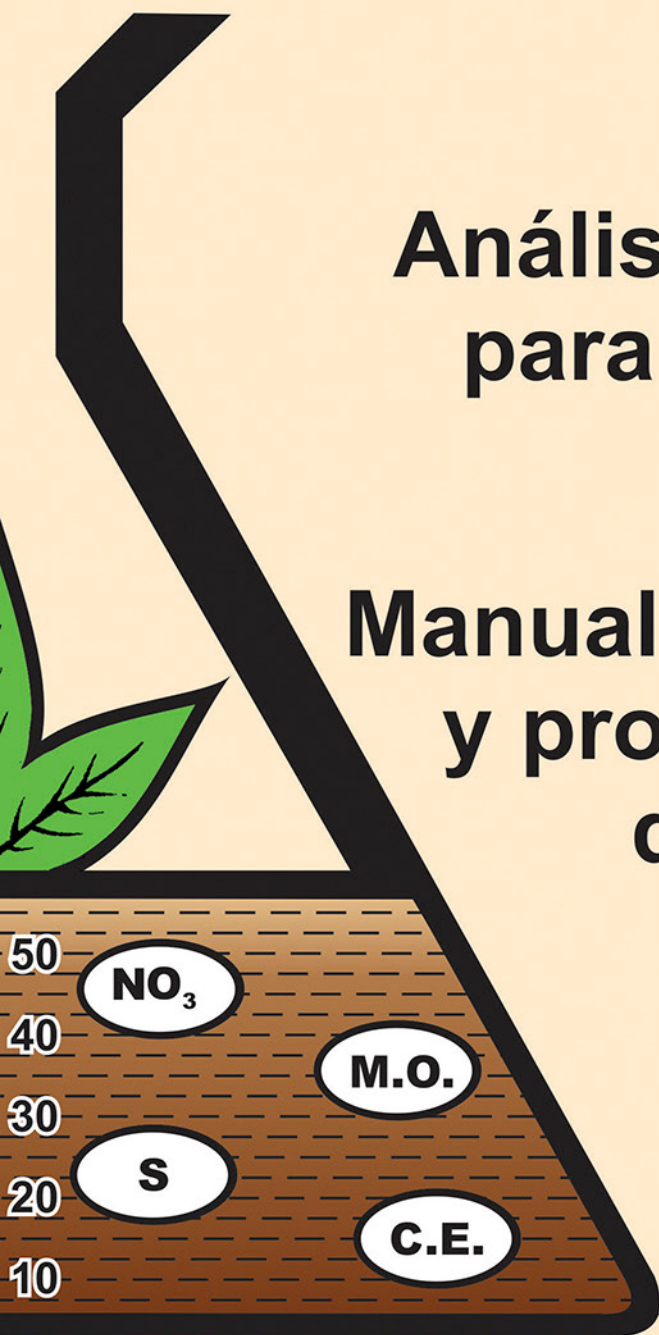


Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad

Manual de métodos y procedimientos de referencia



Compiladores

Julia Gilabert de Brito
Isabel Elena Arrieche Luna
Marianela León Rodríguez
Isaura López de Rojas

El Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas (INIA) de la República Bolivariana de Venezuela, es un instituto autónomo, creado de acuerdo con la Gaceta Oficial N° 36.920 del 28 de marzo de 2000, adscrito al Ministerio del Poder Popular para la Agricultura y Tierras por decreto N° 5.379, Gaceta Oficial N° 38.706 del 15 de Junio de 2007.

De acuerdo con el artículo 35 del Reglamento de Publicaciones del INIA, Resolución N° 855 con modificaciones realizadas y aprobadas en Junta directiva N° 126, según resolución N° 1456, esta es una Publicación Didáctica:

Las Publicaciones Didácticas contienen materiales para ser utilizados en procesos de enseñanza-aprendizaje, así como para orientar e informar sobre aspectos tecnológicos o de innovación específicos que sirvan de apoyo a las actividades docentes, de investigación, innovación y extensión. Describen generalmente una experiencia práctica, una etapa del proceso de investigación, algunos métodos y técnicas de laboratorio o cualquier otro tema que sirva de consulta. Son escritos por investigadores, profesionales o técnicos, y redactados en forma descriptiva o analítica. Su contenido puede ser sobre temas diversos, incluyendo temas teóricos relativos a las ciencias agrícolas o traducciones de otro idioma que por su contenido pueden considerarse como una obra de consulta permanente. Si se trata de un estudio recapitulativo puede conformar uno de los tipos de obra siguientes: Compilación: análisis y discusión de la orientación, metodologías, técnicas y resultados de investigaciones terminadas y publicadas. Recopilación: revisión de investigaciones terminadas y publicadas, en donde se presenta información que responde básicamente a las interrogantes siguientes: ¿Quién hizo la investigación?, ¿cuándo la hizo y la publicó?, ¿sobre qué tema y problema?, ¿qué objetivos persiguió?, ¿qué metodología y materiales utilizó?, ¿cuáles fueron los resultados?, ¿cuáles son las conclusiones y recomendaciones? Revisión de literatura propiamente dicha sobre algún tema teórico de las ciencias agrícolas y afines.

Gilabert de Brito, J; Arrieche Luna, IE; León Rodríguez, M; López de Rojas, I (comp.). 2015. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 215 p.



INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES
AGRÍCOLAS
CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIONES
AGROPECUARIAS

Análisis de suelos **para diagnóstico de fertilidad**

Manual de métodos **y procedimientos de referencia**

Compiladores

Julia Gilabert de Brito*
Isabel Elena Arrieché Luna**
Marianela León Rodríguez**
Isaura López de Rojas*

*INIA. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Maracay. Venezuela.

**INIA. Estación local Yaritagua. Yaracuy. Venezuela.

PUBLICACIÓN DIDÁCTICA

© Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas - INIA, 2015
Dirección: Edificio Sede Administrativa INIA. Av. Universidad, vía El Limón,
Maracay, estado Aragua. República Bolivariana de Venezuela.
Oficina de Publicaciones No Periódicas (58) 243 2404770
Oficina de Distribución y Ventas de Publicaciones (58) 243 2404779
Zona Postal 2105
Página Web: <http://www.inia.gob.ve>

Equipo editorial Publicaciones No Periódicas
Gerente de Investigaciones e Innovación Tecnológica: Delis Pérez
Coordinación Área de Gestión de la Información: Carlos Hidalgo (E)
Editor Jefe: Carlos Hidalgo
Editor Asistente: Ana Salazar
Editores: Elio Pérez, Andreina Muñoz
Diseño, diagramación y montaje: Sonia Piña y Raquel González

Para esta publicación

Editor responsable: Elio Asdrúbal Pérez Salcedo

Diseño gráfico: Sonia Piña

Impresión y encuadernación: Taller de Artes Gráficas del INIA.

Hecho el Depósito de Ley

Versión impresa
Depósito Legal: If 22320156303849
ISBN 978-980-318-325-7

Versión digital
Depósito Legal: Ifi 22320156303861
ISBN 978-980-318-326-4

Esta obra es propiedad del Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas, publicado para el beneficio y la formación plena de la sociedad, por ello se permite el uso y la reproducción total o parcial del mismo, siempre que se cite al autor y la institución, conforme a las normas vigentes y no se haga con fines de lucro.

Resumen

La puesta en funcionamiento de cada uno de los ocho laboratorios regionales de suelo, que hoy conforman la Red del Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas, ha ido de la mano con el proceso para uniformar metodologías analíticas y con ese propósito, en el tiempo, se han ido documentando y divulgando las metodologías utilizadas en dichos laboratorios, para realizar el diagnóstico de fertilidad de los suelos agrícolas venezolanos. Este manual es el resultado de nueve talleres técnicos de trabajo realizados en Maracay, de febrero a septiembre del año 2003, donde participaron activamente los responsables y técnicos de los laboratorios de suelos de El Tigre, Barinas, Ceniap, Calabozo, Bramón y Yaritagua. En relación con la descripción de los procedimientos analíticos, esta segunda edición revisada y ampliada del Manual de métodos de referencia para análisis de suelos con fines de diagnóstico de fertilidad, incluye innovación que se considera significativa, como es la descripción de un procedimiento alternativo para la determinación de microelementos disponibles en suelos, utilizando una solución de ácido dietilentriaminopentaacético 0,005M (DTPA al 0,005M) y la incorporación en su contenido de dos capítulos, uno sobre el Proceso de control de calidad interno dentro de los laboratorios, y el otro sobre las Medidas generales de seguridad en los laboratorios de suelos, que se deben seguir durante la ejecución de los protocolos. Se estima que este manual de referencia, como documento de alcance nacional y material de apoyo docente, contribuya a estimular la utilización del análisis de suelos y sea una herramienta que oriente, específicamente, las recomendaciones de fertilizantes y enmiendas a aplicar en los diferentes cultivos y zonas del país. Los capítulos correspondientes a las determinaciones analíticas se presentan organizados de acuerdo con una estructura común, la cual contempla: descripción del protocolo a seguir en cada

una de las determinaciones, organizado de la manera siguiente: Objetivo; Concepto, Principio, Equipos y materiales, Reactivos, Procedimiento, Cálculos, Forma de expresión de los resultados, Interpretaciones, Comentarios y Bibliografía consultada. Se compila este manual de métodos con el propósito de que forme parte de la documentación referencial requerida, para ir hacia la acreditación de los laboratorios que constituyen la Red del “Servicio de análisis de suelos con fines de diagnóstico de fertilidad y recomendaciones de fertilizantes” que oferta el INIA.

Equipo de trabajo

Julia Gilabert de Brito - Coordinación del equipo
Evelin Cabrera de Bisbal - Laboratorio de suelos, Maracay
Isabel Elena Arrieche - Laboratorio de suelos, Yaritagua
Luis A. Nieves - Laboratorio de suelos, Maracay
Nabor Gómez - Laboratorio de suelos, Barinas
Nidia Alfonzo - Laboratorio de suelos, Calabozo
Mariela Navas - Laboratorio de suelos, El Tigre
Pedro Yáñez - Laboratorio de suelos, Bramón

Colaboradores

Mariluz Ostos - Programa Tecnología Agropecuaria
Víctor Silva - Programa Tecnología Agropecuaria
Maryuri Mireles - Laboratorio de suelos, Maracay
Juan Martínez - Laboratorio de suelos, El Tigre
Numa Sánchez - Laboratorio de suelos, El Tigre
José Fernández - Laboratorio de suelos, El Tigre
Fanny Sáez - Laboratorio de suelos, Barinas
Betsaida Ortega - Laboratorio de suelos, Maracay
Pedro Toro - Laboratorio de suelos, Maracay
Manuel Alfonso - Laboratorio de suelos, Maracay
Aura Mercedes Reverón - Laboratorio de suelos, Calabozo
Gladys Reyes - Laboratorio de suelos, Calabozo
Tirso Díaz - Laboratorio de suelos, Yaritagua
Yudila Pacheco - Laboratorio de suelos, Yaritagua
Marisabel Cárdenas - Laboratorio de suelos, Yaritagua
Rafael Castillo - Laboratorio de suelos, Yaritagua
Arminda Quintero - Laboratorio de suelos, Bramón

Contenido

Resumen	3
Equipo de trabajo	5
Introducción	9
<i>Capítulo I</i>	
Muestreo y registro de la muestra de suelo	13
<i>Capítulo II</i>	
Acondicionamiento de la muestra de suelo	23
<i>Capítulo III</i>	
Determinación del tamaño de partículas del suelo por el método Bouyoucos	29
<i>Capítulo IV</i>	
Determinación del fósforo disponible en el suelo por el método Olsen	45
<i>Capítulo V</i>	
Determinación del potasio disponible en el suelo por el método Olsen	55
<i>Capítulo VI</i>	
Determinación del fósforo disponible en el suelo por el método Bray 1	63

<i>Capítulo VII</i>	
Determinación del potasio disponible en el suelo por el método Bray 1	73
<i>Capítulo VIII</i>	
Determinación del calcio disponible en el suelo por el método Morgan modificado	81
<i>Capítulo IX</i>	
Determinación del magnesio disponible en el suelo por el método Morgan modificado	95
<i>Capítulo X</i>	
Determinación de materia orgánica en el suelo por el método Walkley-Black	107
<i>Capítulo XI</i>	
Determinación de la reacción del suelo (pH) por el método potenciométrico	117
<i>Capítulo XII</i>	
Determinación de la conductancia eléctrica en el suelo por el método conductimétrico	127
<i>Capítulo XIII</i>	
Determinación de microelementos disponibles en el suelo por el método Mehlich I	137
<i>Capítulo XIV</i>	
Determinación de microelementos disponibles en el suelo por el método DTPA 0,005M a pH 7,3	145
<i>Capítulo XV</i>	
Determinación de calidad de calizas agrícolas	155
<i>Capítulo XVI</i>	
Proceso de control de calidad interno	185
<i>Capítulo XVII</i>	
Medidas generales de seguridad en los laboratorios de suelos. Factores de conversión de unidades más comunes	211

Introducción

En el país, desde hace más de seis décadas, el análisis de suelos viene siendo de amplio uso, como un instrumento de diagnóstico, para conocer las características de fertilidad actual de los suelos agrícolas venezolanos y determinar las necesidades de fertilizantes y encalado.

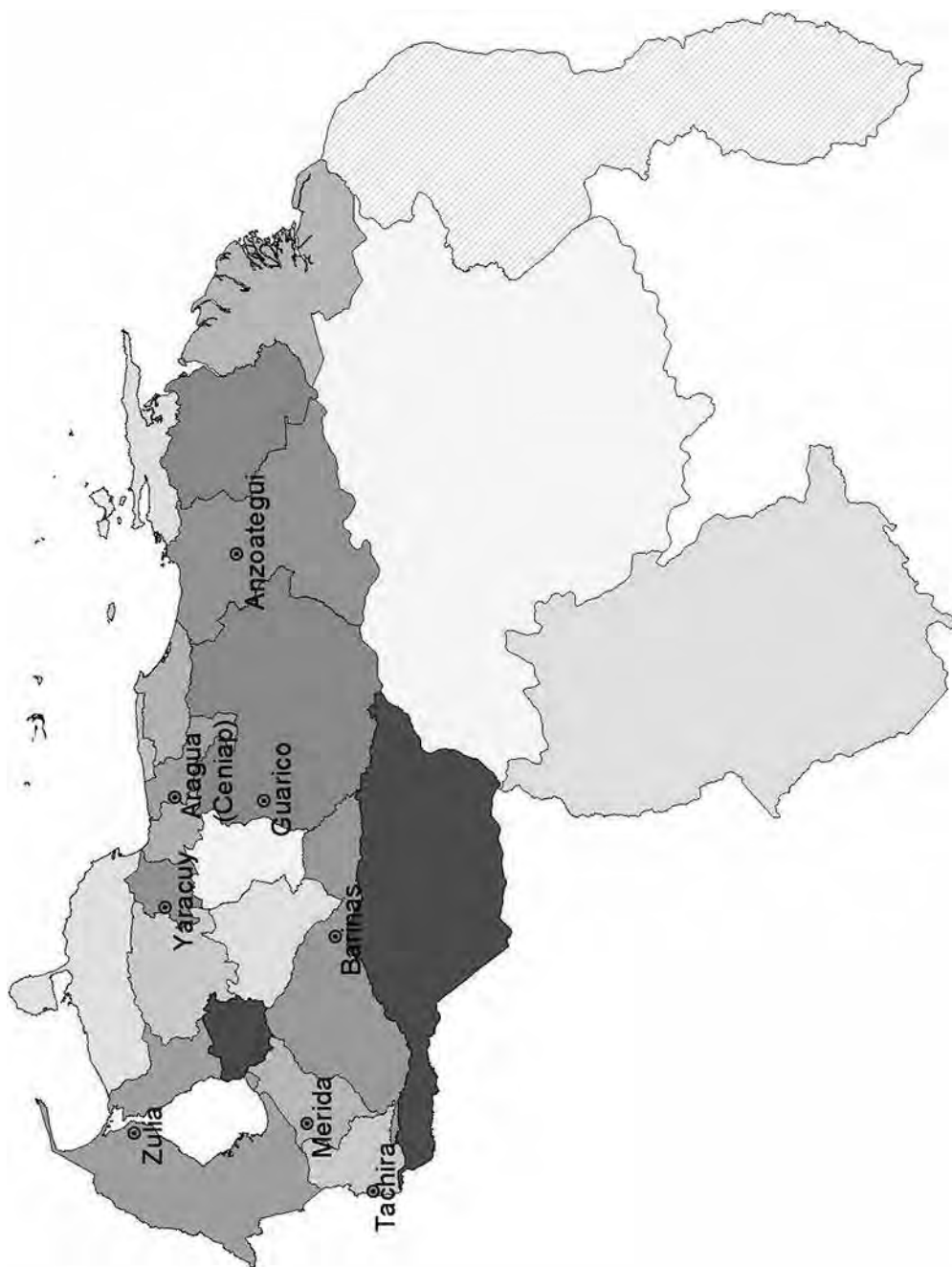
La adopción por parte de los laboratorios de alguna metodología analítica para determinar las disponibilidades en suelos, esencialmente de los elementos fósforo, potasio y calcio, han ido precedidas de investigaciones sobre selección y calibración de esos métodos, bajo diferentes condiciones edafoclimáticas predominantes en Venezuela y en función de los requerimientos nutricionales de los principales cultivos agroalimentarios y pastizales cultivados.

Aunque las encuestas que se han venido realizando para llevar a cabo un inventario de las metodologías analíticas, utilizadas en los laboratorios de suelos del país, han permitido evidenciar variabilidad en los procedimientos implementados en los laboratorios, también es cierto, que se ha mostrado una fuerte actitud para uniformar los procedimientos analíticos en suelos y fertilizantes, y la edición del Manual de métodos de referencia para análisis de suelos con fines de diagnóstico fertilidad, en el año 1990, así como las acciones que se han venido concretando con el Grupo interinstitucional para uniformar metodologías analíticas (GIUMA), sobre los aspectos de fertilizantes, constituyen experiencias venezolanas orientadas en ese sentido.

Con ese mismo propósito, Venezuela ha venido participando en algunos programas internacionales que llevan a cabo comparaciones interlaboratorio, tanto con muestras de suelos como de plantas.

Con la visión de ampliar la armonización de los procedimientos analíticos que se están aplicando en la extensa red de laboratorios de suelos del país, de nuevo se difunde y pone a la disposición de interesados esta segunda edición del Manual de métodos de referencia para análisis de suelos con fines de diagnóstico de fertilidad. El conjunto de metodologías analíticas que se incluyen en esta segunda edición revisada y ampliada, corresponden a lo que comúnmente se denominan “análisis rutinarios”, incorporando como innovación un método alternativo para la determinación de microelementos, e incluyendo dos capítulos, uno sobre el Proceso de control de calidad interno dentro de los laboratorios y otro sobre las Medidas generales de seguridad en los laboratorios de suelos, que se deben seguir durante la ejecución del protocolo, e igualmente viene enriquecido con las tablas de conversión de unidades e interrelaciones.

Este manual de métodos formará parte de la documentación referencial requerida para ir hacia la acreditación de los laboratorios, que constituyen la Red del “Servicio de análisis de suelos con fines de diagnóstico de fertilidad y recomendaciones de fertilizantes” que oferta el INIA.



Laboratorios INIA en el territorio nacional.

Muestreo y registro de las muestras de suelo

Objetivo

Conocer e identificar el proceso del Servicio de análisis de suelo que ofrece el INIA y registrar la información relevante sobre características del suelo, cultivo a sembrar y los precedentes de fertilización y encalado en la parcela representada por la muestra traída al laboratorio.

Muestreo de suelo

La validez de los resultados de análisis de suelo con fines de fertilidad, depende en una primera instancia, del grado en que la muestra representa las condiciones de la situación de campo que se quiere evaluar, en consecuencia, un buen muestreo de suelo es una condición fundamental para lograr ese propósito. Existe abundante material venezolano que versa sobre el procedimiento a seguir para efectuar una adecuada toma de muestras, entre los aspectos más relevantes a considerar se mencionan:

La variabilidad de los suelos: el suelo al ser considerado como un cuerpo de material bastante heterogéneo, cuya composición natural varía de sitio a sitio, conlleva a sistemas de muestreo, los cuales permiten delinear unidades de suelo con cierta homogeneidad dentro de ellas, pero diferentes entre sí. La gran variabilidad de los suelos dificulta la recomendación de un método único de muestreo para uso general.

Área a representar: debido a que las variaciones de las propiedades del suelo suceden, tanto en sentido horizontal como vertical, este aspecto se debe considerar cuando se muestrean los suelos.

Muestra compuesta: el propósito de tomar muestras compuestas es para minimizar la influencia de las variaciones pequeñas, debidas a la variabilidad natural del suelo y a los cambios introducidos por el hombre, que hacen difícil representar el gran volumen de suelo de un área determinada, en relación con la cantidad de volumen que se lleva al laboratorio. Esta muestra compuesta debe estar conformada por un número adecuado de submuestras, tomadas en área homogénea de la unidad de suelo escogida para el muestreo. Las submuestras deben ser de igual volumen y profundidad, tomadas de acuerdo con cierto esquema sistemático, y mezcladas para formar la muestra compuesta, cuyos resultados de análisis proveerán un estimado de la fertilidad promedio del área muestreada.

Profundidad de muestreo: cuando se realiza el muestreo con fines de fertilidad, el interés en el análisis de suelo es para conocer el estado nutricional de la capa superficial, por ser esta la zona de mayor variabilidad, ya que es donde se hacen las aplicaciones de fertilizantes y enmiendas, hay acumulaciones de residuos vegetales y animales, y donde ocurre mayor actividad de la micro flora del suelo. Generalmente, se recomienda muestrear de 15 a 20 cm de profundidad para la mayoría de los cultivos, sin embargo, las diferentes técnicas de muestreo existentes especifican de acuerdo con el tipo de cultivo y la profundidad conveniente de muestreo.

