operación se presenta en la Figura No. 2.

- (iii) Para obtener más formularios se puede imprimir formularios del menú principal del programa QUATTRO PENETROMETER ANALYSIS

## B. USO DEL PENETROMETRO CON ALMACENADOR DE DATOS (ADD).

### (a) Preparación del Almacenador de Datos con los cables desconectados.

1. Recargar el almacenador de datos (ADD) por 5 a 12 horas antes de usar si no está bien cargada, es decir cuando se prende "SUPPLY" a "ON" la flecha indica el color rojo.
2. Prender SUPPLY a ON
3. Prender SEND a ON
4. Prender WRITE/READ a WRITE
5. Prender RESET COUNTER/RESET STORE a RESET COUNTER, luego a RESET STORE y espere mientras que COUNT aumenta.

La FORCE no debería registrar nada. Dejar contar hasta 512 ó cuando la luz RTS se encienda, así indica que todo el almacén ha sido vaciado.

6. Prender a RESET COUNTER y luego a CENTRE OFF.
7. Prender WRITE/READ a READ y la pantalla debería indicar COUNT 000 y FORCE vacía, ahora la memoria está arreglada.
8. Prender SEND/ON a SEND(OFF).

#### **Nota:**

Ver el flujograma para estas operaciones en la Figura No. 3.

### (b) Preparación del Penetrómetro (ver Figura 1).

1. Recargar el Penetrómetro por 14 horas la noche anterior de usarlo. Luego se puede usar por unas 20 horas en seguida antes de recargarlo, pero si no se lo usa por 2 días o más se recomienda recargarlo. Si no se usa el

penetrómetro después de recargarlo, la carga debería durar por aproximadamente dos meses.

2. Chequear cada mes la calibración del penetrómetro (ver Sección f ) y el estado del cono, que no esté doblada la punta, ni gastado el tamaño del cono para que se pase por el hueco en la llave suministrada.
  3. Encender el penetrómetro apretando ON/OFF a ON
  4. Antes de introducir el cono, sacar la tapa de plástico, ajustar BALANCE hasta que desaparezca el signo negativo y luego volver a colocar la tapa.
  5. Encender RESET STORE por dos segundos, cuando FORCE registrará 00.
  6. Aflojar el penetrómetro **CUANDO EL CONO NO ESTE COLOCADO** para que el penetrómetro quede en contacto con un bloque de madera y la fuerza debe ser igual a 6kg si el penetrómetro está bien calibrado y recargado.
  7. Chequear que el ADD también indica esta misma fuerza que el penetrómetro.
  8. Colocar el cono de 12,83mm de diámetro.
- (c) **Conectar el Penetrómetro al Almacenador de Datos.**
1. Conecte el penetrómetro con el almacenador de datos con el cable.
  2. Prender READ/WRITE a WRITE
  3. Prender RESET COUNTER/RESET STORE a RESET COUNTER
  4. Prender RESET COUNTER/RESET STORE a CENTRE OFF

**Nota:**

El flujograma para la preparación de ADD y su conexión con el penetrómetro se presenta en la Figura No. 3.

**(d) Manera de usar el Penetrómetro con Almacenador de Datos.**

1. Ajustar el BALANCE del penetrómetro.
2. Prender RESET STORE del penetrómetro por dos segundos cuando el cono no está en contacto con nada. El penetrómetro debería registrar 00 donde expone FORCE.
3. Prender RESET DEPTH del penetrómetro.
4. Aflojar la abrazadora y empujar verticalmente el penetrómetro dentro del suelo hasta 52,5cm de profundidad en 17 segundos a una velocidad uniforme. Procurar que el cono se encuentre en el centro del círculo en la plancha base durante la penetración y no pisar la plancha al introducir ni al sacar el penetrómetro.
5. Sacar el penetrómetro con cuidado.
6. Prender RESET DEPTH del penetrómetro.
7. Si decide abandonar esta lectura, prender RESET STORE, luego RESET DEPTH y hacer nueva penetración.
8. Si decide almacenar los datos prender RESET DEPTH luego prender NEW PENETRATION para descargar los datos al ADD. El número de COUNT del ADD aumentará por uno, el valor del DEPTH LEVEL del penetrómetro habrá avanzado a 15 indicando que 15 valores han sido aceptados por el ADD.
9. Para hacer nueva penetración volver al paso d.2. nuevamente.
10. Registrar los números de COUNT del ADD que corresponden a cada parcela y recordar que solamente se pueden almacenar 500 penetraciones.
11. Cuando ha terminado, prender el ADD a READ y RESET COUNTER, luego desconectar el cable y llevar el ADD a la computadora para descargar los datos o cargar el ADD con la transformadora mientras se necesita almacenar los datos.