Influencia del cultivo, época y frecuencia de muestreo: cuando el cultivo está establecido se dificulta observar el terreno y realizar la delimitación de las unidades de muestreo; en otros casos afecta la forma como los cultivos aprovechan los nutrientes. La época de muestreo va a influir en la composición química del suelo, sobre todo en la humedad y el efecto de ésta sobre la acumulación o pérdida por lavado de sales solubles y el pH, a este respecto, lo más oportuno para la toma de muestras es realizarla cuando el suelo tiene el grado de humedad apropiado para las labores agrícolas. En cuanto a la frecuencia de muestreo, esta va a depender del tratamiento al cual esté sometido el suelo, de las prácticas culturales, características como la textura y materia orgánica, tipo de rotación e intensidad del cultivo, entre otros.

Áreas con problemas: uno de los factores importantes cuando se realiza el muestreo de suelos, es observar la presencia de áreas que presenten indicios de alguna anormalidad, como manchas salinas, crecimiento anormal de la vegetación, afloramiento del subsuelo, plantas predominantes, mal drenaje, entre otros. Estas áreas deben ser muestreadas aparte.

Registro de muestra de suelo

La planilla para el registro de información (Formato - Datos de solicitud de servicios), estructurada para la Red de laboratorios de suelos con fines de diagnóstico de fertilidad de suelos y recomendaciones de fertilización, consta de siete secciones:

Identificación general de los interesados y localización geográfica de las muestras: en esta sección del formato de registro se hallan los campos a llenar, de acuerdo con la procedencia de la muestra.

Datos de muestras: corresponde a la información de la identificación de la(s) muestra(s) y profundidad de la(s) misma(s), indicada por el interesado en el análisis, y el número de registro asignado por el laboratorio.

Identificación de lote o campo: incluye información referente a la superficie que representa la muestra, cultivos de interés que va sembrar, bajo riego o seco, si es monocultivo, cultivo asociado o en rotación, y toda aquella información adicional que ayude a la formulación de las recomendaciones de fertilización y encalado.

Características del suelo: contiene la información relacionada con el relieve, riesgos de erosión, aguachinamiento, tipo de vegetación predominante, profundidad de la capa arable, y otras características, como la presencia de mica, entre otros.

Cultivo anterior: información sobre el tipo de cultivo; híbrido o variedad, tipo de plantación, residuos de cosecha y rendimientos obtenidos.

Precedentes de fertilización y encalado: información relacionada sobre si utilizó cal; abonos orgánicos, como estiércol; residuos industriales, como cachaza de caña; lodos cerveceros u otros y fertilizantes químicos, especificando el tipo, la cantidad, la época y forma de aplicación.

Ensayos a realizar: corresponde a la información del tipo de análisis deseado por el interesado.

Las características y requerimientos de información arriba señaladas indican que el muestreo de suelos debe ser realizado, preferiblemente, por técnicos del agro, debidamente capacitados para ejecutar esa labor. Existe abundante material venezolano que versa sobre el procedimiento

a seguir para efectuar una adecuada toma de muestras. Al final de este capítulo se indican algunos instructivos sobre muestreo de suelos, elaborados por el INIA.

Informe de resultados de análisis de suelo con fines de fertilidad

La planilla para el informe de resultados (Formato - Informe de resultados de análisis de suelo con fines de fertilidad), estructurada para la Red de laboratorios de suelos con fines de diagnóstico de fertilidad de suelos y recomendaciones de fertilización, consta de cuatro secciones:

Identificación general de los interesados y localización geográfica de las muestras: en esta sección del formato de informe de resultados se hallan los campos a llenar, de acuerdo con la procedencia de la muestra, así como el número de informe, que corresponde al código alfanumérico de 15 caracteres, que permite diferenciar cada laboratorio por su naturaleza, localización geográfica y año de desempeño, información útil para derivar indicadores de gestión de cada laboratorio, así como también para el desarrollo de aplicaciones o sistemas de información específicos de la red.

Datos de muestras: corresponde a la información de la identificación de la(s) muestra(s) y profundidad de la(s) misma(s), indicada por el interesado en el análisis, y el número de registro asignado por el laboratorio.

Resultados analíticos: en esta sección se presenta en forma separada los resultados correspondientes al análisis mecánico y los análisis químicos del macro y micronutrientes, así como el porcentaje de materia orgánica, pH en agua relación 1:2,5 y conductividad eléctrica en agua relación 1:5.

Validación del informe: corresponde a los datos administrativos de la aprobación de los resultados por parte de la jefatura del laboratorio.

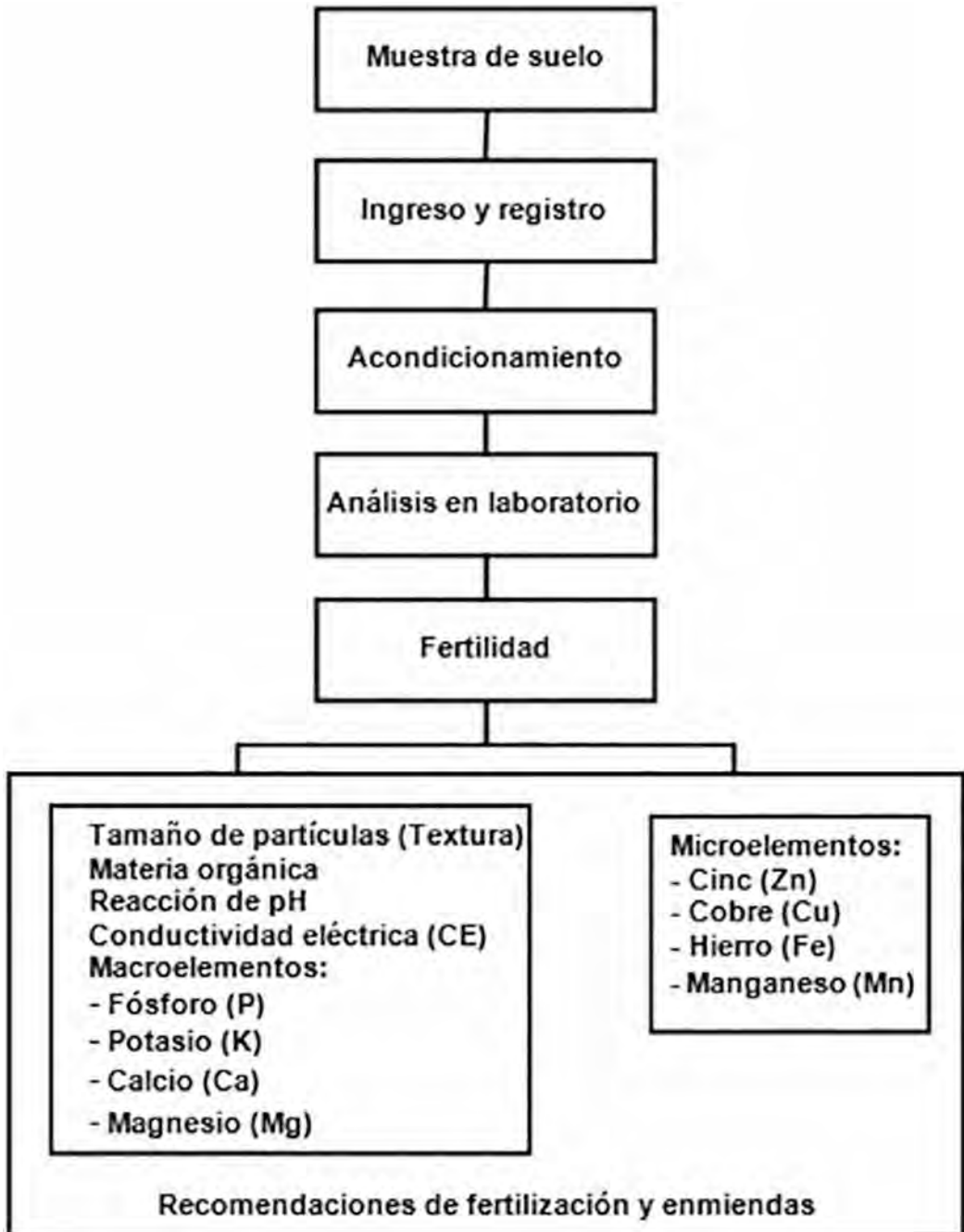


Diagrama de flujo del proceso del análisis de suelo con fines de fertilidad.

Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad
Manual de métodos y procedimientos de referencia

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES AGRÍCOLAS
RED DE LABORATORIOS DE SUELO
MANUAL DE MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS DE REFERENCIA

DATOS DE SOLICITUD DE SERVICIOS

N° SOLICITUD:		N° FACTURA:		N° MEMO:	
INTERESADO:				FECHA RECEPCIÓN:	
TIPO DE USUARIO:				CEDULA/RIF:	
ESTADO:		MUNICIPIO:		LOCALIDAD:	
LATITUD:		LONGITUD:		CULTIVO:	
CONVENIO - INIA:		TELÉFONO:		EMAIL:	
NÚMERO CATASTRAL:				OBSERVACIONES:	
DATOS DE MUESTRAS					
IDENTIFICACIÓN MUESTRA					
N° REGISTRO					
PROFUNDIDAD (cm)					
IDENTIFICACIÓN DE LOTE O CAMPO					
SUPERFICIE QUE REPRESENTA (ha)					
ROTACIÓN					
CULTIVO					
RECOMENDACIÓN					
CULTIVO DE INTERÉS (1)					
CULTIVO DE INTERÉS (2)					
CULTIVO BAJO					
RIEGO					
SECANO					
AMBOS					
CARACTERÍSTICAS DEL SUELO					
RELIEVE					
PLANO					
INCLINADO					
AGUACHINAMIENTO					
TIPO DE VEGETACIÓN					
CULTIVO ANTERIOR					
VARIEDAD					
HIBRIDO					

FORMATO - DATOS DE SOLICITUD DE SERVICIOS

Formato - Datos de solicitud de servicios

Capítulo I

Muestreo y registro de la muestra de suelo

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES AGRÍCOLAS
RED DE LABORATORIOS DE SUELO
MANUAL DE MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS DE REFERENCIA

DATOS DE SOLICITUD DE SERVICIOS

CULTIVO ANTERIOR					
PLANTACIÓN					
DISTANCIA ENTRE PLANTAS					
EDAD					
RADIO DE COPA					
RESIDUOS DE COSECHA					
INCORPORADO					
QUEMADO					
PASTOREO					
RENDIMIENTO APROXIMADO					
PRECEDENTES DE FERTILIZACIÓN Y ENCALADO					
CAL					
TIPO					
CANTIDAD					
ÉPOCA					
FORMA DE APLICACIÓN					
ESTIÉRCOL					
TIPO					
CANTIDAD					
ÉPOCA					
FORMA DE APLICACIÓN					
FERTILIZANTE					
TIPO					
CANTIDAD					
ÉPOCA					
FORMA DE APLICACIÓN					
ENSAYOS A REALIZAR					
TEXTURA					
FÓSFORO (ppm)					
POTASIO (ppm)					
CALCIO (ppm)					
MAGNESIO (ppm)					
MATERIA ORGÁNICA (%)					
pH EN AGUA 1:2,5					
CE EN AGUA 1:5					
COBRE (ppm)					
HIERRO (ppm)					
CINC (ppm)					
MANGANESO (ppm)					

FORMATO - DATOS DE SOLICITUD DE SERVICIOS

Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad
Manual de métodos y procedimientos de referencia

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES AGRÍCOLAS
RED DE LABORATORIOS DE SUELO
MANUAL DE MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS DE REFERENCIA

INFORME DE RESULTADOS DE ANÁLISIS DE SUELO CON FINES DE FERTILIDAD

N° INFORME:		FECHA RECEPCIÓN:		FECHA ENTREGA:	
INTERESADO:			CEDULA/RIF:		
FINCA/ INSTITUCIÓN:			TIPO DE USUARIO:		
ESTADO:		MUNICIPIO:		LOCALIDAD:	
LATITUD:		LONGITUD:		CULTIVO:	
CONVENIO - INIA:		TELÉFONO:		EMAIL:	
NÚMERO CATASTRAL:			OBSERVACIONES:		
DATOS DE MUESTRAS					
IDENTIFICACIÓN MUESTRA					
N° REGISTRO					
PROFUNDIDAD (cm)					
RESULTADOS ANALÍTICOS					
ANÁLISIS MECÁNICO					
ARENA (%)					
LIMO (%)					
ARCILLA (%)					
CLASE TEXTURAL					
ANÁLISIS QUÍMICO					
FÓSFORO (ppm)					
POTASIO (ppm)					
CALCIO (ppm)					
MAGNESIO (ppm)					
MATERIA ORGÁNICA (%)					
pH EN AGUA 1:2,5					
CONDUCTIVIDAD ELECTRICA EN AGUA 1:5					
COBRE (ppm)					
HIERRO (ppm)					
CINC (ppm)					
MANGANESO (ppm)					
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)			FECHA:		

FORMATO - INFORME DE RESULTADOS DE ANÁLISIS DE SUELO CON FINES DE FERTILIDAD

**Formato - Informe de resultados de análisis de suelo
con fines de fertilidad.**

Bibliografía consultada

Alfonzo, N; Arrieche, IE; Cabrera de Bisbal, E; Gómez, N; Navas, M; Yáñez, P. 2004. Muestreo de suelo con fines de fertilidad. Maracay, VE, Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas. Red de Laboratorios de suelo. (Plegable).

Avilán Rovira, L; Rengifo, C. 1984. Muestreo de suelos con fines de fertilidad en áreas frutícolas. Carta Agrícola (VE) 6(2):1-12.

Ayala Clemente, H. 1983. Fertilizantes y fertilización. Maracay, VE, Fundación Servicio al Agricultor (FUSAGRI). p. 35-37. (Serie Petróleo y Agricultura. No. 2).

Chirinos, AV; Gilabert de Brito, J. 1985. Muestreo de suelos con fines de diagnóstico de fertilidad y recomendaciones de abonos y enmiendas. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Instituto de Investigaciones Agrícolas Generales. 19 p. (Serie E No. 8-02).

Chirinos, AV; López de Rojas, I; González Troconis, RE; Pérez Silva, R. 1975. Aspectos básicos de un programa de análisis de suelos con fines de fertilidad. Capítulo I. Muestreo de suelos. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. p. 6-17.

Gómez Méndez, NO. 1983. Recolectar muestras de suelo con fines de fertilidad. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 9 p. (Serie E No. 1-07).

López Ritas, J. 1972. El diagnóstico de suelos y plantas. Métodos de campo y laboratorio. 2 ed. Madrid, ES, Mundi-Prensa. 286 p.

Salazar, E. 1984. Cómo tomar muestras de suelos. Maracay, VE, Universidad Central de Venezuela. Facultad de Agronomía. Instituto de Edafología. Boletín de Extensión No. 1. 10 p.

Acondicionamiento de las muestras de suelo

Objetivo

Preparar la muestra de suelo para su posterior procesamiento en los laboratorios de análisis con fines de diagnóstico de fertilidad.

El acondicionamiento de la muestra de suelo, previo a su entrada al laboratorio para su análisis, parte de la premisa de que la muestra que se va a analizar corresponde a una muestra compuesta y fue tomada siguiendo las pautas para un buen muestreo con fines de diagnóstico de fertilidad. En tal sentido, como se indicó en el capítulo anterior, el muestreo de suelos se debe realizar, preferiblemente, por técnicos del agro, debidamente capacitados para ejecutar esta labor. Existe abundante material venezolano que versa sobre el procedimiento a seguir para efectuar una adecuada toma de muestras. Al final de este capítulo se citan algunos instructivos de muestreo generados por el INIA.

Concepto

El acondicionamiento de la muestra de suelo en el laboratorio implica aplicar procedimientos uniformes para: el secado, trituración, tamizado, mezcla u homogeneización, envasado y almacenamiento. Se debe tener especial cuidado en utilizar materiales no contaminantes y evitar la contaminación con productos químicos, polvo, cenizas de cigarrillo, entre otros.

Equipos y materiales

- Bandejas con rejilla para el secado de las muestras.
- Estufas de aire circulante (ventilación forzada).
- Estantes de madera o metálicos.
- Molino eléctrico diseñado especialmente para tal fin, el cual tiene incorporado el tamiz de 2 mm. Alternativa: mortero y mazo de porcelana.
- Tamiz N° 10 o de 2 mm.
- Recipientes con capacidad de 250 a 500 ml, preferiblemente de cartón plastificado, y en su defecto recipientes plásticos o de vidrio.
- Bandejas para portar recipientes.
- Carritos transportadores.

Procedimiento

Una vez identificada y registrada la muestra, se procede a su acondicionamiento.

Para la aplicación de las determinaciones de laboratorio con fines de fertilidad, se requiere el acondicionamiento de las muestras, el cual comprende las labores de: secado, molienda, tamizado, envasado y almacenamiento, proceso que se lleva a cabo en la sala de preparación de muestras, sitio diseñado y construido para tal fin, separado de los laboratorios propiamente dichos.

Secado de la muestra: el secado de la muestra se puede hacer a temperatura ambiente, extendiendo bien la muestra de suelo, o en estufas reguladas a temperaturas entre los 36 y 40°C, por un período de 24 a 48 horas, dependiendo de la humedad inicial del suelo.

Trituración de la muestra: la trituración de la muestra de suelo seco al aire o en estufa se puede realizar en molinos eléctricos especiales, con un mortero de porcelana o con rodillos de madera. En cualquier caso, se debe tener sumo cuidado de no triturar fragmentos de roca o cualquier otro material extraño al suelo.

Tamizado de la muestra: el tamizado consiste en hacer pasar el suelo, una vez triturado y que ha sido disgregado, por un tamiz N° 10 o de 2 mm, a objeto de separar el suelo en dos porciones, la que queda retenida en el tamiz (material mayor de 2 mm) y la porción de suelo que pasa por el mismo, o sea, aquella fracción menor de 2 mm.

Homogeneización: consiste en el mezclado de la porción de suelo que pasó a través del tamiz de 2 mm. Esta porción se debe homogeneizar mediante un mezclado sobre un material plástico y limpio. Posteriormente, se hace el cuarteo de la muestra para proceder a colocar cada porción en los recipientes debidamente marcados, en los cuales serán transportadas las muestras a los laboratorios, para su posterior análisis y almacenamiento.

Almacenamiento: una vez analizada la muestra, se almacena el resto de ella por un período mínimo de seis meses, en un lugar ventilado especialmente diseñado para este propósito, manteniendo la identificación que le fue asignada, durante el registro inicial de la muestra.

Observaciones

Se debe tener especial cuidado en el proceso de homogeneización y del cuarteo de la muestra, con el fin de garantizar que las determinaciones se efectúen en porciones homogéneas y representativas de la muestra de suelo recolectada en el campo.

Con el fin de evitar la contaminación de la muestra, tanto en el muestreo como durante su acondicionamiento, se deben usar materiales de acero inoxidable, plásticos o de porcelana.

Comentarios

El Ceniap posee un conjunto de equipos para la semi-automatización de los procesos de acondicionamiento de muestras, transporte de muestras dentro del laboratorio, adición de soluciones y almacenamiento de muestras, que pueden servir de modelo para el equipamiento uniforme de los laboratorios de suelos con fines de diagnóstico de fertilidad en la Red INIA. Esos equipos fueron donados por el International Soil Testing Project, bajo el liderazgo de la Universidad de Carolina del Norte en los Estados Unidos de América.



**Diagrama de flujo del acondicionamiento
de la muestra de suelo.**

Bibliografía consultada

Chirinos, AV; López de Rojas, I; González Troconis, RE; Pérez Silva, R. 1975. Aspectos básicos de un programa de análisis de suelos con fines de fertilidad. Capítulo II. Procedimientos y métodos de análisis. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. p. 18-25.

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26).

Determinación del tamaño de partículas del suelo por el método Bouyoucos

Objetivo

Cuantificar la proporción de partículas de suelo distribuidas en diferentes tamaños y, mediante el triángulo de texturas, identificarlas por tipos de suelos de texturas gruesas, medias y finas.

Concepto

Consiste en la determinación de los porcentajes de arena, limo y arcilla presentes en la fracción mineral del suelo. Estos porcentajes se obtienen mediante separación de las partículas en grados clasificados de acuerdo con su diámetro.

Arena (a): se consideran arenas, las partículas comprendidas entre 2 y 0,05 mm de diámetro.

Limo (L): se consideran limos, las partículas comprendidas entre 0,05 y 0,002 mm de diámetro.

Arcilla (A): se consideran arcillas, las partículas menores de 0,002 mm de diámetro.

Clasificación textural: con los porcentajes de arena, limo y arcilla, se va al triángulo textural del Departamento de Agricultura de los Estados Unidos de América (USDA, 1983) y se determina la clasificación textural para cada suelo (Triangulo de textura).

Principio

El método del hidrómetro de Bouyoucos se fundamenta en la ley de Stokes, que para el hidrómetro establece una dependencia lineal entre el diámetro de partícula (X) y el inverso de la raíz cuadrada del tiempo ($X = \Theta \times t^{1/2}$), donde Θ es el parámetro de sedimentación, el cual, a su vez, es una función de la profundidad de asentamiento, densidad de las partículas y de la viscosidad y densidad de la solución.

Por lo tanto, como la densidad de la suspensión de suelo determina el empuje del hidrómetro, éste puede ser calibrado en términos de concentración para valores específicos de la densidad de la solución y de las partículas. Los valores medidos con el hidrómetro a intervalos de tiempo establecido, permiten determinar la proporción relativa en peso de las partículas presentes en el suelo agrupadas de acuerdo con su tamaño. Es así como las partículas de arena, más gruesas, decantarán primero; seguidas por las partículas de limo y, finalmente, las partículas de arcilla.

Equipos y materiales

- Balanzas de sensibilidad 0,01 g y 0,1 mg.
- Batidora eléctrica, de alta velocidad, provista de copa especial con varillas metálicas adosadas a las paredes.
- Pistón para mezclar (varilla de bronce conectada a disco de bronce o plástico con diámetro menor que el diámetro interno del cilindro de sedimentación).
- Tapones de goma.
- Hidrómetro estándar (ASTM 152-H).
- Termómetro para temperaturas entre 15 y 35°C, con precisión hasta 0,5°C.
- Cronómetro.
- Cilindros con una sola graduación a un litro.
- Frascos de vidrio corriente o plásticos de boca ancha, de un litro aproximadamente.
- Frascos lavadores

Reactivos

Solución dispersante de Calgon: puede ser preparada a partir de:

- **Polifosfato de sodio a 5%:** disolver $40 \pm 0,01$ g de polifosfato de sodio y $10 \pm 0,01$ g de carbonato de sodio (Na_2CO_3) en agua destilada y diluir a volumen de un litro.
- **Hexametáfosfato de sodio o Calgon a 5%:** disolver $40 \pm 0,01$ g de hexametáfosfato de sodio y $10 \pm 0,01$ g de carbonato de sodio (Na_2CO_3) en agua destilada y diluir a volumen de un litro.

Nota: el pH en ambas soluciones debe estar entre 8 y 9. Se recomienda preparar esta solución semanalmente.

Alcohol amílico o isoamílico p.a.

Procedimiento

Calibración con el uso de gráfico

Cuando el laboratorio dispone de un hidrómetro ASTM o hidrómetro de Bouyoucos, este ha sido graduado para indicar la concentración en g/l de suspensión de suelo en una escala de 0 a 60, asumiendo una densidad de partículas de suelo de 2,65 g/ml, usando agua pura como medio de suspensión y una temperatura de 20°C. La calibración viene dada por la corrección en función de la temperatura y de la solución dispersante de Calgon (Hexametáfosfato de sodio) a 5%, agregada al suelo como reactivo dispersante de las partículas del suelo.

En este caso, la literatura establece que la lectura corregida (L_c) del hidrómetro viene dada por la ecuación: $L_c = L_{exp.} \pm 0,36 \times (T_{cal.} - T_{exp.})$, donde $L_{exp.}$ y $T_{exp.}$ se corresponde con la lectura y temperatura experimental, respectivamente, y $T_{cal.}$ a la temperatura de calibración = 20°C (Opción 1 en los Cálculos).

Otra forma de corregir la lectura por solución dispersante de Calgon, es tomar las lecturas de esta solución sin muestra de suelo (L_{blanco}), en cuyo caso se aplica la ecuación: $L_c = L_{exp.} - L_{blanco}$ (Opción 2 en los Cálculos).

Medición en muestras

En base a la calibración del hidrómetro, la medición se puede realizar de dos formas:

Opción 1. Con el uso de la ecuación $L_c = L_{exp.} \pm 0,36 \times (T_{cal.} - T_{exp.})$, mediante el procedimiento siguiente:

- Pesar $50,00 \pm 0,01$ g de suelo, seco al aire y tamizado por 2 mm, y colocar en recipiente de boca ancha, de aproximadamente un litro de capacidad.
- Agregar 100 ml de la solución dispersante de Calgon y 200 ml de agua desionizada. Agitar con una varilla para homogeneizar bien y dejar en reposo, durante la noche.
- Al día siguiente, pasar cuantitativamente la suspensión de suelo a la copa de la batidora y agitar durante cinco minutos.
- Trasvasar la suspensión anterior al cilindro de sedimentación de un litro, lavar bien los residuos y llevar a volumen con agua desionizada.
- Homogeneizar la suspensión, mediante el uso del pistón de bronce o tapar el cilindro con tapón de goma y agitar hacia arriba y hacia abajo, de 15 a 20 veces, invirtiendo el cilindro, con el fin de separar cualquier partícula de suelo que se haya sedimentado en el fondo del cilindro.
- Colocar el cilindro en el mesón e inmediatamente después empezar a medir el tiempo de sedimentación, poniendo en marcha el cronómetro, e introducir el hidrómetro en la suspensión de suelo. Si hubiera espuma, se debe poner una gota de alcohol amílico sobre la superficie de la suspensión.
- Tomar nota de la lectura en el menisco superior del hidrómetro, a los 40 segundos (L_m 40seg.).
- Sacar el hidrómetro cuidadosamente, enjuagar y colocar en una probeta con agua desionizada. Tomar inmediatamente la temperatura ($T_{exp.}$ 40seg).
- A las cinco horas, después de la primera lectura en la suspensión de suelo, introducir nuevamente el hidrómetro en ella y realizar la lectura en el tope del menisco. Anotar la lectura (L_m 5h) y medir la temperatura inmediatamente, correspondiente a este tiempo ($T_{exp.}$ 5h).

- Proceder en forma similar con las muestras de suelos restantes, en la misma secuencia.

Opción 2. Con el uso de la ecuación $L_c = L_{exp} - L_{blanco}$, siguiendo el procedimiento siguiente:

Para las muestras de suelos se sigue el procedimiento descrito anteriormente, paralelamente se prepara una solución blanco de la manera siguiente:

- Agregar 100 ml de la solución dispersante de Calgon y 200 ml de agua desionizada. Agitar con una varilla para homogeneizar bien y dejar en reposo, durante la noche.
- Trasvasar la solución anterior al cilindro de un litro, lavar bien y llevar a volumen con agua desionizada.
- Homogeneizar la solución mediante el uso del pistón de bronce de 15 a 20 veces.
- Colocar el cilindro en el mesón e inmediatamente después empezar a medir el tiempo de sedimentación, poniendo en marcha el cronómetro, e introducir el hidrómetro en la solución. Si hubiera espuma, se debe poner una gota de alcohol amílico sobre la superficie de la solución.
- Tomar nota de la lectura en el menisco superior del hidrómetro, a los 40 segundos (L_{blanco} 40seg.)
- Sacar el hidrómetro cuidadosamente, enjuagar y colocar en una probeta con agua desionizada. Tomar inmediatamente la temperatura (T_{blanco} 40seg.).
- A las cinco horas, después de la primera lectura en la solución, introducir nuevamente el hidrómetro en ella y realizar la lectura en el tope del menisco. Anotar la lectura (L_{blanco} 5h) y medir la temperatura inmediatamente, correspondiente a este tiempo (T_{blanco} 5h).
- Si la temperatura de la muestra de suelo es diferente a la temperatura del blanco, durante el análisis, se debe leer con el hidrómetro nuevamente la solución blanco a esta temperatura (T_{blanco} 5h).

Nota: como en el Laboratorio de suelos del INIA Anzoátegui, localizado en el Tigre, estado Anzoátegui, se procesan mayormente suelos arenosos, se normalizó el tiempo de agitación en la batidora en tres minutos, con el fin

de evitar el riesgo de rompimiento de las partículas de arena, que pudieran distorsionar los resultados de la clasificación textural de esos suelos, de acuerdo con la información suministrada por el Lic. Jesús Bastardo, Supervisor del laboratorio, en octubre 2013.

Cálculos

Para la determinación de los porcentajes de las diferentes fracciones del suelo se usan las ecuaciones de la Opción 1 u Opción 2.

Opción 1. $L_c = L_{exp.} \pm 0,36 \times (T_{cal.} - T_{exp.})$

$$\% (a + A + L) = 100\%$$

$$\% (A + L) = \frac{[L_{exp.} 40seg \pm 0,36 \times (T_{20^{\circ}C} - T_{exp.} 40seg)] \times 100}{P_m}$$

$$\% A = \frac{[L_{exp.} 5h \pm 0,36 \times (T_{20^{\circ}C} - T_{exp.} 5h)] \times 100}{P_m}$$

$$\% a = 100 - \% (A + L)$$

$$\% L = 100 - \% (a + A)$$

Donde:

$\% a$ = Porcentaje de arena.

$\% A$ = Porcentaje de arcilla.

$\% L$ = Porcentaje de limo.

$L_{exp.} 40seg.$ = Lectura de la muestra a los 40 segundos.

$L_{exp.} 5h$ = Lectura de la muestra a las cinco horas.

$T_{exp.} 40seg.$ = Temperatura de la suspensión de suelo a los 40 segundos.

$T_{exp.} 5h$ = Temperatura de la suspensión de suelo a las cinco horas.

P_m = peso de la muestra (g).

Opción 2. $L_c = L_{exp.} - L_{blanco}$

$$\% (a + A + L) = 100\%$$

$$\% (A + L) = \frac{(L_{exp. 40seg} - L_{blanco 40seg}) \times 100}{P_m}$$

$$\% A = \frac{(L_{exp. 5h} - L_{blanco 5h}) \times 100}{P_m}$$

$$\% a = 100 - \% (A + L)$$

$$\% L = 100 - \% (a + A)$$

Donde:

$L_{exp. 40seg.}$ = Lectura de la muestra a los 40 segundos.

$L_{blanco 40seg}$ = Lectura del blanco a los 40 segundos.

$L_{exp. 5h}$ = Lectura de la muestra a las cinco horas.

$L_{blanco 5h}$ = Lectura del blanco a las cinco horas.

P_m = peso de la muestra (g).

Identificación de la clasificación textural y grupos o categorías texturales

Con los porcentajes de las diferentes fracciones determinadas en el cálculo anterior, se procede a la identificación de la clase textural y categorizar las texturas en gruesas, medias o finas, correspondiente a cada suelo. Para ello se entra al triángulo textural de la manera siguiente:

- El valor del % de arcilla (A) se localiza en la arista izquierda del triángulo de textura, entrando en forma horizontal.
- El valor del % de arena (a) se localiza en la arista basal del triángulo, entrando en forma inclinada.
- El punto de intersección de esos dos valores da la clasificación textural del suelo y a la vez indicación de la categoría de textura en gruesa, media o fina.

Otra alternativa:

- d. El valor del % de arcilla (A) se localiza en la arista izquierda del triángulo de textura, entrando en forma horizontal.
- e. El valor del % de limo (L) se localiza en la arista derecha del triángulo, entrando en forma inclinada.
- f. El punto de intersección de esos dos valores da la clasificación textural del suelo y a la vez indicación de la categoría de textura en gruesa, media o fina.

Observaciones al método

- Con el fin de homogeneizar la temperatura a que se realizan las lecturas, se recomienda preparar los cilindros el día anterior y llenar con 400 ml de agua desionizada, aproximadamente.
- Los resultados obtenidos son aproximados, particularmente si los suelos son muy calcáreos, yesíferos, salinos o tienen más de 5% de materia orgánica.
- Ocasionalmente, se deben examinar las propelas del eje de agitación de la batidora, ya que con el uso tienden a volverse redondas, de poca o ninguna efectividad, por lo cual se deben reemplazar por otras nuevas.

Forma de expresión de los resultados

Los resultados se expresan en porcentaje de arena; limo y arcilla, con enteros y una cifra decimal.

Interpretaciones

De acuerdo con el Departamento de Agricultura de los Estados Unidos de América (USDA) los porcentajes de las diferentes fracciones de suelos, determinadas en la identificación de la clasificación textural y grupo o categoría textural, se consideran como:

- Arenas (a): partículas entre 0,05 y 2 mm.
- Limos (L): partículas entre 0,002-0,05 mm.
- Arcillas (A): partículas menores que 0,002 mm.

A fin de una interpretación agronómica, relacionada con la disponibilidad de nutrientes y retención de agua por el suelo, se propone el uso de tres grupos o categorías texturales:

- Suelos de texturas gruesas.
- Suelos de texturas medias.
- Suelos de texturas finas.

Los servicios de análisis de suelos, para diagnóstico de fertilidad y recomendaciones de fertilizantes y enmiendas, utilizan los grupos o categorías texturales como criterios de entrada en los “Instructivos o bases técnicas para determinar requerimientos de caliza agrícola y de disponibilidad de nutrientes para los cultivos”. Los mismos agrupan las clases de texturas siguientes:

- Suelos de texturas gruesas: a, aF, Fa.
- Suelos de texturas medias: FAa, F, FL, FA, Aa y L.
- Suelos de texturas finas: A, AL y FAL

La textura franco arcillo limosa es incluida dentro del tipo de texturas finas, por cuanto en el Departamento de Conservación de Suelos, de los Estados Unidos de América, lo han considerado como una clase de familia separada de los suelos francos.

En Venezuela, los resultados obtenidos por López y Comerma (1985) han mostrado un comportamiento diferencial por grupos texturales, desde el punto de vista de requerimientos de encalado, y también en los ensayos de fertilización con maíz en Yaracuy, Portuguesa, y que posiblemente en el futuro continuarán siendo los elementos de diferenciación en el estudio de la dinámica de los nutrientes y de la humedad en el suelo.

Las caracterizaciones de los criterios de acidez en función de los contenidos de arcilla de los suelos, fueron la base de la agrupación por grupos texturales: gruesas, medias y finas de las diversas clases de textura, que aparecen citadas en este manual.

Comentarios

Las soluciones de polifosfato de sodio han sido utilizadas como dispersante de las partículas del suelo. Son sales de aniones que tienen fórmula general $(P_n O_{3n+1})$ elevado a la $(n + 2)$. Los polifosfatos en cadena pueden tener entre 2-10 átomos de fósforo (P). Al usar este reactivo se debe calibrar experimentalmente la densidad de la solución, para establecer la corrección del hidrómetro en la misma, en este caso, se recomienda el procedimiento con el uso de la solución blanco.

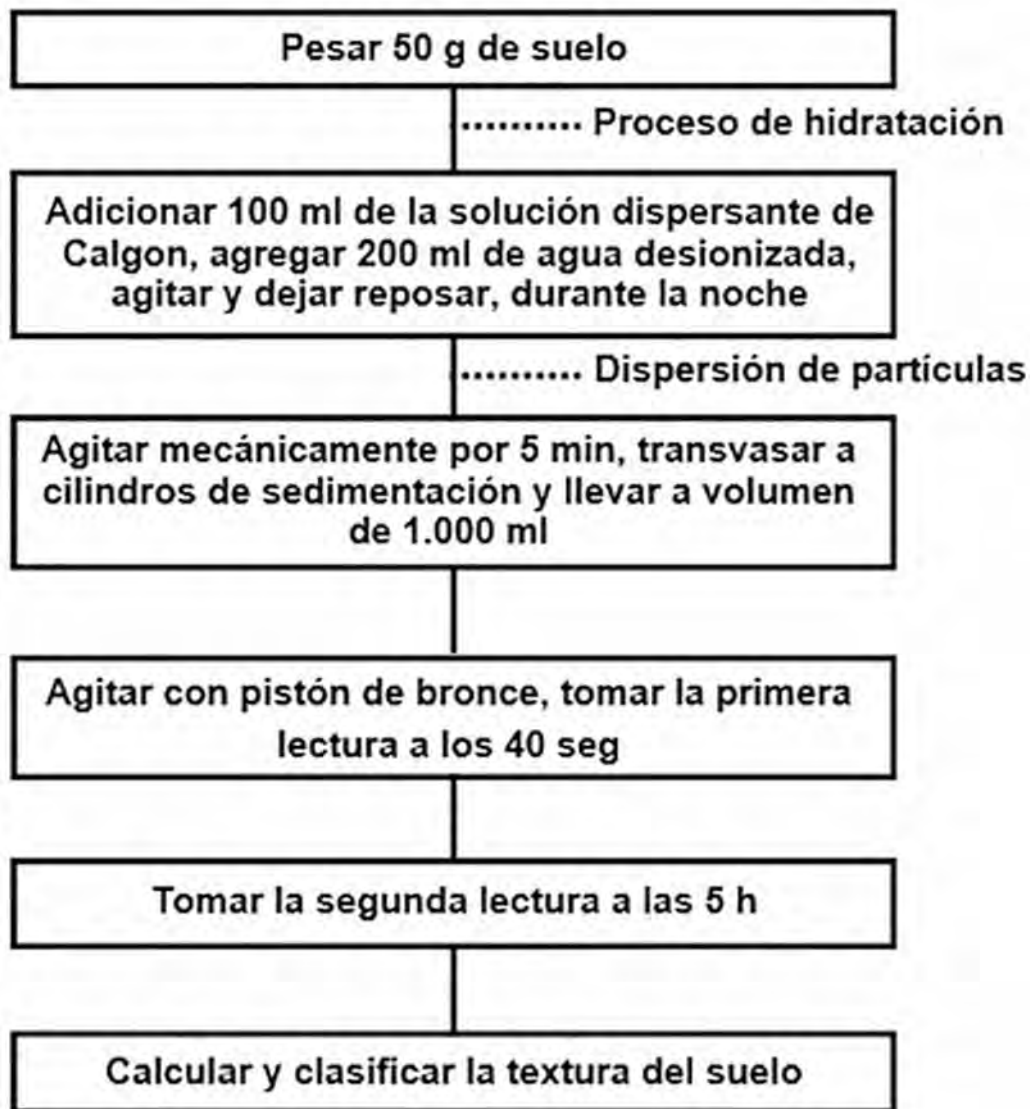
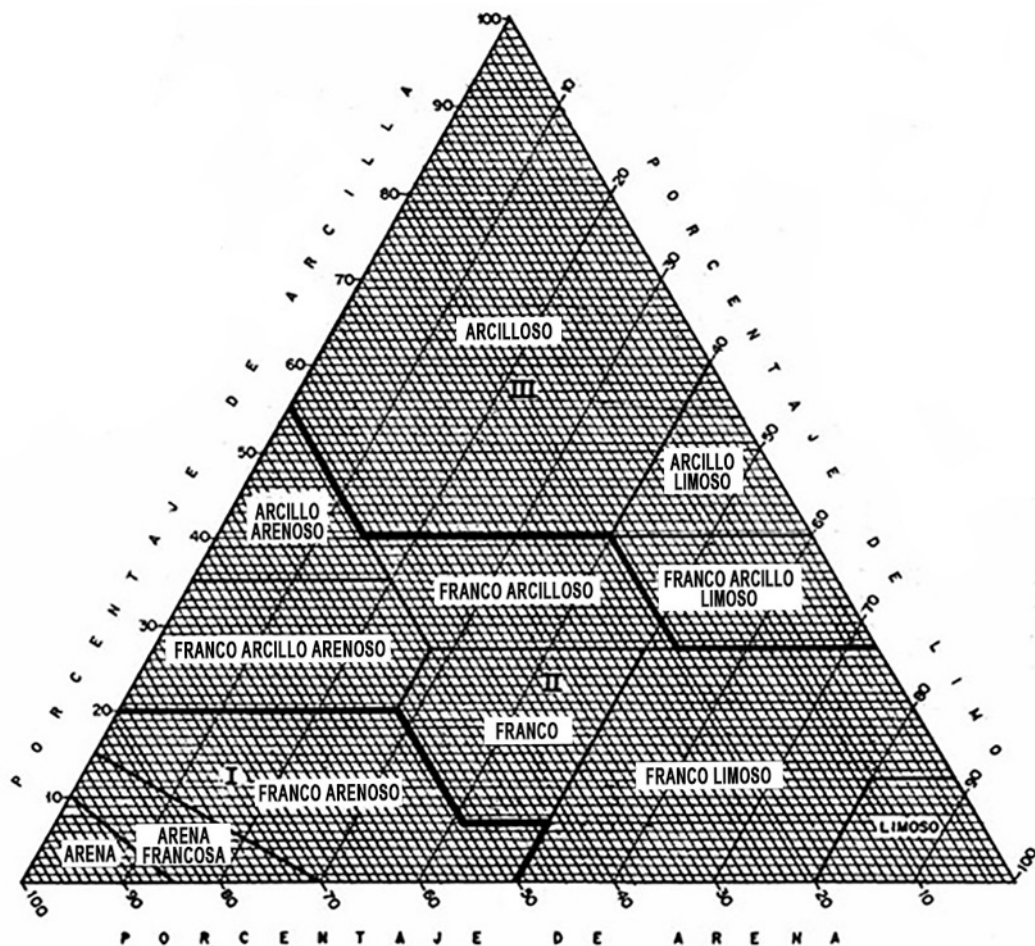


Diagrama de flujo para la determinación del tamaño de partículas del suelo por el método Bouyoucos.

Carta para la determinación de la textura de los suelos

Copiado de: U.S. Department of Agriculture Bureau of Plant Industry. Soils and Agricultural Engineering.



Nomenclatura

I. Texturas gruesas

Arena (a)
Arena francosa (aF)
Franco arenoso (Fa)

II. Texturas medias

Franco (F)
Franco limoso (FL)
Limoso (L)
Franco arcillo arenoso (FAa)
Franco arcilloso (FA)
Arcilloso arenoso (Aa)

III. Texturas finas

Franco arcillo limoso (FAL)
Arcilloso limoso (AL)
Arcilloso (A)

Triangulo de textura.

DETERMINACIÓN DE TAMAÑO DE PARTÍCULAS Y CLASIFICACIÓN DE TEXTURA DE SUELOS

[illegible]

FORMATO - DETERMINACIÓN DE TAMAÑO DE PARTÍCULAS Y CLASIFICACIÓN DE TEXTURA DE SUELOS

Bibliografía consultada

Arrieche L, I.; León R, M.; Méndez, M. 2013. El factor de corrección en la determinación del % arena, limo y arcilla en los suelos por el método Bouyoucos (en línea). In Congreso Venezolano de la Ciencia del Suelo (20, 2013, San Juan de los Morros, VE). Resúmenes ampliados y Simposium [Cartel] (Es). San Juan de los Morros, VE, Sociedad Venezolana de la Ciencia del Suelo. Universidad Nacional Experimental Rómulo Gallegos. Consultado 10 oct. 2014. Disponible http://www.sian.inia.gob.ve/repositorio/congresos/20_CVCS/PDF/PPS/PPS24.pdf

Day, PR. 1965. Particle fractionation and particle-size analysis. In Black, CA. ed. Methods of soil analysis. Part I. Physical and mineralogical properties. Madison, US, American Society of Agronomy. Soil Science Society of America. p. 545-567. (Agronomy monograph No. 9.1).