**12. ¡AL TERMINAR NO PRENDER "RESET STORE" NI APAGAR "SUPPLY" DEL ADD PARA QUE NO SE PIERDAN LOS DATOS!**

**Nota:**

El flujograma para los pasos en la operación se presenta en la Figura No. 4.

**(e) Manera de descargar los Datos del ADD a la Computadora.**

1. Prender READ/WRITE del ADD a READ.
2. Prender RESET COUNTER
3. Prender RESET COUNTER/RESET STORE a CENTRE OFF
4. Conectar el ADD a la computadora con el cable .
5. Iniciar programa PENDATA.
6. Prender SEND-ON para transmitir los datos.
7. Cuando ya ha acabado la transmisión prender SEND-OFF.
8. Desconecte el ADD y prenda SUPPLY-OFF.

**Nota:**

Ver el flujograma de la Figura No.5 para un resumen de los pasos de operación.

**(f) Calibración del Penetrómetro.**

Hay que calibrar el penetrómetro cada mes de la siguiente manera:

1. Recargar por 14 horas la noche anterior.
2. Encender el penetrómetro y dejar por un minuto para que caliente.

3. Sin cono y con el penetrómetro, sin apoyar en la tierra, ajustar el **BALANCE** hasta que el signo negativo esté a punto de desaparecer.
4. Aflojar la abrazadora y dejar la base del penetrómetro (sin cono) en una plancha de madera.
5. Activar **RESET STORE** y registrar la lectura en el Formulario No.1, debería registrar 6 kg lo que es el peso de la cabeza del penetrómetro.
6. Aumentar el peso gradualmente a 6, 8, 10, 15, 20, 25, 30, 35,2, 40,2, 45,2, 49,2 kg colgando los pesos por medio de colgadores de la base de los agarradores del penetrómetro manteniendo un balance entre los dos lados.
7. Por cada aumento en el peso activar **RESET STORE**, luego registrar la lectura del penetrómetro en el Formulario No. 1. hasta llegar a 49,2 kg fuerza.
8. Luego reducir el peso en pasos, activando **RESET STORE** cada vez antes de registrar la lectura en el mismo formulario hasta llegar a 6 kg otra vez.

#### **Cálculos:**

##### **A. Sin Usar el Almacenador de Datos**

1. Entrar al programa **QUATTRO PENETROMETER ANALYSIS** en la computadora, luego entrar dentro del menú **ABRIR NUEVO ARCHIVO**. Entrar al nombre del tratamiento, usando no más que 8 letras o cifras, por ejemplo **YAPCON93**, luego el código del tratamiento, por ejemplo **'1'** para convencional, luego la localización, por ejemplo **Yapacaní lote F1**, luego la fecha de la prueba.
2. Transferir los datos de resistencia del penetrómetro del formulario No. 1 dentro del **spread-sheet** para parcela 1 (que corresponde a reiteración 1), luego parcela 2 (que corresponde a reiteración 2) hasta parcela 4 (reiteración 4). Si no hay valores para algunas profundidades, dejar los espacios vacíos. No meter Cero '!'. Al final meter los valores promedio de las lecturas del penetrómetro de la calibración que corresponden a 6, 8, 10, 15, 20, 25, 30, 35,2; 40,2; 45,2; 49,2 kg fuerza.

3. Apretar ALT G para grabar los datos.
4. Apretar ALT C para calcular.
5. Después de terminar de calcular, apretar ALT G para grabar otra vez.
6. Luego imprimir los resultados con ALT R, luego salir al menú con ALT S.
7. Para hacer los gráficos entrar 3. PRODUCIR GRAFICOS.
8. Entrar a los archivos que uno quiere graficar llamando los archivos apretando la tecla de ESPACIO.
9. Cuando ya ha entrado a los cuatro archivos, apretar G para generar el gráfico, luego P para imprimir el gráfico.

#### **B. Con Almacenador de Datos**

1. Entrar al programa PENETROM en el computador y seguir las instrucciones para descargar e imprimir los datos.
2. Luego seguir los pasos A)1 hasta A)9.

---

#### **Referencias**

- RICHARDS, M.S. 1979. *Instruction manual for use of Bush recording soil penetrometer Mark 1 Model 1979*. Findlay Irvine Ltd., Bog Road Penicuik, Midlothian, Scotland.

FORMULARIO No. 1.

REGISTRO DE DATOS DE RESISTENCIA DEL PENETROMETRO

Nombre del Tratamiento:  
Código del Tratamiento:

Localización:  
Fecha:

No. del Bloque:

Lectura	PROFUNDIDAD (metros)														
	0.035	0.07	0.105	0.14	0.175	0.21	0.245	0.28	0.315	0.35	0.385	0.42	0.455	0.49	0.525
1															
2															
3															
4															
5															
6															
7															
8															
9															
10															
11															
12															
13															
14															

FORMULARIO No. 1. (continuación)

REGISTRO DE DATOS DE RESISTENCIA DEL PENETROMETRO

Nombre del Tratamiento:  
Código del Tratamiento:

Localización:  
Fecha:

No. del Bloque:

	PROFUNDIDAD (metros)														
	0.035	0.07	0.105	0.14	0.175	0.21	0.245	0.28	0.315	0.35	0.385	0.42	0.455	0.49	0.525
Lectura															
15															
16															
17															
18															
19															
20															
21															
22															
23															
24															
25															
26															
27															
28															

**FORMULARIO No. 1. (continuación)**

Nombre del Tratamiento:  
Código del Tratamiento:

Localización:  
Fecha:

No. del Bloque:

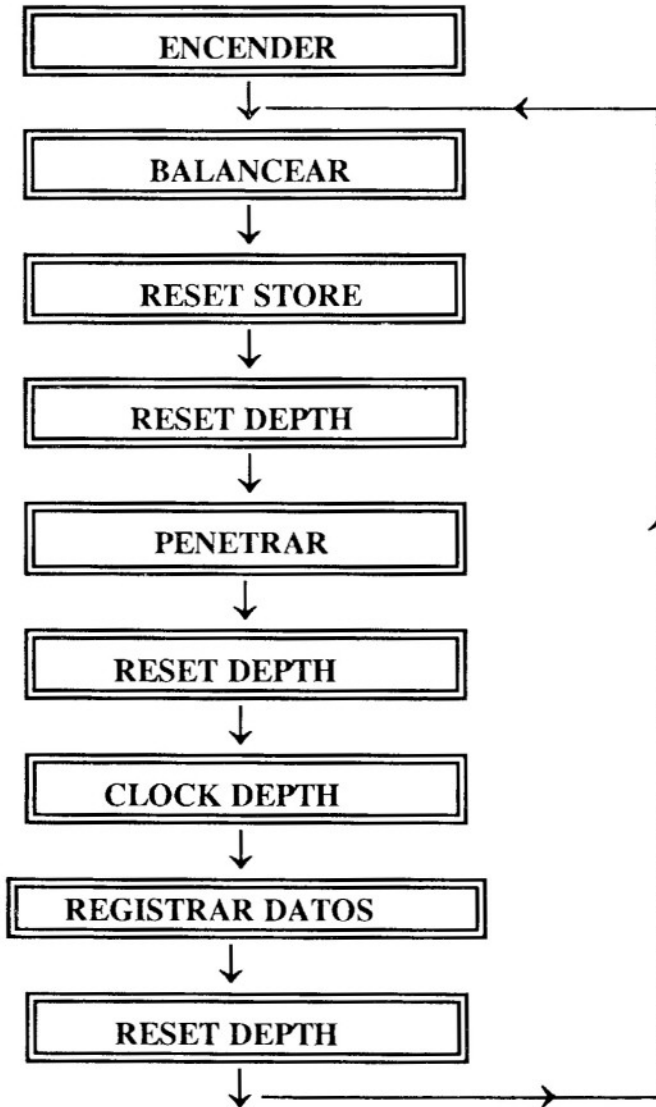
		PROFUNDIDAD (metros)														
Lectura	0.035	0.07	0.105	0.14	0.175	0.21	0.245	0.28	0.315	0.35	0.385	0.42	0.455	0.49	0.525	
29																
30																
31																
32																
33																
34																
35																
36																
37																
38																
39																
40																