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26).

Klute, A. ed. 1986. Methods of soil analysis. Part I. Physical and mineralogical methods. 2 ed. Madison, US, Soil Science Society of America. American Society of Agronomy. 1188 p. (SSSA book series 5.1).

López de Rojas, I; Comerma, JA. 1985. Caracterización de los suelos ácidos de Venezuela basada en algunas propiedades físicas y químicas. Agronomía Tropical (VE) 35(1-3):83-110.

Medina González, H; García Coronado, J; Núñez Acosta, D. 2007. El método del hidrómetro: Base teórica para su empleo en la determinación de la distribución del tamaño de partículas de suelos. Revista Ciencias Técnicas Agropecuarias (CU) 16(3):19-24.

Nieves, LA. 1989. Pruebas comparativas de productos dispersantes en la determinación de tamaños de partículas por el método de Bouyoucos. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. (Archivos).

Pla Sentís, I. 1983. Metodología para la caracterización física con fines de diagnóstico de problemas de manejo y conservación de suelos en condiciones tropicales. Maracay VE, Universidad Central de Venezuela. Facultad de Agronomía. 91 p. (Alcance Revista de la Facultad de Agronomía N° 32).

Sánchez, CF. 1974. La distribución del tamaño de partículas y su aplicación a los estudios de suelos y de ingeniería. Cagua, VE, Ministerio de Obras Públicas. Dirección de Información Básica. División de Edafología. 86 p.

USDA (United States Department of Agriculture, US). Soil Conservation Service. National Soil Survey Laboratory. 1983. Principles and procedures for using soil survey laboratory data. Course guide. Washington, US. 130 p.

Determinación de fósforo disponible en el suelo por el método Olsen

Objetivo

Determinar el contenido de fósforo (P) del suelo, como un índice de fertilidad y de su disponibilidad para las plantas.

Concepto

El fósforo (P) disponible define los grados de deficiencia, suficiencia o exceso de este elemento con relación a su disponibilidad para los cultivos.

Principio

Con el método Olsen se extrae parte del fósforo (P) intercambiable, disponible, adsorbido en la superficie del suelo, parte de los fosfatos de calcio y otros elementos. La solución extractora utilizada es de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) a pH 8,5. El fosfato en el extracto es determinado por vía colorimétrica con el método del azul de molibdeno, con ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) como agente reductor. El método es adecuado para indicar el estado de disponibilidad del fósforo (P) en una amplia gama de condiciones de pH y texturas de suelo.

Equipos y materiales

- Balanzas sensibles a 0,01 g y 0,1 mg.

- Agitadores de vaivén (recíprocos).
- Espectrofotómetro de luz visible.
- Botellas plásticas con tapa, de 50 ml de capacidad.
- Papel filtro N° 1 o equivalente.
- Beaker de 50 ml.
- Pipetas volumétricas.
- Balones aforados de 50, 100 y 1.000 ml.
- Tubos de ensayo de 25 a 30 ml.

Reactivos

Solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) 0,5M (Solución extractora Olsen): agregar 42,01 g de bicarbonato de sodio en 800 ml de agua destilada, aproximadamente. Mezclar bien hasta disolución completa. Ajustar el pH de esta solución a 8,5 con hidróxido de sodio (NaOH) 1M. Aforar a volumen de un litro con agua destilada. Guardar la solución en frasco de polietileno. En el caso de que la solución se guarde por períodos prolongados, se debe verificar el pH.

Soluciones para el desarrollo de color

- **Solución ácida de molibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$:** disolver 50 g de molibdato de amonio p.a. en 175 ml de agua destilada aproximadamente, en un balón aforado de un litro. Disolver 1,2125 g de tartrato doble de potasio y antimonio $[(\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O})]$ en la solución de molibdato. Colocar el balón en baño de agua con hielo para enfriar, y agregar lentamente y agitando 800 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado. Luego, llevar a temperatura ambiente y diluir a volumen con agua destilada, guardar en frasco ámbar bajo refrigeración.

Precaución: tomar precauciones extremas en la preparación de esta solución ácida de molibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, debido a que se está manipulando 800 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado.

- **Solución de ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$):** disolver 8,8 g de ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) p.a. en agua destilada y llevar a volumen en balón aforado de 100 ml agua destilada. Guardar en frasco oscuro bajo refrigeración.

- **Solución de trabajo:** por cada 100 ml de solución de trabajo, pipetear 1 ml de solución ácida de molibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ y 2 ml de solución de ácido ascórbico $(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6)$, llevar a volumen con agua destilada. Con 100 ml de la solución de trabajo se procesan cinco puntos de la curva de calibración o cinco muestras de suelo. Preparar esta solución el mismo día que se vaya a utilizar y en las cantidades requeridas, según el número de muestras a procesar.

Solución estándar de 25 ppm (mg/l) de fósforo (P): pesar 0,1098 g de fosfato ácido de potasio (KH_2PO_4) seco en estufa, entre 110-115°C, por dos horas, disolver en solución extractora Olsen [Solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) 0,5M] y llevar a volumen con agua destilada en balón aforado de un litro.

Procedimiento

Preparación del extracto de suelo

- Pesar 1 g de suelo, seco al aire y tamizado por 2 mm, y colocar en frasco plástico.
- Añadir 20 ml de la solución extractora Olsen [Solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) 0,5M].
- Agitar en agitador recíproco por 30 minutos.
- Filtrar por papel N° 1 o de calidad similar.

Curva de calibración

En balones volumétricos de 50 ml adicionar volúmenes de 1, 2, 4 y 5 ml de la solución estándar de fósforo (P). Enrasar con solución extractora de Olsen [Solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) 0,5M] y mezclar bien.

En balones de 50 ml		
Alícuotas solución estándar de 25 ppm (mg/l) de fósforo (P) (ml)	Aforar con solución extractora Olsen a: (ml)	Concentración final de fósforo (P) en solución (mg/l)
Blanco	50	0
1	50	0,5
2	50	1
4	50	2
5	50	2,5

En tubos de ensayo, pipetear 2 ml de cada uno de los patrones anteriores y agregar 20 ml de la solución de trabajo. Agitar suavemente, con corriente de aire, y dejar en reposo por 30 minutos. Hacer las lecturas correspondientes en Espectrofotómetro de luz visible a longitud de onda (λ) = 882 nm.

Medición en muestras

- Pipetear 2 ml del extracto de suelo y agregar 20 ml de solución de trabajo.
- Agitar suavemente, con corriente de aire, y dejar en reposo 30 minutos.
- Hacer las lecturas correspondientes en Espectrofotómetro de luz visible a longitud de onda (λ) = 882nm.

Nota: si las lecturas en el extracto de suelo están fuera de la curva de calibración, se debe repetir el procedimiento, diluyendo el extracto con la solución extractora Olsen [Solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) 0,5M] y considerar este factor de dilución para el cálculo final de la muestra.

Interferencias

No hay interferencia de silicatos en la solución para concentraciones de sílice hasta de 10 ppm (mg/l); hierro (Fe^{+3}) hasta 50 ppm (mg/l); cobre (Cu^{+2}) hasta 10 ppm (mg/l) y arsénico (As) hasta 1 ppm (mg/l).

Cálculos

$$\text{ppm (mg/l) P en suelo} = \text{Lectura en equipo} \times \frac{\text{V final del extracto (ml)}}{\text{Peso muestra (g)}}$$

Forma de expresión de los resultados

Los contenidos de fósforo (P) en el suelo se expresan en enteros, como ppm (mg/l).

Interpretaciones

Se incluyen los criterios de interpretación propuestos, en base a la agrupación de los suelos por grupos texturales.

Grupos texturales	Determinación de fósforo (P) por el método Olsen ppm (mg/l)				
	Muy bajo (MB)	Bajo (B)	Medio (M)	Alto (A)	Muy alto (MA)
Gruesas*	0-9	10-18	19-36	37-108	> 108
Medias** y finas***	0-5	6-12	13-25	26-75	> 75

*Texturas gruesas: a, aF y Fa

**Texturas medias: FAa, F, FL, FA, Aa y L

***Texturas finas: A, AL y FAL

Comentarios

En red de laboratorios de suelos con fines de fertilidad del INIA, la disponibilidad de fósforo (P) y potasio (K) se extraen con la solución de Olsen, por lo tanto, se efectúa una sola extracción para ambos elementos y después se toman las alícuotas correspondientes para cada determinación.

Una vez desarrollado el color en el extracto, se debe realizar la medición en un lapso no mayor de dos horas.

La modalidad del desarrollo de color con ácido ascórbico ($C_6H_8O_6$), como reductor, fue publicada por Waugh, D.L. en el año 1965.

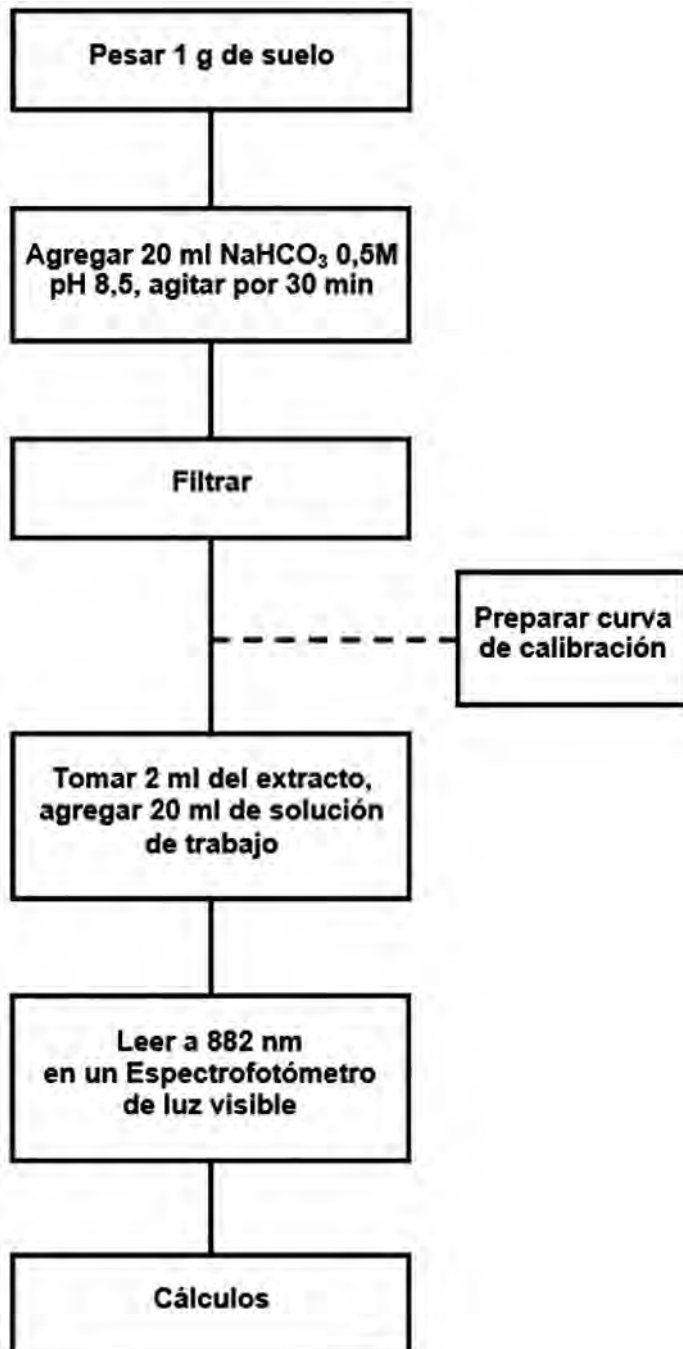


Diagrama de flujo de la determinación de fósforo (P) del suelo por el método Olsen.

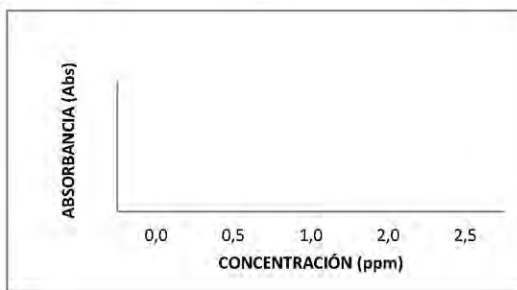
INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES AGRÍCOLAS
RED DE LABORATORIOS DE SUELO
MANUAL DE MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS DE REFERENCIA

DETERMINACIÓN DE FÓSFORO DISPONIBLE EN SUELO - MÉTODO OLSEN

FECHA:		ANALISTA: (NOMBRE/FIRMA)		PAGINA: ____ DE ____
--------	--	-----------------------------	--	----------------------

[illegible]

CURVA DE CALIBRACIÓN	
PATRÓN (ppm)	LECTURA EQUIPO (Abs)
Coeficiente de correlación, r=	
Pendiente, m=	
Intercepto, b ₀ =	



OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

FORMATO - DETERMINACIÓN DE FÓSFORO DISPONIBLE EN SUELO - MÉTODO OLSEN

Formato - Determinación de fósforo disponible en suelo - Método Olsen.

Bibliografía consultada

Carrero P, L. 1985. Experiencia mundial sobre el uso de la solución extractora de Olsen para determinación de fósforo y potasio. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 61 p. (Informe como Investigador en Adiestramiento. Archivo del Laboratorio de Suelos del Ceniap).

Frank, K; Beegle, D; Denning, J. 1992. Phosphorus. Chapter 6. In Brown, JR. ed. Recommended chemical soil test procedures for the North Central Region. 3 ed. Lincoln, Nebraska, US. p. 21-29. North Central Regional Research Publication No. 221 (Revised). Missouri Agricultural Experiment Station SB 1001.

Gilabert de Brito, J; Chirinos, AV. 1983. Interpretación de análisis de suelos mediante ensayos de invernadero. Establecimiento de niveles críticos tentativos en función de la capacidad de intercambio de los suelos. *Agronomía Tropical* (VE) 33(1-6):459-481.

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26).

González Troconis, RE; Rodríguez Bello, A.; Mariño Aguiar, M. 1960. Resultados preliminares sobre correlación de análisis de P del suelo con los rendimientos. In *Jornadas Agronómicas* (1. 1960. Maracay, VE). Maracay, VE, Centro Nacional de Investigaciones Agronómicas.

González Troconis, RE; Pérez Silva, R. 1976. Métodos de análisis del fósforo en suelos de Yaracuy estudiados con experimentos de campo. *Agronomía Tropical* (VE) 26(1):15-29

Olsen, SR; Cole, CV; Watanabe, FS; Dean, LA. 1954. Estimation of available phosphorus in soils by extraction with sodium bicarbonate. *United States Department of Agriculture*. Circular 939.

Olsen, SR; Dean, LA. 1965. Phosphorus. In Norman, AG. ed. *Methods of soil analysis*. Part II. Chemical and microbiological properties. Madison, US, American Society of Agronomy. Soil Science Society of America. p. 1035-1049. (Agronomy Monograph 9.2).

Olsen, SR; Sommers, LE. 1982. Phosphorus. In Page, AL; Baker, DE; Ellis, R Jr.; Keeney, DR; Miller, RH; Rhoades, JD. eds. Methods of soil analysis. Part II. Chemical and microbiological properties. 2 ed. Madison, US, American Society of Agronomy. Soil Science Society of America. p. 403-427. (Agronomy Monograph 9.2).

Van Reeuwijk, LP. ed. 2002. Available phosphorus (Olsen). In Procedures for soil analysis. 6 ed. Wageningen, The Netherlands, NL, International Soil Reference and Information Center. p. 14.3-14.4. (Technical Paper no. 9).

Waugh, DL. 1965. Phosphorus determination (Ascorbic acid technique as modified by Waugh, DL). Raleigh, US, North Carolina State University, Soils Department. International Soil Testing Program. In Compilación de documentos del International Soil Testing Project: ISTP. 2 p.

Determinación de potasio disponible en el suelo por el método Olsen

Objetivo

Determinar el contenido de potasio (K) del suelo, como un índice de fertilidad y de su disponibilidad para las plantas.

Concepto

El potasio (K) disponible define los grados de deficiencia, suficiencia o exceso de este elemento en relación con su disponibilidad para los cultivos.

Principio

Los cationes de potasio (K) retenidos en la superficie de las partículas de suelo, potasio (K) disponible, es extraído con una solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) a pH 8,5. El potasio (K) en el extracto es determinado por Espectrofotometría de absorción atómica.

Equipos y materiales

- Balanzas sensibles a 0,01 g y 0,1 mg.
- Agitadores de vaivén (recíprocos).
- Espectrofotómetro de absorción atómica.
- Botellas plásticas con tapa, de 50 ml de capacidad.

- Papel filtro N° 1 o equivalente.
- Beaker de 50 ml.
- Pipetas volumétricas.
- Balones aforados de 50, 100 y 1.000 ml.
- Tubos de ensayo de 25 a 30 ml.

Reactivos

Solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) 0,5M (Solución extractora Olsen): agregar 42,01g de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) en 800 ml de agua destilada aproximadamente. Mezclar bien hasta disolución completa. Ajustar el pH de esta solución a 8,5, con hidróxido de sodio (NaOH) 1M. Aforar a volumen de un litro con agua destilada. Guardar la solución en frasco de polietileno. En caso de que la solución se guarde por períodos prolongados, se debe verificar el pH.

Solución estándar de 100 ppm (mg/l) de potasio (K): pesar 0,1907 g de cloruro de potasio (KCl) p.a. seco en estufa, entre 110-115°C, por dos horas, y disolver en solución extractora Olsen [Solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) 0,5M] y llevar a volumen con agua destilada, en balón aforado de un litro.

Procedimiento

Preparación del extracto de suelo

- Pesar 1 g de suelo, seco al aire y tamizado por 2 mm, y colocar en frasco plástico.
- Añadir 20 ml de la solución extractora Olsen [Solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) 0,5M].
- Agitar por 30 minutos y filtrar con papel N°1 o de calidad similar.

Curva de calibración

En balones volumétricos de 100 ml adicionar volúmenes de 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución estándar de 100 ppm (mg/l) de potasio (K). Aforar con

solución extractora Olsen [Solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) 0,5M] y mezclar bien. Leer en Espectrofotómetro de absorción atómica:

En balones de 100 ml		
Alícuotas de solución estándar 100 ppm (mg/l) de potasio (K) (ml)	Aforar con solución extractora Olsen a: (ml)	Concentración final de potasio (K) en solución (mg/l)
Blanco	100	0
0,5	100	0,5
1	100	1
2	100	2
3	100	3
4	100	4
5	100	5

Las concentraciones de los puntos de la curva de calibración son sólo indicativas, pues se preparan en función de las especificaciones de cada uno de los equipos de absorción atómica disponibles en cada laboratorio.

Medición en muestras

Hacer las lecturas del extracto de suelo anterior directamente en Espectrofotómetro de absorción atómica, después de haber calibrado con los patrones preparados en el punto anterior, siguiendo el instructivo operacional del equipo disponible en cada laboratorio.

Nota: sí las lecturas en el extracto de suelo están fuera de la curva de calibración, repetir el procedimiento diluyendo el extracto con solución extractora Olsen [Solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) 0,5M], y considerar este factor de dilución para el cálculo final de la muestra.

Cálculos

$$\text{ppm (mg/l) K en suelo} = \text{Lectura en equipo} \times \frac{\text{V final del extracto (ml)}}{\text{Peso muestra (g)}}$$

Forma de expresión de los resultados

Los contenidos de potasio (K) en el suelo se expresan en enteros, como ppm (mg/l).

Interpretaciones

Se incluyen los criterios de interpretación propuestos, en base a la agrupación de los suelos por tipos o grupos texturales:

Grupos texturales	Determinación de potasio (K) por el método Olsen ppm (mg/l)			
	Muy bajo (MB)	Bajo (B)	Medio (M)	Alto (A)
Gruesas*	0-17	18-35	36-70	71-120
Medias**	0-25	26-50	51-100	101-300
Finas**	0-40	41-80	81-160	161-480

*Texturas gruesas: a, aF, y Fa

**Texturas medias: FAa, F, FL, FA, Aa y L

***Texturas finas: A, AL y FAL

Comentarios

En red de laboratorios de suelos con fines de fertilidad del INIA, la disponibilidad de fósforo (P) y potasio (K) se extraen con la solución de Olsen, por lo tanto, se efectúa una sola extracción para ambos elementos y después se toman las alícuotas correspondientes para cada determinación.

En algunos laboratorios se puede estimar la cantidad de potasio (K) en la solución final, mediante la técnica colorimétrica. En estos casos, es de suma importancia mantener las condiciones de trabajo, especialmente, el tiempo de enfriado en nevera y la ejecución inmediata de la lectura, debido a la estabilidad del color del complejo desarrollado.

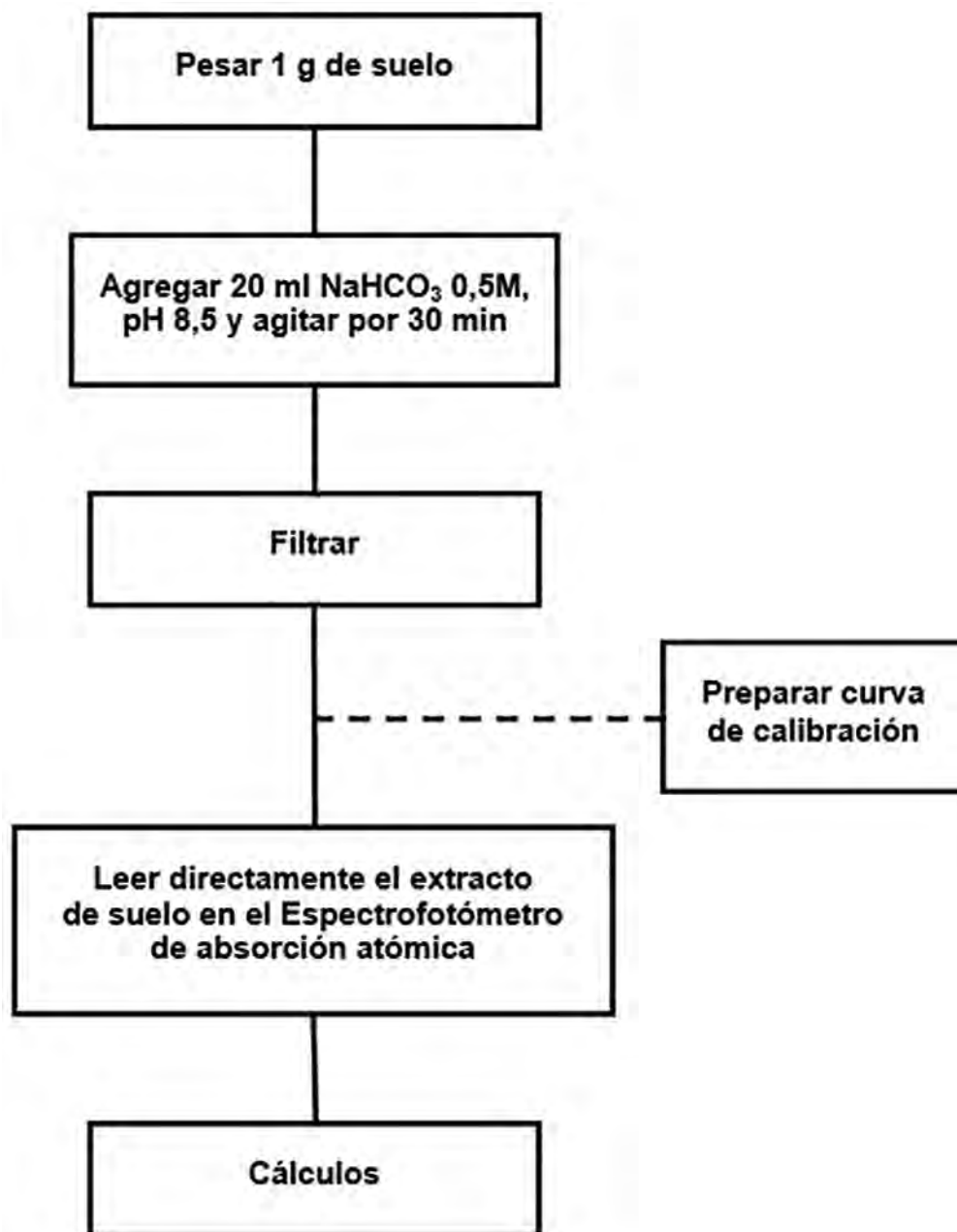


Diagrama de flujo de la determinación de potasio (K) del suelo por el método Olsen.

Bibliografía consultada

Carrero P, L. 1985. Experiencia mundial sobre el uso de la solución extractora de Olsen para determinación de fósforo y potasio. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 61 p. (Informe como Investigador en Adiestramiento. Archivo del Laboratorio de Suelos del Ceniap).

Gilabert de Brito, J; Chirinos, AV. 1983. Interpretación de análisis de suelos mediante ensayos de invernadero. Establecimiento de niveles críticos tentativos en función de la capacidad de intercambio de los suelos. *Agro-nomía Tropical (VE)* 33(1-6):459-481.

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26).

Determinación de fósforo disponible en el suelo por el método Bray 1

Objetivo

Determinar el contenido de fósforo (P) del suelo extraído con la solución Bray 1, como un índice de fertilidad y de su disponibilidad para las plantas.

Concepto

El fósforo (P) disponible en el suelo define los grados de deficiencia, suficiencia o exceso de este elemento en relación con su disponibilidad para los cultivos.

Principio

La muestra es extraída con una solución de fluoruro de amonio (NH_4F) 0,03N y ácido clorhídrico (HCl) 0,025N ajustada a pH 2,6 (Método Bray 1). El ión fluor (F^-) solubiliza el fosfato de hierro y aluminio, por sus propiedades de formar complejos con estos cationes en solución ácida, liberando el fósforo (P) retenido en las partículas del suelo por iones trivalentes. El medio ácido disuelve la parte activa de fosfato de calcio y de apatita del suelo. El fósforo (P) en el extracto es determinado por vía colorimétrica, con el método del azul de molibdeno, con ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$), como agente reductor. El procedimiento se aplica de preferencia en suelos ácidos.

Equipos y materiales

- Balanzas con sensibilidad de 0,01g y 0,1 mg.
- Agitadores de vaivén (recíprocos).
- Espectrofotómetro de luz visible
- Botellas plásticas con tapa, de 50 ml de capacidad.
- Papel filtro N° 1 o equivalente.
- Beaker de 50 ml para recibir el filtrado.
- Pipetas volumétricas.
- Balones aforados de 50, 100 y 1.000 ml.
- Tubos de ensayo de 25 a 30 ml de capacidad.

Reactivos

Fluoruro de amonio (NH_4F), solución madre aproximadamente 1,0N: disolver 37 g de fluoruro de amonio (NH_4F) en balón de un litro con agua destilada. Conservar la solución en frasco de polietileno.

Ácido clorhídrico (HCl) 0,5N: diluir 40,4 ml de ácido clorhídrico (HCl) concentrado p.a. en un balón de 1.000 ml con agua destilada.

Solución de NH_4F - HCl a pH 2,6 (Solución extractora de Bray 1): en balón aforado de 1.000 ml, añadir 30 ml de la solución de fluoruro de amonio (NH_4F) y 50 ml de la solución de ácido clorhídrico (HCl). Llevar a volumen con agua destilada. La solución resultante es 0,03N de fluoruro de amonio (NH_4F) y 0,025N de ácido clorhídrico (HCl). Esta solución se puede conservar en frasco de vidrio por más de un año. Ajustar a $\text{pH } 2,6 \pm 0,05$ con ácido clorhídrico (HCl) o hidróxido de sodio (NaOH) diluido.

Soluciones para el desarrollo de color

- **Solución ácida de molibdato de amonio [$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$]:** en un balón aforado de un litro, disolver 50 g de molibdato de amonio en 175 ml de agua destilada aproximadamente. Disolver 1,2125 g de tartrato doble de potasio y antimonio [$\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$] en la solución de molibdato. Colocar el balón en baño de agua con hielo para

enfriar, agregar lentamente 800 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado y agitar. Luego, llevar a temperatura ambiente y diluir a volumen con agua destilada, guardar en un frasco ámbar bajo refrigeración.

Precaución: tomar precauciones extremas en la preparación de esta solución ácida de molibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, debido a que se manipulan 800 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado.

- **Solución de ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$):** disolver 8,8 g de ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) p.a. en agua destilada y llevar a volumen de 100 ml. Guardar en frasco oscuro bajo refrigeración.
- **Solución de trabajo:** por cada 100 ml de solución de trabajo se debe pipetear 1 ml de solución ácida de molibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ y 2 ml de solución de ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$). Llevar a volumen con agua destilada.

Nota: con 100 ml de la solución de trabajo se procesan puntos de la curva de calibración o cinco muestras de suelos. Esta solución se debe preparar el mismo día que se vaya a utilizar.

Solución estándar de 25 ppm (mg/l) de fósforo (P): pesar 0,1098 g de fosfato ácido de potasio (KH_2PO_4), secar en estufa, entre 110-115°C, por dos horas, y disolver en solución extractora Bray 1 (Solución de NH_4F - HCl a pH 2,6), y llevar a volumen con agua destilada en balón aforado de un litro.

Procedimiento

Preparación del extracto

- Pesar 2 g de suelo, seco al aire y tamizado por 2 mm, y colocar en frasco plástico.
- Añadir 20 ml de la solución extractora Bray 1 (Solución de NH_4F - HCl a pH 2,6).
- Agitar por un minuto.
- Filtrar rápidamente con papel N° 1 o de calidad similar.

Curva de calibración

En balones volumétricos de 50 ml, adicionar volúmenes de 1, 2, 4 y 5 ml de la solución estándar de 25 ppm (mg/l) de fósforo (P). Enrasar con solución extractora de Bray 1 (Solución de NH_4F - HCl a pH 2,6) y mezclar bien.

En balones de 50 ml		
Alícuotas solución estándar de fósforo (P) de 25 ppm (mg/l) (ml)	Aforar con solución Bray 1 a: (ml)	Concentración final de fósforo (P) en solución (mg/l)
Blanco	50	0
1	50	0,5
2	50	1
4	50	2
5	50	2,5

En tubos de ensayo, pipetear 2 ml de cada uno de los puntos de la Curva de calibración. Agregar 20 ml de la solución de trabajo. Agitar suavemente con corriente de aire y dejar en reposo por 30 minutos. Hacer las lecturas correspondientes en Espectrofotómetro de luz visible a longitud de onda (λ) = 882 nm.

Medición en muestras

- Pipetear 2 ml del extracto de suelo y agregar 20 ml de la solución de trabajo.
- Agitar suavemente con corriente de aire y dejar en reposo por 30 minutos.
- Hacer las lecturas correspondientes en Espectrofotómetro de luz visible a longitud de onda (λ) = 882 nm.

Nota: si las lecturas en el extracto de suelo están fuera de la curva de calibración, se debe repetir el procedimiento, diluyendo el extracto con la solución extractora Bray 1 (Solución de NH_4F - HCl a pH 2,6) y considerar este factor de dilución para el cálculo final de la muestra.

Interferencias

No hay interferencia de silicatos en la solución para concentraciones hasta de 10 ppm (mg/l) de sílice; el hierro (Fe^{+3}) hasta 50 ppm (mg/l); el cobre (Cu^{+2}) hasta 10 ppm (mg/l) y el arsénico (As) hasta 1 ppm (mg/l).

Cálculos

$$\text{ppm (mg/l) P en suelo} = \text{Lectura en equipo} \times \frac{\text{V final del extracto (ml)}}{\text{Peso muestra (g)}}$$

Forma de expresión de los resultados

Los contenidos de fósforo (P) en el suelo se expresan en enteros, como ppm (mg/l).

Interpretaciones

Grupos texturales	Determinación de fósforo (P) por el método Bray 1 ppm (mg/l)		
	Bajo (B)	Medio (M)	Alto (A)
Gruesas*, medias** y finas***	0-15	16-30	> 30

*Texturas gruesas: a, aF, y Fa

**Texturas medias: FAa, F, FL, FA, Aa y L

***Texturas finas: A, AL y FAL

Comentarios

En el laboratorio de suelos con fines de fertilidad de la región oriental del INIA, la disponibilidad de fósforo (P) y potasio (K) se extraen con la solución de Bray 1, por lo tanto, se efectúa una sola extracción para ambos elementos y después se toman las alícuotas correspondientes para cada determinación.

La extracción con Bray 1 (Solución de NH_4F - HCl a pH 2,6) se utiliza en los diferentes laboratorios de la región Oriental del país (INIA Anzoátegui, El Tigre, estado Anzoátegui, y Universidad de Oriente, Núcleo Monagas, Maturín, estado Monagas).

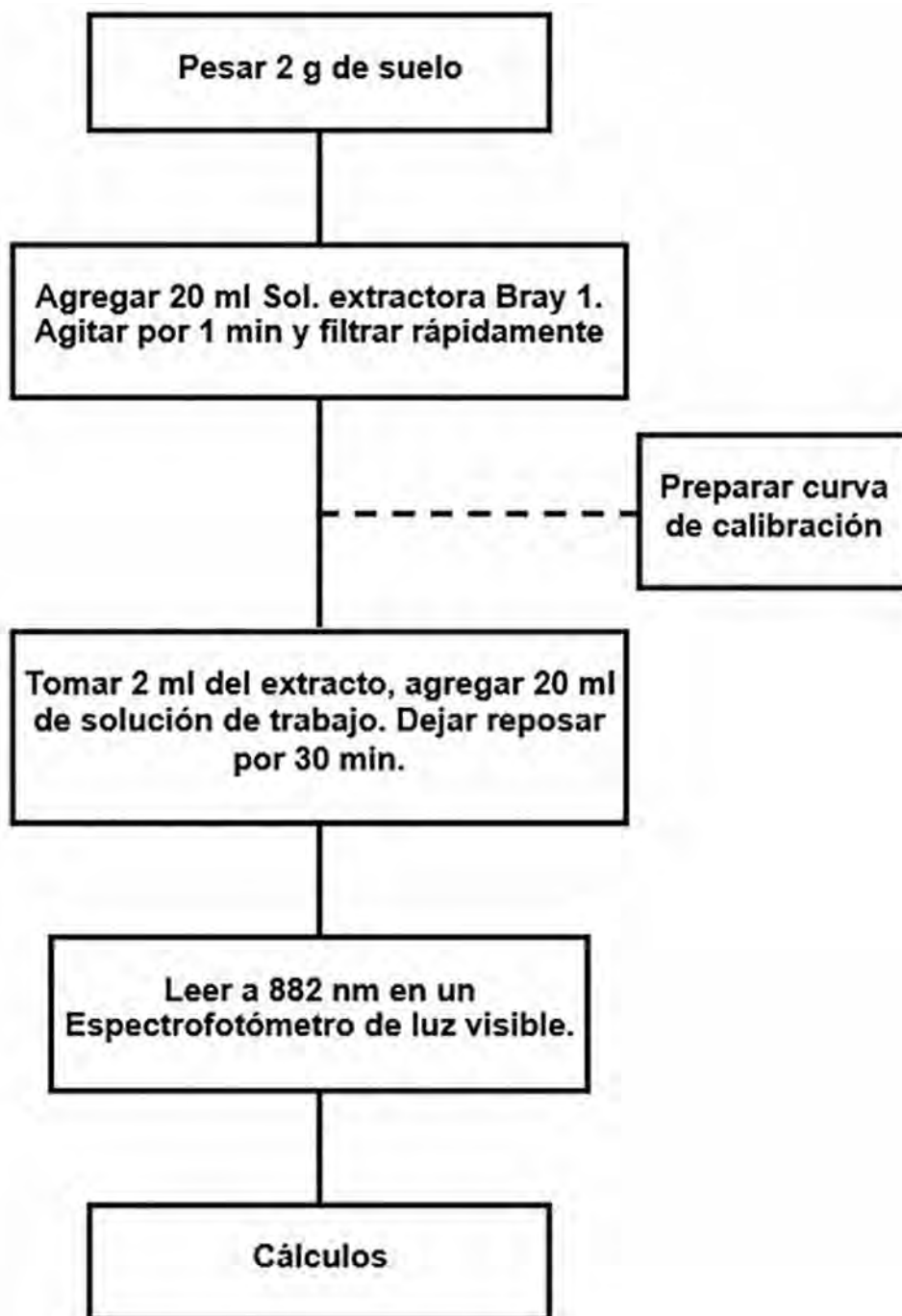


Diagrama de flujo de la determinación de fósforo (P) del suelo por el método Bray 1.

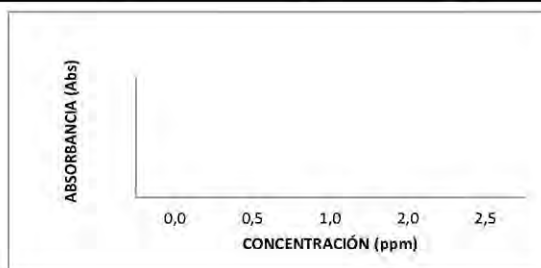
INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES AGRÍCOLAS
RED DE LABORATORIOS DE SUELO
MANUAL DE MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS DE REFERENCIA

DETERMINACIÓN DE FÓSFORO DISPONIBLE EN SUELO - MÉTODO BRAY 1

FECHA:	ANALISTA: (NOMBRE/FIRMA)	PAGINA: ____ DE ____
--------	-----------------------------	----------------------

[illegible]

CURVA DE CALIBRACIÓN	
PATRÓN (ppm)	LECTURA EQUIPO (Abs)
Coefficiente de correlación, r=	
Pendiente, m=	
Intercepto, b ₀ =	



OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

FORMATO - DETERMINACIÓN DE FÓSFORO DISPONIBLE EN SUELO - MÉTODO BRAY 1

Formato - Determinación de fósforo disponible en suelo - Método Bray 1.

Bibliografía consultada

Boada Herrera, OJ. 1977. Calibración de análisis químicos rápidos para la determinación de P y K asimilable en suelos del nor-orientе venezolano. Tesis de Ing. Agro. Jusepín, VE, Universidad de Oriente. Escuela de Ingeniería Agronómica. 72 p.

Frank, K; Beegle, D; Denning, J. 1992. Phosphorus. Chapter 6. In Brown, JR. ed. Recommended chemical soil test procedures for the North Central Region. 3 ed. Lincoln, Nebraska, US. p. 21-29. North Central Regional Research Publication No. 221 (Revised). Missouri Agricultural Experiment Station SB 1001.

Gilabert de Brito, J; Chirinos, AV. 1983. Interpretación de análisis de suelos mediante ensayos de invernadero. Establecimiento de niveles críticos tentativos en función de la capacidad de intercambio de los suelos. *Agronomía Tropical* (VE) 33(1-6):459-481.

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26).

Olsen, SR; Dean, LA. 1965. Phosphorus. In Norman, AG. ed. Methods of soil analysis. Part II. Chemical and microbiological properties. Madison, US, American Society of Agronomy. Soil Science Society of America. p. 1035-1049. (Agronomy Monograph 9.2).

Olsen, SR; Sommers, LE. 1982. Phosphorus. In Page, AL; Baker, DE; Ellis, R Jr.; Keeney, DR; Miller, RH; Rhoades, JD. eds. Methods of soil analysis. Part II. Chemical and microbiological properties. 2 ed. Madison, US, American Society of Agronomy. Soil Science Society of America. p. 403-427. (Agronomy Monograph 9.2).

Rivas G, EJ. 1977. Calibración de métodos químicos rápidos para la determinación de K y P disponible en 10 suelos del nor-orientе. Tesis de Ing. Agro. Jusepín, VE, Universidad de Oriente. Escuela de Ingeniería Agronómica. 76 p.

Van Reeuwijk, LP. ed. 2002. Available phosphorus (Bray 1). In Procedures for soil analysis. 6 ed. Wageningen, The Netherlands, NL, International Soil Reference and Information Center. p. 14.1-14.2. (Technical Paper no. 9).

Waugh, DL. 1965. Phosphorus determination (Ascorbic acid technique as modified by Waugh, DL). Raleigh, US, North Carolina State University, Soils Department. International Soil Testing Program. In Compilación de documentos del International Soil Testing Project: ISTP. 2 p.

Determinación de potasio disponible en el suelo por el método Bray 1

Objetivo

Determinar el contenido de potasio (K) del suelo extraído con la solución Bray 1, como un índice de fertilidad y de su disponibilidad para las plantas.

Concepto

El potasio (K) disponible define los grados de deficiencia, suficiencia o exceso de este elemento en relación con su disponibilidad para los cultivos.

Principio

La muestra es extraída con una solución de fluoruro de amonio (NH_4F) 0,03N y ácido clorhídrico (HCl) 0,025N ajustada a pH 2,6 (Método Bray 1). El potasio (K) en el extracto se determina mediante el Espectrofotómetro de absorción atómica. El procedimiento se aplica de preferencia en suelos ácidos.

Equipos y materiales

- Balanzas con sensibilidad de 0,01 g y 0,1 mg.
- Agitadores de vaivén (recíprocos).
- Espectrofotómetro de absorción atómica.

- Botellas plásticas con tapa, de 50 ml de capacidad.
- Papel filtro N° 1 o equivalente.
- Beaker de 50 ml para recibir el filtrado.
- Pipetas volumétricas.
- Balones aforados de 50, 100 y 1.000 ml.
- Tubos de ensayo de 25 a 30 ml de capacidad.

Reactivos

Fluoruro de amonio (NH_4F), solución madre aproximadamente 1,0N: disolver 37 g de Fluoruro de amonio (NH_4F) en un balón de un litro con agua destilada. Conserve la solución en frasco de polietileno.

Ácido clorhídrico (HCl) 0,5N: en balón de 1.000 ml, diluir 40,4 ml de ácido clorhídrico (HCl) concentrado p.a. con agua destilada.

Solución de NH_4F - HCl a pH 2,6 (Solución extractora de Bray 1): en balón aforado de 1.000 ml, añadir 30 ml de la solución de fluoruro de amonio (NH_4F) y 50 ml de la solución de ácido clorhídrico (HCl). Llevar a volumen con agua destilada. La solución resultante es 0,03 de fluoruro de amonio (NH_4F) y 0,025N de ácido clorhídrico (HCl). Esta solución se puede conservar en frasco de vidrio, por más de un año. Ajustar a pH 2,6 $\pm$ 0,05 con HCl o hidróxido de sodio (NaOH) diluido.

Solución estándar de 100 ppm (mg/l) de potasio (K): pesar 0,1907 g de cloruro de potasio (KCl), secar en estufa, entre 110-115°C, por dos horas, y disolver en solución de Bray 1 (Solución de NH_4F - HCl a pH 2,6), y llevar a volumen con agua destilada en balón aforado de un litro.