**CORRECCION DE LA RESISTENCIA APARENTE**

	6	8	10	15	20	25	30	35.2	40.2	45.2	49.2
PESO GENUINO											
PESO SEGUN LECTURA											

FIGURA No.2

FLUJOGRAMA PARA USO DEL PENETROMETRO SIN ALMACENADOR DE DATOS



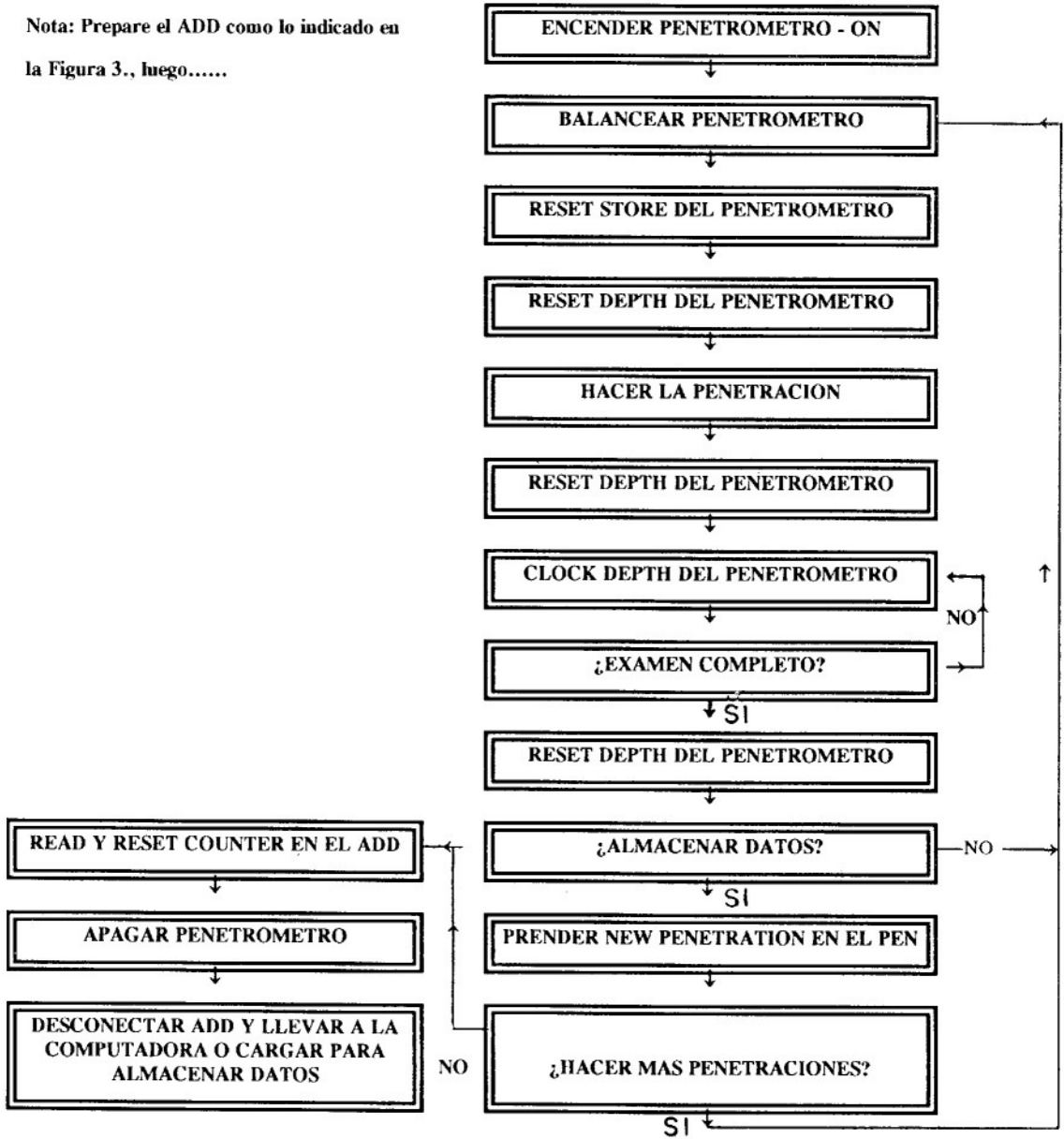
**FIGURA No.3: FLUJOGRAMA PARA LA PREPARACION DE ALMACENADOR DE DATOS (ADD) Y SU CONEXION CON EL PENETROMETRO**