Procedimiento

Preparación del extracto

- Pesar 2 g de suelo, seco al aire y tamizado por 2 mm, y colocar en frasco plástico.

- Añadir 20 ml de la solución extractora Bray 1 (Solución de NH_4F - HCl a pH 2,6).
- Agitar por un minuto
- Filtrar rápidamente con papel N° 1 o de calidad similar.

Curva de Calibración

En balones volumétricos de 100 ml, adicionar volúmenes de 0,5; 1 y 2 de la solución estándar de potasio (K). Aforar con solución extractora de Bray 1 (Solución de NH_4F - HCl a pH 2,6) y mezclar bien. Leer en Espectrofotómetro de absorción atómica.

En balones de 100 ml		
Alícuotas de solución estándar 100 ppm (mg/l) de potasio (K) (ml)	Aforar con solución extractora de Bray 1 a: (ml)	Concentración final de potasio (K) en solución (mg/l)
Blanco	100	0
0,5	100	0,5
1	100	1
2	100	2

Las concentraciones de los puntos de la curva de calibración son sólo indicativas, ya que se preparan en función de las especificaciones de cada uno de los equipos de absorción atómica, disponibles en cada laboratorio.

Medición en muestras

Hacer las lecturas del extracto de suelo, directamente en Espectrofotómetro de absorción atómica, después de haber calibrado con los patrones preparados del extracto, siguiendo el instructivo operacional del equipo disponible en cada laboratorio.

Nota: si las lecturas en el extracto de suelo están fuera de la curva de calibración, se debe repetir el procedimiento, diluyendo el extracto con solución extractora Bray 1, y considerar este factor de dilución para el cálculo final de la muestra.

Cálculos

$$\text{ppm (mg/l) K en suelo} = \text{Lectura en equipo} \times \frac{\text{V final del extracto (ml)}}{\text{Peso muestra (g)}}$$

Forma de expresión de los resultados

Los contenidos de potasio (K) en el suelo, se expresan en enteros, como ppm (mg/l).

Interpretaciones

Grupos texturales	Determinación de potasio (K) por el método Bray 1 ppm (mg/l)			
	Muy bajo (MB)	Bajo (B)	Medio (M)	Alto (A)
Gruesas*, medias** y finas***	< 20	21-50	51-100	> 100

*Texturas gruesas: a, aF, y Fa

**Texturas medias: FAa, F, FL, FA, Aa y L

***Texturas finas: A, AL y FAL

Comentarios

En el laboratorio de suelos con fines de fertilidad de la región oriental del INIA, la disponibilidad de fósforo (P) y potasio (K) se extraen con la solución de Bray 1, por lo tanto, se efectúa una sola extracción para ambos elementos y después se toman las alícuotas correspondientes para cada determinación.

La extracción con Bray 1 se utiliza en los diferentes laboratorios de la región oriental del país (INIA Anzoátegui, El Tigre, estado Anzoátegui, y Universidad de Oriente, Núcleo Monagas, Maturín, estado Monagas).

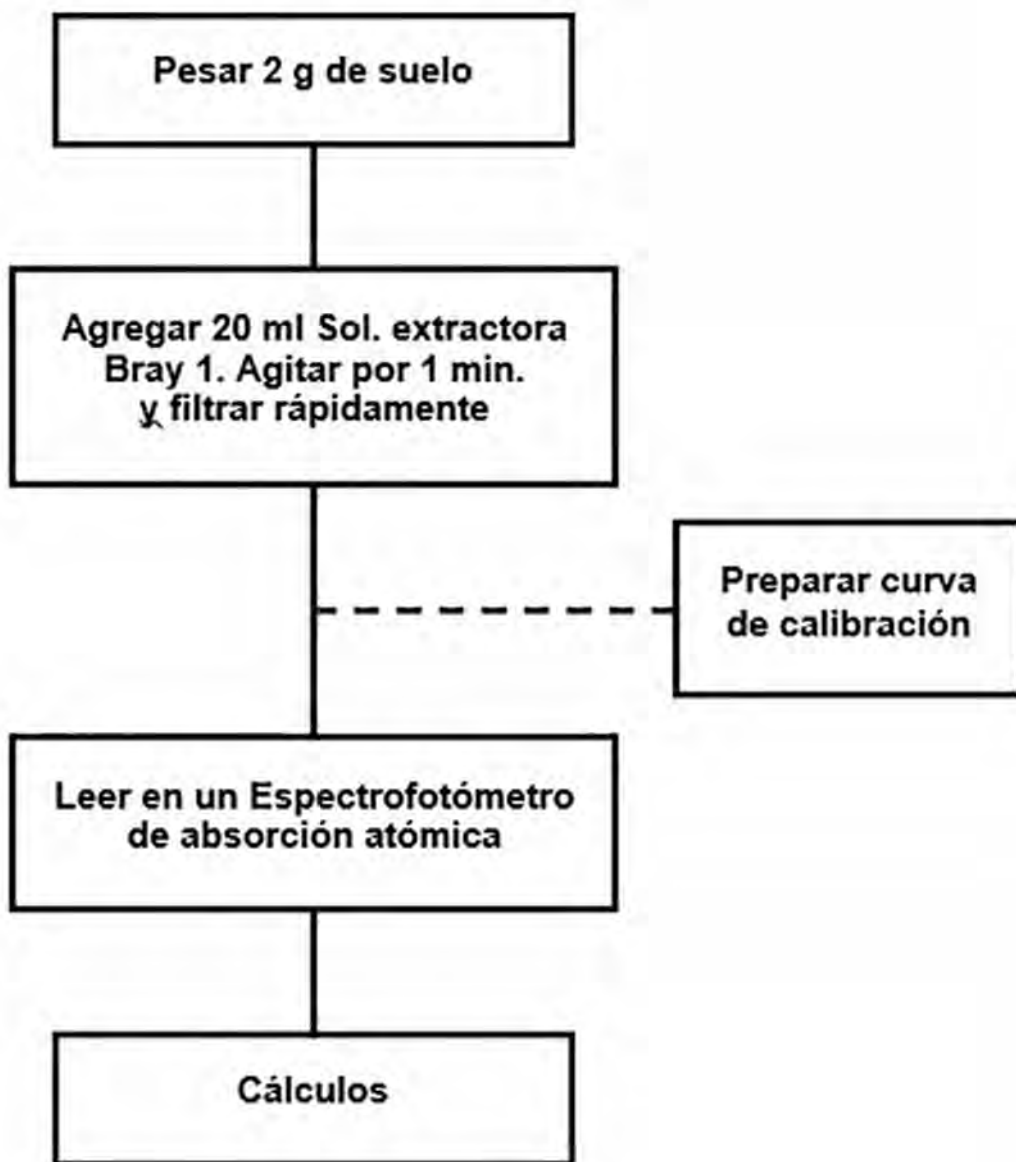


Diagrama de flujo de la determinación de potasio (K) del suelo por el método Bray 1.

Bibliografía consultada

Boada Herrera, OJ. 1977. Calibración de análisis químicos rápidos para la determinación de P y K asimilable en suelos del nor-orientе venezolano. Tesis de Ing. Agro. Jusepín, VE, Universidad de Oriente. Escuela de Ingeniería Agronómica. 72 p.

Gilabert de Brito, J; Chirinos, AV. 1983. Interpretación de análisis de suelos mediante ensayos de invernadero. Establecimiento de niveles críticos tentativos en función de la capacidad de intercambio de los suelos. *Agronomía Tropical* (VE) 33(1-6):459-481.

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26).

Olsen, SR; Dean, LA. 1965. Phosphorus. In Norman, AG. ed. *Methods of soil analysis. Part II. Chemical and microbiological properties*. Madison, US, American Society of Agronomy. Soil Science Society of America. p. 1035-1049. (Agronomy Monograph 9.2).

Rivas G, EJ. 1977. Calibración de métodos químicos rápidos para la determinación de K y P disponible en 10 suelos del nor-orientе. Tesis de Ing. Agro. Jusepín, VE, Universidad de Oriente. Escuela de Ingeniería Agronómica. 76 p.

The Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. *Reference methods for soil testing*. Athens, US, University of Georgia. p. 1-29. (Handbook).

Determinación de calcio disponible en suelo por el método Morgan modificado

Objetivo

Determinar el contenido de calcio (Ca) del suelo extraído con la solución de Morgan modificada (pH 4,2), como un índice de fertilidad y de su disponibilidad para las plantas.

Concepto

El calcio (Ca) disponible en el suelo define los grados de deficiencia, suficiencia o exceso de este elemento en relación con su disponibilidad para los cultivos.

Principio

El método se fundamenta en el uso de una solución extractora simple de acetato de sodio (CH_3COONa) 0,125N, amortiguada a pH 4,2 (Morgan modificado); ésta provee un ácido orgánico ionizado ligero en buffer con su sal de sodio, que reemplazan los cationes de Ca^{++} presentes en el complejo de intercambio. La muestra es extraída con esta solución en una relación suelo-solución extractora 1:2. El procedimiento se aplica a todo tipo de suelos.

Equipos y materiales

- Balanzas sensibles a 0,1 mg y 0,01 g.
- Potenciómetro (pH metro).
- Agitadores de vaivén (recíprocos).
- Espectrofotómetro de absorción atómica.
- Botellas plásticas con tapa, de 50 ml de capacidad.
- Papel filtro N° 1 o equivalente.
- Beaker de 50, 100 y 600 ml.
- Pipetas volumétricas de 1, 2, 5 y 10 ml.
- Balones aforados de 50, 100, 200, 500 y 1.000 ml.
- Fiolas de 125 ml.
- Dispensador o pipeta automática de 20 ml.
- Cilindro graduado de 500 ml.

Reactivos

Solución de acetato de sodio (CH_3COONa) 0,125N a pH 4,2 (Solución extractora Morgan modificado): puede ser preparada siguiendo uno de estos dos procedimientos:

- Pesar 5 g de hidróxido de sodio (NaOH) p.a. y disolver en vaso de precipitado de 600 ml que contenga agua destilada, agregar ácido acético glacial (CH_3COOH) a 65% hasta llevar a pH 4,2, controlando con potenciómetro. Pasar a balón aforado de 1.000 ml y enrasar con agua destilada.
- Pesar 10,25 g de acetato de sodio (CH_3COONa) p.a. y enrasar a un litro con agua destilada. Ajustar el pH con ácido acético glacial (CH_3COOH) a 65% hasta llegar a pH 4,2, controlado con el potenciómetro.

Solución EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$): pesar 4 g de $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$, disolver en 400 ml de agua bidestilada o desionizada y enrasar a un litro con agua destilada. Esta solución se debe almacenar en recipiente de polietileno.

Solución estándar de carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N: se presentan dos alternativas de preparación de la solución:

- Soluciones certificadas (Titríssoles) de carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N.
- Pesar 0,1 g de carbonato de calcio (CaCO_3) p.a. (previamente secado en estufa a 100°C , por dos horas, y enfriado en desecador), colocar en vaso de precipitado de 100 ml, agregar 5-10 ml de ácido clorhídrico (HCl) 1:1, tapar con vidrio de reloj mientras se disuelve, luego lavar las gotas de vapor adheridas al vidrio con agua destilada y trasvasar cuantitativamente toda la solución a balón volumétrico de un litro, y enrasar con agua destilada.

Solución de estándar de calcio (Ca) de 1.000 ppm (mg/l): pesar 2,5 g de carbonato de calcio (CaCO_3) p.a. (previamente secado en estufa a 100°C , por dos horas, y enfriado en desecador), colocar en vaso de precipitado de 100 ml y agregar 5-10 ml de ácido clorhídrico (HCl) 1:1, tapar con vidrio de reloj mientras se disuelve, luego lavar las gotas de vapor adheridas al vidrio con agua destilada y trasvasar cuantitativamente toda la solución a balón volumétrico de un litro, y enrasar con agua destilada.

Solución estándar de calcio (Ca) de 100 ppm (mg/l): pipetear 10 ml de la solución estándar de calcio (Ca) de 1.000 ppm (mg/l) y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Solución de lantano a 1%: pesar 11,72 g de óxido de lantano (La_2O_3) de 99% de pureza, agregar 100 ml de agua destilada aproximadamente y 5 a 20 ml ácido clorhídrico (HCl) concentrado hasta disolver (añadir lentamente), y enrasar a un litro con agua destilada.

Solución de lantano a 0,5%: en cilindro graduado, medir 500 ml de la solución de lantano a 1%, llevar a balón aforado de 1.000 ml, y enrasar con agua destilada.

Indicador murexida a 0,5% p/v: pesar 0,25 g de murexida, disolver en 25 ml de agua bidestilada o desionizada; transferir a balón volumétrico de 50 ml y enrasar con alcohol etílico a 98%.

Solución de hidróxido de sodio (NaOH) a 10% p/v: pesar 10 g de hidróxido de sodio (NaOH) p.a. y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Solución de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) a 5% p/v: pesar 5,0 g de clorhidrato de hidroxilamina y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Solución de trietanolamina ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$) a 50% p/v: pesar 50 g de trietanolamina comercial y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Procedimiento

Preparación del extracto de suelo

- Pesar 10 g de suelo, seco al aire y tamizado por 2 mm, y colocar en frascos plásticos de 50 ml.
- Adicionar 20 ml de solución extractora de Morgan modificado [Solución de acetato de sodio (CH_3COONa) 0,125N a pH 4,2], con dispensador o pipeta automática (Vf extr.)
- Agitar en agitador mecánico, por 30 minutos.
- Filtrar con papel filtro N° 1 o equivalente; recibir el filtrado en beaker de 50 ml.

Por absorción atómica

Curva de calibración

Colocar las condiciones indicadas en el manual para leer calcio (Ca) en el equipo de absorción atómica. Leer los patrones de 1, 3 y 5 ppm de calcio (Ca) preparado en balones de 100 ml y enrasar con agua destilada, después de adicionar los reactivos siguientes:

En balones de 100 ml			
Alícuota del estándar de calcio (Ca) de 100 ppm (mg/l) (ml)	Solución de lantano a 0,5% (ml)	Solución de Morgan modificado (ml)	Concentración final de calcio (Ca) en solución (mg/l)
0	5	1	0
1	5	1	1
3	5	1	3
5	5	1	5

Las concentraciones de los puntos de la curva de calibración son sólo indicativas, ya que se prepararán en función de las especificaciones de cada uno de los equipos de absorción atómica, disponibles en cada laboratorio.

Medición en muestras

- Pipetear 1 ml del extracto de suelo obtenido a balón aforado de 50 ml, agregar 5 ml de la solución lantano a 0,5% y enrasar a 50 ml con agua destilada.
- Leer directamente en el Espectrofotómetro de absorción atómica, previamente calibrado.

Nota: sí las lecturas en el extracto de suelo están fuera del punto máximo de la curva de calibración, repetir el procedimiento diluyendo el extracto con agua destilada, agregar 5 ml de lantano a 0,5% y proceder a leer nuevamente. Considerar este factor de dilución para el cálculo final de calcio (Ca) en la muestra.

Cálculos

$$\text{ppm (mg/l) de Ca en el suelo} = \frac{\text{L Equipo} \times \text{Vf extr.} \times \text{FD}}{\text{Pm}}$$

Donde:

L Equipo = Lectura realizada en el extracto diluido obtenido en la medición en muestras de la Curva de calibración.

Vf extr. = Volumen final del extracto de suelo (ml) obtenido.

FD = Factor de dilución obtenido en el extracto diluido en la medición en muestras de la Curva de calibración.

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

Por Titulación

Valoración de la solución EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2 \text{H}_2\text{-EDTA}$)

Tomar con pipeta 5 ml de la solución estándar de carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02 N, adicionar 2 ml de hidróxido de sodio (NaOH) a 10% y 0,2 ml de la solución indicadora de murexida a 5%. Agregar 50 ml de agua bidestilada o desionizada aproximadamente y titular con EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2 \text{H}_2\text{-EDTA}$) hasta que el indicador cambie de color morado a rosa pálido.

$$\text{Cálculo de la normalidad: N EDTA} = \frac{\text{V CaCO}_3 \times \text{N CaCO}_3}{\text{V EDTA}}$$

Donde:

V CaCO_3 = Alícuota (ml) de la solución de carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N.

N CaCO_3 = Normalidad de la solución de carbonato de calcio (CaCO_3) (meq/l).

V EDTA = Volumen (ml) de la solución de EDTA gastados en la titulación.

Medición en muestras

- Tomar con pipeta 2 ml del extracto de suelo (V extr.), colocar en fiola de 125 ml, y adicionar 20 ml de agua destilada.
- Agregar 2 ml de hidróxido de sodio (NaOH) a 10% para llevar a pH 12, y agregar 5 gotas de hidroxilamina [Solución de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) a 5% p/v], 5 gotas de trietanolamina ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$) a 50% y 2 o 3 gotas de la solución indicadora de murexida a 5%. Titular con la solución valorada de EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$), hasta el cambio de color morado a rosa pálido ($\text{V EDTA}_{\text{Ca}}$).

Nota: Si con el uso de 20 a 30 ml de EDTA no se logra el viraje del indicador, proceder a realizar una dilución del extracto de suelo, repitiendo el procedimiento en forma similar. Para los cálculos, tomar en consideración ese nuevo factor de dilución.

Cálculos

$$\text{ppm (mg/l) de Ca en el suelo} = (\text{V EDTA}_{\text{Ca}}) \times \text{N EDTA} \times \text{PECa} \times \frac{\text{Vf extr.}}{\text{V extr.} \times \text{Pm}} \times 1.000$$

Donde:

$\text{V EDTA}_{\text{Ca}}$ = Volumen gastado de EDTA en la titulación (ml).

N EDTA = Normalidad del EDTA valorada con carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N (meq/l) (Valoración de la solución EDTA 0,02 N).

PECa = Peso equivalente del calcio (Ca): 20,08 mg.

Vf extr. = Volumen final del extracto de suelo (ml).

V extr. = Alícuota del extracto de suelo (ml), usado en medición en muestras por Titulación.

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

1.000 = Factor de conversión de gramos a kilogramos.

Observaciones

En extractos de suelo, los elementos aluminio (Al), hierro (Fe), fósforo (P) y azufre (S) son los que podrán interferir en esta determinación, sin embargo, hay evidencias de que las cantidades de estos elementos extraídos, con la solución de Morgan, no causan interferencias.

Además de los indicadores descritos para medir el calcio (Ca), se pueden utilizar Calceína y Calcon.

Interpretaciones

Grupos texturales	Determinación de calcio (Ca) por el método Morgan modificado a pH 4,2 ppm (mg/l)		
	Bajo (B)	Medio (M)	Alto (A)
Gruesas*	0-100	101-200	+ 200
Medias** y finas***	0-150	151-400	+ 400

*Texturas gruesas: a, aF, y Fa

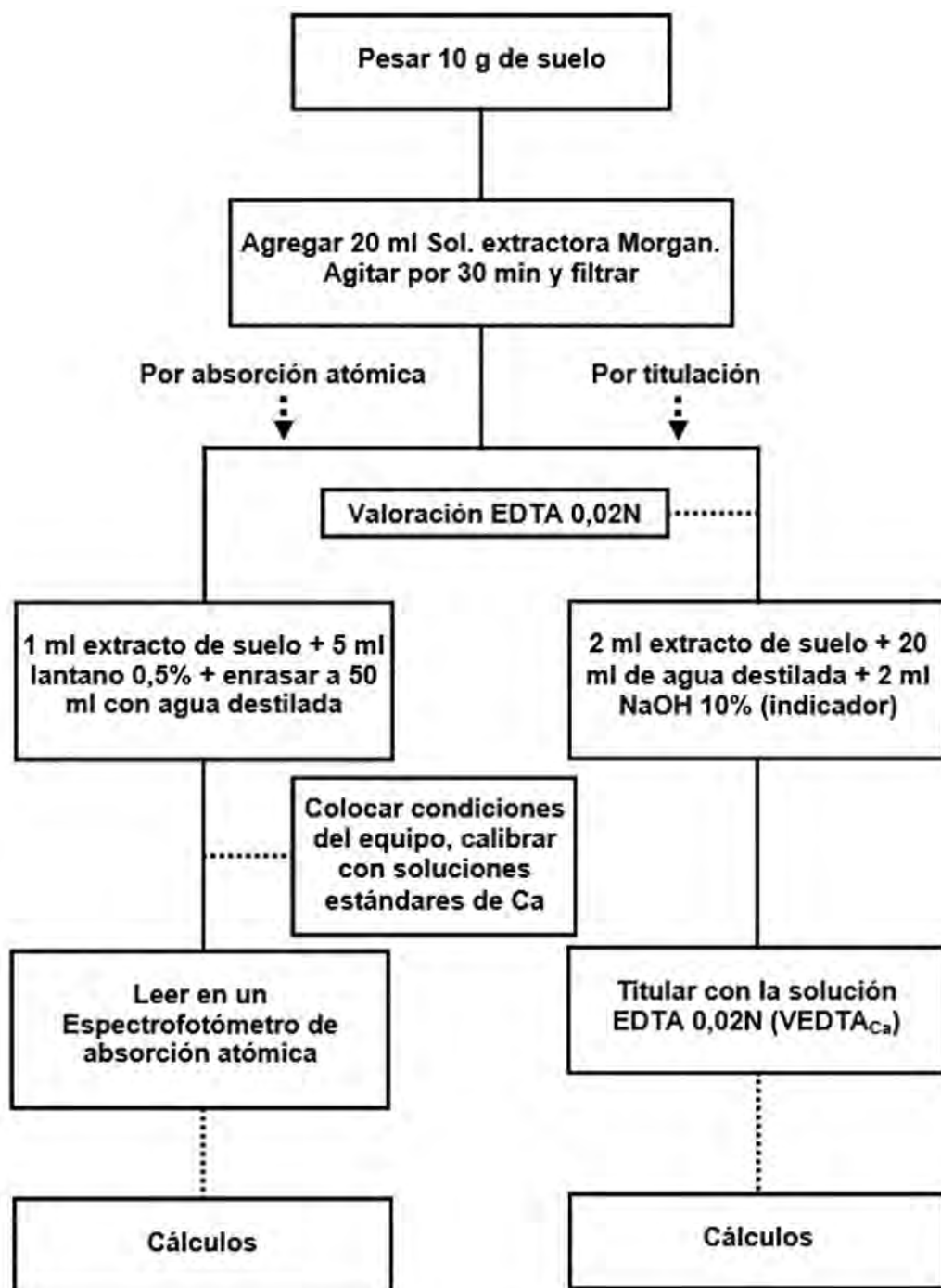
**Texturas medias: FAa, F, FL, FA, Aa y L

***Texturas finas: A, AL y FAL

El criterio de disponibilidad de calcio (método Morgan modificado) en función de grupos texturales, forma parte de interpretaciones más integrales, que toman también en cuenta los grados de acidez en suelos ácidos (Ver instructivo de pH en p. 117).

Comentarios

En la red de los laboratorios de suelos con fines de fertilidad del INIA, la disponibilidad de calcio (Ca) y magnesio (Mg) se extraen con la solución de Morgan modificado, por lo tanto, se efectúa una sola extracción para ambos elementos y después se toman las alícuotas correspondientes para cada determinación.



**Diagrama de flujo de la determinación de calcio (Ca)
del suelo por el método Morgan modificado a pH 4,2.**

Determinación del calcio disponible en el suelo por el método Morgan modificado

DETERMINACIÓN DE CALCIO Y MAGNESIO DISPONIBLE EN SUELO - MORGAN MODIFICADO

[illegible]

OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

Formato - Determinación de calcio y magnesio disponible en suelo - Morgan modificado. Absorción atómica.

Manual de métodos y procedimientos de referencia

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES AGRÍCOLAS
RED DE LABORATORIOS DE SUELO
MANUAL DE MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS DE REFERENCIA

DETERMINACIÓN DE CALCIO Y MAGNESIO DISPONIBLE EN SUELO - MORGAN MODIFICADO

FECHA:		ANALISTA: (NOMBRE/FIRMA)		PAGINA: ____ DE ____
--------	--	--------------------------	--	----------------------

[illegible]

VALORACIÓN DE LA SOLUCIÓN EDTA			
Volumen EDTA (ml)	Normalidad EDTA (meq/l)	Volumen CaCO ₃ (ml)	Normalidad CaCO ₃ (meq/l)

OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

FORMATO - DETERMINACIÓN DE CALCIO Y MAGNESIO DISPONIBLE EN SUELO - MORGAN MODIFICADO - Titulación

Formato - Determinación de calcio y magnesio disponible en suelo - Morgan modificado. Titulación.

Bibliografía consultada

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26).

López de Rojas, I; Gilabert de Brito, J. 1989. Criterios para la interpretación del calcio para los suelos de texturas gruesas. Presentado en el taller extra institucional para uniformar procedimientos analíticos. Normas interpretativas y recomendaciones, Calabozo, VE. p. 26-27 (Mecanografiado)

Nieves, LA; Romero, G. 1988. Determinación de calcio (Ca) y magnesio (Mg) en suelos, por titulación con ácido etilendiamintetra-acético sal disódica (EDTA), mediante el uso del extractante KCl 1 M y solución de Morgan (Acetato de sodio pH 4,2). 14 p. (Mecanografiado. Archivo laboratorio de suelos IIAG)

Skoog, DA; West, DM; Holler, FJ; Crouch, SR. 2001. Titulaciones de formación de complejos y precipitados: ventajas de los reactivos que forman complejos y de los agentes precipitantes. Capítulo 15. In Química Analítica. 7 ed. México D.F., México, McGraw-Hill. p. 363-404.

Determinación de magnesio disponible en el suelo por el método de Morgan modificado

Objetivo

Determinar el contenido de magnesio (Mg) del suelo extraído con la solución de Morgan modificada, como un índice de fertilidad y de su disponibilidad para las plantas.

Concepto

El magnesio (Mg) disponible define los grados de deficiencia, suficiencia o exceso de este elemento en relación con su disponibilidad para los cultivos.

Principio

El método se fundamenta en el uso de una solución extractora simple de acetato de sodio (CH_3COONa) 0,125 N, amortiguada a pH 4,2 (Morgan modificado); ésta provee un ácido orgánico ionizado ligero en buffer con su sal de sodio, que reemplazan los cationes de magnesio (Mg^{++}) presentes en el complejo de intercambio. La muestra es extraída con esta solución en una relación suelo: solución extractora 1:2. El procedimiento se aplica a todo tipo de suelos.

Equipos y materiales

- Balanzas sensibles a 0,01 g y 0,1 mg.
- Potenciómetro (pH metro).
- Agitadores de vaivén (recíprocos).
- Espectrofotómetro de absorción atómica.
- Botellas plásticas con tapa, de 50 ml de capacidad.
- Papel filtro N°1 o equivalente.
- Beaker de 100 y 600 ml.
- Pipetas volumétricas de 1, 2,5 y 10 ml.
- Balones aforados de 50, 100, 200, 500 y 1.000 ml.
- Fiolas de 125 ml.
- Dispensador o pipeta automática de 20 ml.

Reactivos

Solución acetato de sodio (CH_3COONa) 0,125N a pH 4,2 (Solución extractora Morgan modificado): puede ser preparado siguiendo uno de estos dos procedimientos:

- Pesar 5 g de hidróxido de sodio (NaOH) p.a. y disolver en vaso de precipitado de 600 ml que contenga agua destilada, agregar ácido acético glacial (CH_3COOH) a 65% hasta llegar a pH 4,2, controlando con potenciómetro. Pasar a balón aforado de 1.000 ml y enrasar con agua destilada.
- Pesar 10,25 g de acetato de sodio (CH_3COONa) p.a. y enrasar a un litro con agua destilada. Ajustar a pH 4,2 con ácido acético glacial (CH_3COOH) a 65%, controlando con potenciómetro.

Solución EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$): pesar 4 g de $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}$, disolver en 400 ml de agua bidestilada o desionizada y enrasar a un litro con agua bidestilada o desionizada. Esta solución se debe almacenar en recipiente de polietileno.

Solución estándar de magnesio (Mg) de 1.000 ppm (mg/l): se presentan dos alternativas de preparación de la solución:

- Soluciones certificadas (Titrisoles) de 1.000 ppm de magnesio (Mg).
- Pesar 1 g de magnesio (Mg) en cinta, no oxidada en su superficie, en caso contrario lijarla hasta eliminar el óxido, y disolver en un beaker de 250 ml, con la menor cantidad posible de ácido clorhídrico (HCl) (1:1), transferir a balón volumétrico de un litro y enrasar con agua destilada.

Solución estándar de magnesio (Mg) de 100 ppm (mg/l): de la solución estándar de magnesio (Mg) de 1.000 ppm (mg/l) pipetear 10 ml y enrasar a 100 con agua destilada.

Solución de magnesio (Mg) de 10 ppm (mg/l): pipetear 10 ml de la solución estándar de Mg de 100 ppm (mg/l) y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Solución de lantano a 1%: pesar 11,72 g de óxido de lantano (La_2O_3) 99% de pureza, adicionar 100 ml de agua destilada aproximadamente, agregar de 5 a 20 ml ácido clorhídrico (HCl) concentrado lentamente, hasta disolver, y enrasar a un litro con agua destilada.

Solución de lantano a 0,5%: medir en cilindro 500 ml de la solución de lantano a 1%, llevar a balón aforado de 1.000 ml y enrasar con agua destilada.

Solución buffer pH $10 \pm 0,2$: pesar 67,5 g de cloruro de amonio (NH_4Cl) p.a. y disolver en 200 ml de agua bidestilada o desionizada, agregar 570 ml de hidróxido de amonio concentrado (NH_4OH) p.a. y enrasar con agua bidestilada o desionizada en balón aforado de 1.000 ml. Preparar bajo campana extractora.

Solución de rojo de metilo 0,1% p/v: pesar 0,5 g de rojo de metilo, disolver en 250 ml de etanol 95% y enrasar a 500 ml en balón volumétrico. Esta solución se debe almacenar en frasco ámbar.

Solución indicadora negro de eriocromo - rojo de metilo (NET-RM): pesar 0,5 g de negro de eriocromo T y 4,5 g de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$), disolver en una mezcla de 60 ml de etanol y 40 ml de agua bidestilada o desionizada, agregar 83 ml de la solución etanólica de rojo de metilo 0,1% p/v.

Procedimiento

Preparación del extracto de suelo

- Pesar 10 g de suelo y colocar en frascos plásticos de 50 ml.
- Agregar 20 ml de solución extractora de Morgan [Solución acetato de sodio (CH_3COONa) 0,125 N a pH 4,2] con dispensador o pipeta automática (Vf extr.).
- Agitar por 30 minutos en agitador mecánico. Filtrar con papel filtro N° 1 o equivalente; recibir el filtrado en beaker plástico de 50 ml.

Determinación por absorción atómica

Curva de calibración

Colocar las condiciones indicadas en el manual para leer magnesio (Mg) en el equipo de absorción atómica. Leer los patrones de 0,50; 1 y 2 ppm (mg/l) de magnesio (Mg) preparados en balones de 100 ml y enrasar con agua destilada, después de adicionar los reactivos siguientes:

En balones de 100 ml			
Alícuota del estándar de magnesio (Mg) de 10 ppm (mg/l) (ml)	Solución de lantano a 0,5% (ml)	Solución de Morgan modificado (ml)	Concentración final de magnesio (Mg) en solución (mg/l)
0	5	1	0
1	5	1	0,1
3	5	1	0,3
5	5	1	0,5

Las concentraciones de los puntos de la curva de calibración son sólo indicativas, ya que se prepararán en función de las especificaciones de cada uno de los equipos de absorción atómica disponibles en cada laboratorio.

Medición en muestras

- Pipetear 1 ml del extracto de suelo, colocar en balón aforado de 50 ml, agregar 5 ml de lantano a 0,5% y enrasar a 50 ml con agua destilada.
- Leer directamente en el Espectrofotómetro de absorción atómica, previamente calibrado.

Nota: si las lecturas en el extracto de suelo están fuera del punto máximo de la curva de calibración, se debe repetir el procedimiento, diluyendo el extracto con agua destilada, agregar 5 ml de lantano a 0,5% y proceder a leer nuevamente. Considerar este factor de dilución para el cálculo final de magnesio (Mg) en la muestra.

Cálculos

$$\text{ppm (mg/l) de Mg en el suelo} = \frac{L \text{ Equipo} \times V_f \text{ extr.} \times FD}{P_m}$$

Donde:

L Equipo = Lectura realizada en el extracto diluido obtenido en Medición en muestras por Absorción atómica.

Vf ext. = Volumen final del extracto de suelo (ml) obtenido.

FD = Factor de dilución obtenido en el extracto diluido en Medición en muestras por Absorción atómica.

Pm = Peso de la muestra de suelo (g)

Determinación por Titulación

Valoración de la solución EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica Na₂H₂-EDTA)

Tomar con pipeta 5 ml de la solución estándar de carbonato de calcio (CaCO₃) 0,02 N, adicionar 2 ml de hidróxido de sodio (NaOH) a 10% y 0,2 ml de la solución indicadora de murexida a 5%. Agregar 50 ml de agua bidestilada o desionizada aproximadamente y titular con EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica Na₂ H₂-EDTA) hasta que el indicador cambie de color morado a rosa pálido.

$$\text{Cálculo de la normalidad: } N_{\text{EDTA}} = \frac{V_{\text{CaCO}_3} \times N_{\text{CaCO}_3}}{V_{\text{EDTA}}}$$

Donde:

V_{CaCO_3} = Alícuota (ml) de la solución de carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N.

N_{CaCO_3} = Normalidad de la solución de carbonato de calcio (CaCO_3) (meq/l).

V_{EDTA} = Volumen (ml) de la solución de EDTA gastados en la titulación.

Medición en muestras

- Tomar 2 ml del extracto de suelo con pipeta ($V_{\text{extr.}}$), adicionar 20 ml de agua destilada.
- Añadir 5 ml de solución buffer para llevar a pH 10 y agregar 5 gotas de la solución indicadora negro de eriocromo - rojo de metilo (NET-RM). Titular con la solución valorada de EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2 \text{H}_2\text{-EDTA}$) hasta el cambio de color de vino tinto a verde. Este volumen gastado corresponde a la cantidad de calcio (Ca) más magnesio (Mg) ($V_{\text{EDTA}_{\text{Ca+Mg}}}$).

Nota: si con el uso de 20 a 30 ml de EDTA no se logra el viraje del indicador, se debe realizar una dilución del extracto de suelo, repitiendo el procedimiento en forma similar. Para los cálculos, tomar en consideración ese nuevo factor de dilución.

Cálculos

ppm (mg/l) de Mg en suelo =

$$[(V_{\text{EDTA}_{\text{Ca+Mg}}} - (V_{\text{EDTA}_{\text{Ca}}})) \times N_{\text{EDTA}} \times \text{PEMg}] \times \frac{V_{\text{f extr.}} \times 1.000}{V_{\text{extr.}} \times P_{\text{m}}}$$

Donde:

$V_{\text{EDTA}_{\text{Ca+Mg}}}$ = Volumen gastado de EDTA en la titulación de calcio más magnesio (Ca + Mg) (ml).

$V_{\text{EDTA}_{\text{Ca}}}$ = Volumen gastado de EDTA en la titulación de calcio (Ca) (ml).

Capítulo IX

Determinación del magnesio disponible en el suelo por el método Morgan modificado

N EDTA = Normalidad del EDTA valorada 0,02N con carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N (meq/l).

PEMg = Peso equivalente del magnesio (Mg): 12,06 mg/meq.

Vf extr. = Volumen final del extracto de suelo preparado (ml).

V extr. = Alícuota del extracto de suelo (ml), usado en Medición en muestras por Titulación.

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

1.000 = Factor de conversión de gramos a kilogramos.

Observaciones

- Con la cuantificación volumétrica, se pueden detectar valores muy pequeños de magnesio (Mg), hasta el orden de los 5 ppm (mg/l) de este elemento.
- En la valoración volumétrica del magnesio (Mg), el pH de las soluciones debe estar en todo momento entre 10 y 11 (constatar el pH de muestras al azar).
- Además de los indicadores descritos, para la medición de magnesio (Mg) se pueden utilizar: negro de eriocromo, verde de bromocresol y azul de bromotimol.

Interpretaciones

Grupos texturales	Determinación de magnesio (Mg) por el método Morgan a pH 4,2 ppm (mg/l)		
	Bajo (B)	Medio (M)	Alto (A)
Gruesas*, medias** y finas***	< 38	38-100	+ 100

*Texturas gruesas: a, aF, y Fa

**Texturas medias: FAa, F, FL, FA, Aa y L

***Texturas finas: A, AL y FAL

Comentarios

En la red de los laboratorios de suelos con fines de fertilidad del INIA, la disponibilidad de calcio (Ca) y magnesio (Mg) se extraen con la solución de Morgan modificado, por lo tanto, se efectúa una sola extracción para ambos elementos y después se toman las alícuotas correspondientes para cada determinación.

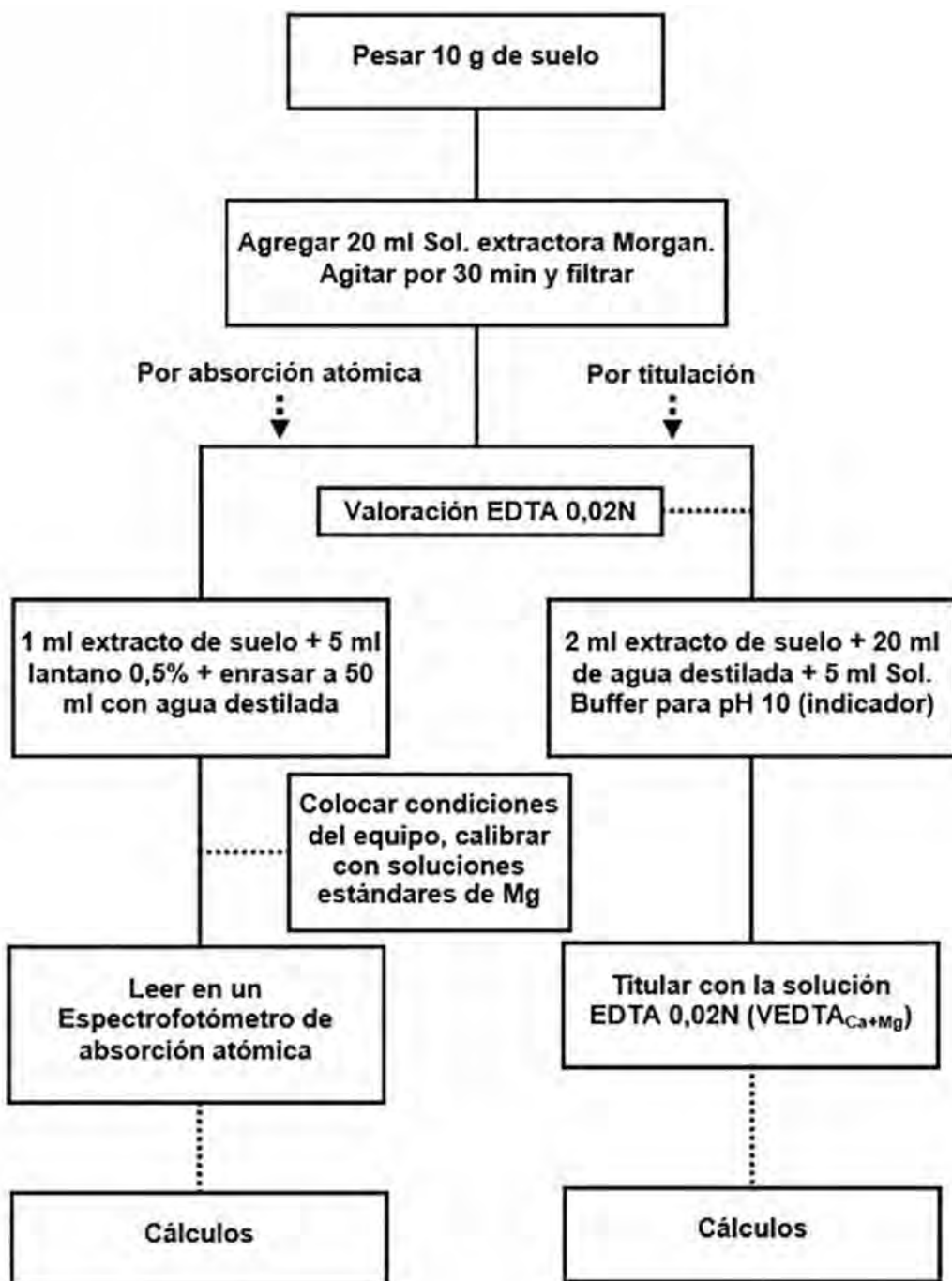


Diagrama de flujo de la determinación de magnesio (Mg) por el método Morgan modificado a pH 4,2.

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES AGRÍCOLAS
RED DE LABORATORIOS DE SUELO
MANUAL DE MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS DE REFERENCIA

FECHA:	ANALISTA: (NOMBRE/FIRMA)	PAGINA: DE
--------	--------------------------	------------

OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

FÓRMATO - DETERMINACIÓN DE CALCIO Y MAGNESIO DISPONIBLE EN SUELO - MORGAN MODIFICADO - Absorción Atómica

104

Capítulo IX

Determinación del magnesio disponible en el suelo por el método Morgan modificado

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES AGRÍCOLAS
RED DE LABORATORIOS DE SUELO
MANUAL DE MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS DE REFERENCIA

DETERMINACIÓN DE CALCIO Y MAGNESIO DISPONIBLE EN SUELO - MORGAN MODIFICADO

FECHA:	ANALISTA: (NOMBRE/FIRMA)	PAGINA: DE
--------	--------------------------	------------

[illegible]

VALORACIÓN DE LA SOLUCIÓN EDTA			
Volumen EDTA (ml)	Normalidad EDTA (meq/l)	Volumen CaCO ₃ (ml)	Normalidad CaCO ₃ (meq/l)

OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

FORMATO - DETERMINACIÓN DE CALCIO Y MAGNESIO DISPONIBLE EN SUELO - MORGAN MODIFICADO - Titulación

Formato - Determinación de calcio y magnesio disponible en suelo - Morgan modificado. Titulación.

Bibliografía consultada

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26).

Nieves, LA.; Romero, G. 1988. Determinación de calcio (Ca) y magnesio (Mg) en suelos, por titulación con ácido etilendiamintetra-acético sal disódica (EDTA), mediante el uso del extractante KCl 1 M y solución de Morgan (Acetato de sodio pH 4,2). 14 p. (Mecanografiado. Archivo laboratorio de suelos IIAG).

Romero, T; Romero, G. 1987. Determinación de calcio (Ca) y magnesio (Mg) por espectrofotometría de absorción atómica en suelos, mediante extractantes: KCl 1M y solución de Morgan. 7 p. (Mecanografiado. Archivo laboratorio de suelos IIAG)

Skoog, DA; West, DM; Holler, FJ; Crouch, SR. 2001. Titulaciones de formación de complejos y precipitados: ventajas de los reactivos que forman complejos y de los agentes precipitantes. Capítulo 15. In Química Analítica. 7 ed. México D.F., México, McGraw-Hill. p. 363-404.