**FIGURA NO. 4: FLUJOGRAMA PARA USO DEL PENETROMETRO CON ALMACENADOR DE DATOS (ADD)**

Nota: Prepare el ADD como lo indicado en la Figura 3., luego.....



**FIGURA No. 5: RESUMEN DE LOS PASOS DE OPERACION DEL PENETROMETRO CON ALMACENADOR DE DATOS (ADD)**

<b>OPERACION</b>	<b>ADD</b>	<b>PENETROM</b>
<b>Preparación del ADD</b>		
1. Desconectar cables		
2. Encender ADD	SUPPLY-ON	
3. Elija modo de comenzar	SEND-ON	
4. Elija modo de almacenamiento	READ/WRITE-WRITE	
5. Ajustar contador a cero	RESET-COUNTER	
6. Iniciar la memoria	RESET-STORE	
7. Espere número requerido de penetraciones (max.512)		
8. Ajustar contador a cero	RESET-COUNTER	
9. Abrir contador	RESET-OFF	
10. Elija modo de baja energía	READ/WRITE-READ	
11. Cerrar modo de comenzar	SEND-OFF	
<b>Conexión del Penetrómetro</b>		
1. Encender el Penetrómetro		ON/OFF-ON
2. Conectar el cable		
3. Elija modo de almacenamiento	READ/WRITE-WRITE	
4. Ajustar contador a cero	RESET-COUNTER	
5. Abrir contador	RESET-OFF	
<b>Operación del Penetrómetro</b>		
1. Chequear balance del Penetrómetro		
2. Ajustar memoria		RESET-STORE
3. Reajustar a la primera profundidad		RESET DEPTH
4. Meter el penetrómetro dentro del suelo y retirar		
5. Reajustar a la primera profundidad		RESET DEPTH
6. Mandar datos al ADD		NEW PENETRATION
7. Repetir de paso 1 hasta terminar toda las penetraciones, luego:		
8. Seleccione modo de baja energía	READ/WRITE-READ	
9. Ajustar contador a cero	RESET COUNTER	
10. Desconectar los cables		
11. Apagar el Penetrómetro		
<b>Descarga los Datos del ADD</b>		
1. Elija modo de transmitir	READ/WRITE-READ	
2. Ajustar contador a cero	RESET-COUNTER	
3. Abrir contador	RESET-OFF	
4. Conectar con cable a la computadora		
5. Iniciar el programa	SEND-ON	
6. Comenzar la transmisión		
7. Esperar hasta el fin de la transmisión	SEND-OFF	
8. Terminar la transmisión	SUPPLY-OFF	
9. Desconectar y apagar		

## 46. CAPACIDAD DE CAMPO (METODO DE CAMPO)

### Principio:

Se recomienda determinar la capacidad del campo (C. del C.) en el campo y no en el laboratorio debido a las incertidumbres sobre el valor de tensión de la humedad del suelo lo que corresponde a la capacidad de campo. Valores de tensión de 0,05, 0,1, 0,2 y 0,3 bares han sido utilizados en diferentes países y para diferentes tipos de suelos como la tensión de la humedad del suelo que corresponde a la capacidad de campo.

Además este concepto de capacidad de campo no tiene validez en suelos que no son bien drenados. En el siguiente método un área de suelo en el campo está saturado con agua y está muestreado dos días después cuando la mayoría del agua retenida con fuerzas menores a la de la gravedad ha drenado, la tasa de movimiento hacia abajo del agua mayormente ha terminado y el contenido de agua del suelo puede ser considerado como "constante". El contenido de humedad del suelo se determina por gravimetría.

### Equipo:

- Pala
- Barreno
- Plancha de plástico 1,5m x 1,5m
- Envases herméticos o doble bolsas de plástico grueso
- Vasos de precipitación
- Balanza
- Estufa
- Harpillera

### Procedimiento:

1. Elegir unos tres a cinco sitios que sean representativos del suelo y construir un cordón de tierra que tenga una altura aproximada de 15 a 20 cm alrededor de un área de 1m x 1m en cada sitio.

2. Colocar un pedazo de harpillera en el área central, luego llenar con agua y rellenar como sea necesario hasta que haya infiltrado aproximadamente 50cm de agua.
3. Cubrir el área con una plancha de plástico para evitar evaporación de la superficie y dejar por 48 horas.
4. Sacar 3 muestras de suelo de cerca de la parte central del área mojada de 0 - 20 y 20 - 50cm de profundidad o de las profundidades deseadas.
5. Meter cada muestra en envases herméticos o en doble bolsa de plástico grueso para evitar la pérdida de humedad hasta llegar al laboratorio.
6. A la llegada al laboratorio, meter cada muestra en un vaso de precipitación de peso conocido y pesar. Registrar el peso en el Formulario No. 1.
7. Dejar en una estufa por 48 horas a 105°C, luego dejar enfriarse en la estufa.
8. Pesar otra vez el vaso más suelo y registrarlo en el Formulario No. 1.

#### Cálculo:

$$C. \text{ del C. } (\%, P/P) = (P_{V+H} - P_{V+S}) \cdot 100 / (P_{V+S} - P_V)$$

donde

$P_V$  = peso del vaso

$P_{V+H}$  = peso del vaso + suelo húmedo

$P_{V+S}$  = peso del vaso + suelo seco

Nota:

- i) Se debería considerar el tiempo cero de la saturación como la hora desde que todo el agua ha entrado al suelo.
- ii) Este cálculo da la capacidad de campo como un porcentaje en base del peso de humedad referente al peso del suelo ( $\%$ , p/p). Para muchos cálculos de los contenidos de humedad del suelo es más útil usar porcentajes de humedad calculados en base del volumen de humedad referente al volumen del suelo ( $\%$ , v/v), es decir, la profundidad de la humedad en el suelo

referente a una profundidad del suelo. En este caso se multiplica la C. del C. (% p/p) por la densidad aparente ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) del suelo o del horizonte para obtener la C. del C. (% v/v).

iii) Registrar todos los pesos hasta 2 decimales.

---

**Referencias:**

- Cassel, D.K. and Nielsen, D.R. 1986. *Field Capacity and Available Water Capacity*. Chapter 36 in *Methods of Soil Analysis, Part 1. Physical and Mineralogical Methods*, Agronomy Monograph No. 9 (2nd edition), pages 901-910.

**FORMULARIO No. 1****CAPACIDAD DEL CAMPO - Método de campo**

Fecha:

No. LAB	No. VASO	P <sub>V</sub>	P <sub>V+H</sub>	P <sub>V+S</sub>	P <sub>H</sub>	C. del C. (%, P/P)

P<sub>V</sub> = Peso vasoP<sub>V+H</sub> = Peso vaso + suelo húmedoP<sub>V+S</sub> = Peso vaso + suelo secoP<sub>H</sub> = Peso humedad

C. del C. = Capacidad del campo (% , P/P).