Determinación de materia orgánica del suelo por el método Walkley-Black

Objetivo

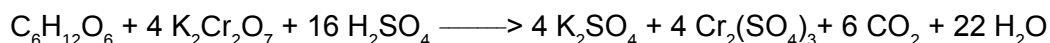
Cuantificar el contenido de materia orgánica (MO) del suelo, como un indicador de fertilidad relacionado con la disponibilidad de nitrógeno.

Concepto

Representa el contenido de materia orgánica (MO) fácilmente oxidable del suelo, expresada en porcentaje.

Principio

La determinación está basada en una oxidación incompleta del carbono orgánico (CO) contenido en el suelo, mediante una mezcla oxidante de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) en medio ácido sulfúrico (H_2SO_4), acentuada por el calor de la dilución acuosa del H_2SO_4 (110-130°C). Los iones de cromo (Cr^{+3}) producidos son proporcionales a la cantidad de carbono oxidado, de acuerdo con la reacción siguiente:



El exceso de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) que no reacciona con el carbono orgánico, generalmente, se valora con sulfato ferroso amoniacal.

cal $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ o se mide la intensidad del color del ión cromo (Cr^{+3}), generado en la reacción en un espectrofotómetro ultra violeta y visible. El carbono orgánico (CO) del suelo es expresado en forma de materia orgánica (MO), multiplicando el carbono orgánico por 1,724 (Factor Van Bemmlen), asumiendo la hipótesis de que la materia orgánica (MO) contiene 58% de carbono orgánico (CO); por el factor 1.3333, resultante de la consideración que la oxidación promedio del carbono orgánico (CO) por este método es de 75%.

Equipos y materiales

- Espectrofotómetro de luz visible.
- Balanzas analíticas de sensibilidad 0,01 g y 0,1 mg.
- Buretas o dispensadores automáticos de 10, 25 y 50 ml.
- Balones aforados de 50 y 200 ml.
- Pipetas automáticas o volumétricas de 0-5 ml.

Reactivos

Dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) p.a. 1N: disolver 49,03 g de dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), previamente secado en estufa a temperatura entre 105-110°C, de una a dos horas, en agua desionizada o destilada y diluir a un litro.

Ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado: no menor de 96% p/p.

Patrón de carbono orgánico (CO) de 2,1752 mg C/ml: puede ser preparado a partir de una de las soluciones siguientes:

- **Solución estándar de sacarosa ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$):** pesar 1,0340 g de sacarosa ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$), disolver con agua destilada y enrasar en balón aforado de 200 ml.
- **Solución estándar de glucosa ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$):** pesar 1,0880 g de glucosa ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$), disolver con agua destilada y enrasar en balón aforado de 200 ml.

Procedimiento

Curva de calibración

Añadir en balones de 50 ml, con pipeta automática o volumétrica, las cantidades de las soluciones estándar de sacarosa o glucosa (Patrón de carbono orgánico), que abajo se señalan, y luego agregar en forma sucesiva los demás reactivos, aforar con agua destilada:

En balones de 50 ml				
Volumen de estándar de patrón de carbono orgánico (CO) de 2,1752 mg C/ml (ml)	Volumen de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) (ml)	Volumen de ácido sulfúrico (H_2SO_4) (ml)	Volumen de agua destilada (ml)	Concentración final del patrón (mg CO)
0	5	5	10	0
0,5	5	5	10	1,09
1	5	5	10	2,18
2	5	5	10	4,35
3	5	5	10	6,53
4	5	5	10	8,70
5	5	5	10	10,88

Preparar la curva cada vez que se determina la materia orgánica (MO).

Medición en muestras

- Pesar 0,5 g de suelo, seco al aire y tamizado por 2 mm, y colocar en balón aforado de 50 ml.
- Añadir 5 ml de solución de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) 1N, con dispensador automático.

- Rotar el frasco suavemente para mezclar bien, antes de añadir el ácido.
- Adicionar 10 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado cuidadosamente, con dispensador automático, y agitar durante cinco a 10 segundos, nuevamente. Realizar esta operación bajo campana extractora de gases y dejar en reposo por 30 minutos. Después de este período, agregar agua destilada hasta cercano a enrasar (de 40 a 45 ml), en el mismo orden que se agregó el ácido a las muestras. Dejar en reposo, de tres a cuatro horas, luego enrasar a 50 ml con agua destilada, mezclar y dejar en reposo, durante la noche.
- Al día siguiente, trasvasar el sobrenadante (debe ser transparente) a las celdas colorimétricas y leer en Espectrofotómetro de luz visible, a la longitud de onda (λ) de 590 nm.

Nota: sí las lecturas de la muestra están fuera de la curva de calibración, se debe repetir la determinación con un peso menor o mayor, de acuerdo con el caso, y corregir el cálculo con este nuevo peso de muestra.

Interferencias

- Suelos que contienen grandes cantidades de iones, como Cl^- , Mn^{++} y Fe^{++} , resultan con mayores cantidades de materia orgánica (MO), aparentemente. La interferencia de cloruros se puede eliminar, agregando sulfato de plata (AgSO_4) 1,25% p/v en ácido sulfúrico (H_2SO_4); no obstante, recientes estudios establecen que valores de cloruros entre 0 y 500 ppm no interfieren en la determinación de carbono orgánico (CO) en el suelo. No existe un procedimiento conocido para compensar las otras interferencias, aunque en muestras preparadas, secas al aire, estos elementos deben estar en forma oxidada, no interfiriendo con la solución.
- Procurar no moler las muestras en mortero de hierro, para no introducir material reductor en la forma de hierro metálico.
- La presencia de carbonato de calcio (CaCO_3) hasta 50% no causa interferencias, por lo que el método es también apropiado para suelos calcáreos. Los nitratos interfieren sólo si se encuentran presentes en exceso, de 1/20 del carbono orgánico (CO).

Cálculos

$$\%M.O. \text{ en suelo} = \frac{(\text{Lectura del equipo-Intercepto de la curva}) \times 1,3333 \times 1,724 \times 100}{\text{Pendiente de la curva de calibración} \times \text{Peso muestra (g)} \times 1.000}$$

Donde:

1,3333 = Factor resultante de la consideración que la oxidación promedio del carbono (C), por este método es de 75%.

1,7240 = Factor de conversión de Van Bemmelen, que considera que el carbono orgánico (CO) representa 58% de la materia orgánica (MO) del suelo.

Forma de expresión de resultados

Los resultados se expresan en porcentaje (%) de materia orgánica (MO), con dos cifras decimales

Interpretaciones

A fin de normalizar los criterios de interpretación de las características que definen la fertilidad de los suelos, se interpretan los contenidos de materia orgánica (MO), en función de grupos o tipos texturales:

Grupos texturales	Porcentaje de materia orgánica (MO)		
	Bajo (B)	Medio (M)	Alto (A)
Gruesas*	< 1,50	1,50 - 3	> 3
Medias**	< 2	2 - 4	> 4
Finas***	< 3	3 - 5	> 5

*Texturas gruesas: a, aF, y Fa

**Texturas medias: FAa, F, FL, FA, Aa y L

***Texturas finas: A, AL y FAL

Comentarios

El carbón elemental, como carbón vegetal o carbón de piedra o hulla, no es factible su determinación por esta metodología.

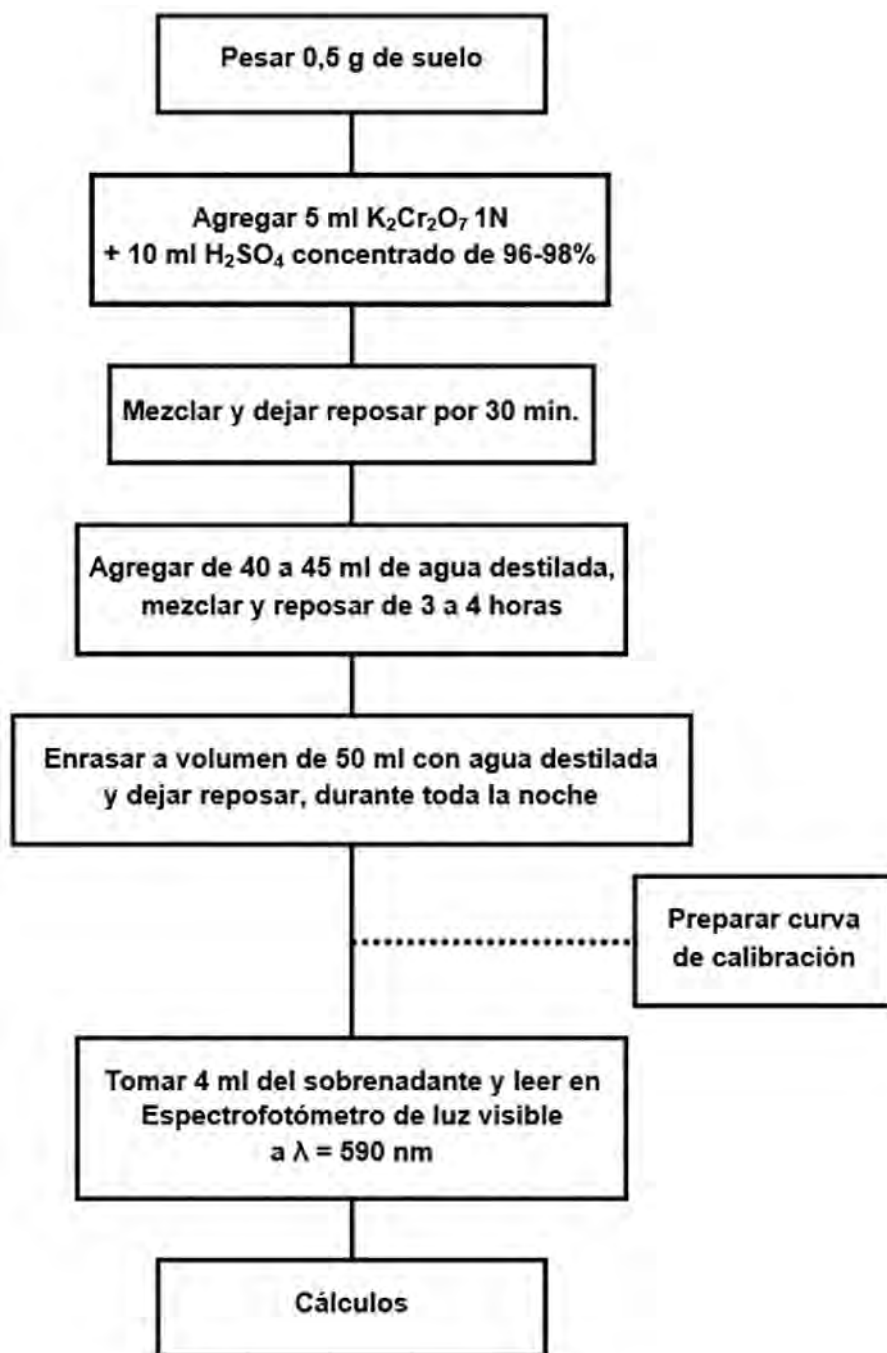


Diagrama de flujo de la determinación de materia orgánica (MO) por el método Walkley-Black.

Manual de métodos y procedimientos de referencia

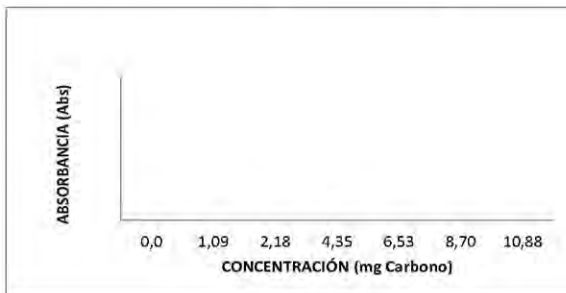
INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES AGRÍCOLAS
RED DE LABORATORIOS DE SUELO
MANUAL DE MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS DE REFERENCIA

DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA - MÉTODO DE WALKLEY-BLACK

FECHA:		ANALISTA: (NOMBRE/FIRMA)		PAGINA: ____ DE ____
--------	--	-----------------------------	--	----------------------

[illegible]

CURVA DE CALIBRACIÓN	
PATRÓN	LECTURA EQUIPO
(mg Carbono)	(Abs)
Coefficiente de correlación, r=	
Pendiente, m=	
Intercepto, b ₀ =	



OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

FORMATO - DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA - MÉTODO DE WALKLEY-BLACK

Formato - Determinación de materia orgánica
- Método de Walkley-Black.

Bibliografía consultada

Arrieche, I; Pacheco, Y. 1998. Determinación de carbono orgánico en muestras de suelo mediante dos procedimientos analíticos. *Venesuelos (VE)* 6(1-2):9-13.

Arrieche Luna, IE, Ruíz Dager, M, León Rodríguez, M. 2013. Interferencia de cloruros en la determinación del carbono orgánico en suelos agrícolas. *Revista Multiciencias (VE)* 13(4):381-388.

Bremner, JM; Jenkinson, DS. 1960. Determination of organic carbon in soil I. Oxidation by dichromate of organic matter in soil and plant materials. *Journal of Soil Science (UK)* 11(2):394-402.

Broadbent, F. 1965. Organic matter. In Norman, AG. ed. *Methods of soil analysis. Part II. Chemical and microbiological properties*. Madison, US, American Society of Agronomy. Soil Science Society of America. p. 1397-1400. (Agronomy Monograph 9.2).

Combs, SM; Nathan, MV. 1998. Soil organic matter. Chapter 12. In Brown, JR. ed. *Recommended chemical soil test procedures for the North Central Region*. 3 ed. Lincoln, Nebraska, US. p. 53-58. North Central Regional Research Publication No. 221 (Revised). Missouri Agricultural Experiment Station SB 1001.

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. *Manual de métodos y procedimientos de referencia*. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26.).

Schulte, E.E. 1995. Recommended soil organic matter tests. In Sims, JT; Wolf, A. eds. *Recommended Soil Testing Procedures for the Northeastern United States*. 2 ed. Newark, US, University of Delaware. Agricultural Experiment Station. p. 52-60 (Northeast Regional Bulletin No. 493).

Walkley, A; Black, IA. 1934. An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter and proposed modification of the chromic acid titration method. *Soil Science (US)* 37(1):29-38.

Determinación de la reacción del suelo (pH) por el método potenciométrico

Objetivo

Medir la reacción del suelo (pH) en relación suelo-agua 1:2,5, como un índice de fertilidad y disponibilidad de los nutrientes para las plantas.

Concepto

El término de pH se define como el logaritmo negativo de la concentración de iones hidrógeno, expresados en moles por litro ($\text{pH} = -\log [\text{H}_3\text{O}^+]$). El pH es una notación que indica el grado de acidez o alcalinidad de una solución.

Principio

El método potenciométrico está basado en la diferencia de potencial o voltaje, desarrollada en una celda electroquímica, entre la concentración fija de iones H_3O^+ contenida en el bulbo terminal de un electrodo de vidrio, y la concentración de esos iones de una suspensión de suelo de relación suelo-agua 1:2,5, la cual está separada por la membrana del electrodo. La diferencia de potencial es medida con un potenciómetro, debidamente calibrado, en unidades de pH de la muestra de suelo que se analiza.

Equipos y materiales

- Balanzas sensibles a 0,01 g.
- Potenciómetro o medidor de pH (pH metro), con resolución de al menos 0,01 unidades de pH, dotado de electrodo de vidrio combinado.
- Recipiente de plástico o vidrio de 50 ml.
- Pipetas de 25 ml, preferiblemente dispensadores automáticos de igual capacidad.
- Varillas de vidrio para agitación.

Reactivos

Soluciones tampón certificadas pH 4 y 7.

- Soluciones buffer comerciales certificadas de pH 4 y 7.

O se pueden preparar en el laboratorio de la manera siguiente:

- **Solución tampón de pH 4:** disolver 10,21 g de biftalato de potasio ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$) p.a. en agua destilada libre de dióxido de carbono (CO_2) (hervir previamente) y enrasar a un litro. Se corresponde a una solución 0,05M de biftalato de potasio ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$).

- **Solución tampón de pH 7:**

Solución 0,1M de ácido cítrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$): pesar 9,61 gramos de ácido cítrico, llevar a balón aforado de 500 ml y enrasar con agua destilada.

Solución 0,2 M de fosfato ácido de sodio (Na_2HPO_4): pesar 14,20 gramos de fosfato ácido de sodio, llevar a balón aforado de 500 ml y enrasar con agua destilada.

En balón de un litro agregar 17,65 ml de solución 0.1 M de ácido cítrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) más 82,35 ml de la solución 0,2 M de fosfato ácido de sodio (Na_2HPO_4) y enrasar con agua destilada.

Notas:

El agua destilada usada en la preparación de las soluciones debe estar previamente hervida.

Se debe renovar frecuentemente las soluciones tampones, ya que ellas actúan como soluciones nutritivas y estimulan el crecimiento de hongos.

Procedimiento

Calibración del potenciómetro

Calibrar el potenciómetro con soluciones buffer de pH 4 y 7, en función de las características de cada uno de los equipos disponibles en los laboratorios (Manuales de usuarios para cada equipo).

Una vez la calibración sea satisfactoria, el aparato está listo para leer las muestras.

Medición en muestras

- Pesar 10 g de suelo, seco al aire y tamizado a 2 mm, y agregar en recipiente plástico o vidrio de 50 ml.
- Añadir 25 ml de agua destilada, mediante dispensador o pipeta volumétrica.
- Agitar con varilla de vidrio y dejar en reposo por 30 minutos.
- Agitar nuevamente y sumergir el electrodo de vidrio en la suspensión de suelo, de manera que la solución cubra la membrana de vidrio del electrodo, se debe cuidar que el mismo se encuentre en la solución sobrenadante y no entre en contacto con el material sólido depositado. No se debe agitar la suspensión de suelo durante la medida del pH.
- Esperar que la lectura se estabilice y anotar el valor del pH obtenido.
- Entre cada lectura de muestra y, antes de sumergir en la próxima muestra de suelo, se debe lavar el electrodo con agua destilada o desionizada y retirar el exceso de agua, pasando papel absorbente superficialmente.

Nota: en el caso de que el pH de la muestra se encuentre fuera del rango de calibración del potenciómetro (pH metro), se procederá a verificar la repuesta del equipo con una solución buffer de pH cercana a la muestra.

Manejo y cuidado de los electrodos

Se debe lavar el electrodo combinado periódicamente, remojándolo por unos segundos en una solución de un detergente suave o ácido clorhídrico diluido, con el fin de remover partículas de arcilla o de carbonato de calcio, que hayan quedado adheridas al mismo. Al finalizar la lectura de las muestras, dejar el electrodo combinado sumergido en la solución de cloruro de potasio (KCl) 3M o en la recomendada por el Manual del instrumento. Se recomienda que el papel adsorbente, para secado de la membrana del electrodo, sea papel suave y se debe tener precaución de no producir fricción o rallado de la membrana.

Cálculos

El potenciómetro (pH metro) da lectura en forma directa.

Forma de expresión de los resultados

Los resultados se expresan como unidades de pH, con una sola cifra decimal.

Interpretaciones

La mayoría de los cultivos se comportan bien en el rango de pH 5,5 a 8,3. Sin embargo, existe un grado diferencial de tolerancia a la acidez de los cultivos: unos más tolerantes, como papa, arroz, café y ciertos pastos; otros más sensibles, como algodón, alfalfa, tomate, remolacha, cebolla, entre otros. Suelos extremadamente ácidos son esencialmente turbosos o sulfato ácidos. Los de pH muy elevados probablemente presentan fuerte saturación con sodio (Na).

El pH, además de ser un indicativo si el suelo es ácido o alcalino, también da información acerca de las propiedades del suelo, como disponibilidad de fósforo (P), grado de saturación con bases y deficiencias de calcio (Ca), toxicidad por aluminio (Al), deficiencias y toxicidades de micronutrientes, problemas de mineralización de la materia orgánica, entre otros, y especialmente sobre requerimientos de cal.

A continuación se presentan, en forma resumida, los criterios de interpretación general utilizados en la Red de Laboratorios de suelos con fines de diagnóstico de fertilidad del INIA, para el rango menor de pH 4,5 hasta mayor de 8,5.

pH relación suelo-agua 1:2,5	Interpretación agronómica	Observaciones
< 4,5	Suelo extremadamente ácido	Criterio de interpretación para entrar en instructivos de requerimientos de cal.
4,5 - 5	Suelo fuertemente ácido	Criterio de interpretación para entrar en instructivos de requerimientos de cal.
5,1 – 5,5	Suelo moderadamente ácido	Criterio de interpretación para entrar en instructivos de requerimientos de cal.
5,6 - 8,5	Suelo normal	Se considera pH normal para el desarrollo de la mayoría de los cultivos alimenticios, pastizales y bosques.
> 8,5	Suelo alcalino	Se considera pH con restricciones para el normal desarrollo de los cultivos.

La sostenibilidad en el tiempo del proyecto de investigación sobre caracterización y evaluación de suelos ácidos del país, condujo a interpretaciones más integrales que consideran el grado de acidez, en función de grupos texturales, así como la disponibilidad de calcio, como nutriente esencial para las plantas. Esta interpretación se expresa en el instructivo general de requerimientos de cal, así como también en las reglas de decisión del Sistema experto para recomendaciones de cal en los suelos de Venezuela (López de Rojas, 2002).

Criterios de interpretación general para determinar los requerimientos de encalado para suelos de texturas gruesas, medias, finas, pH menores de 5,5 y contenidos de disponibilidad de calcio (Ca).

Textura	pH					
	< 4,5		4,5 – 5,0		5,1 – 5,4	
	----- Calcio -----			----- Calcio -----		
	Bajo		Medio	Alto		
Gruesa	0 - 100		101 - 200	+ 200		
	Bajo	Medio	Alto	Bajo	Medio	Alto
Media	0 - 150	151 - 400	+ 400	0 - 150	151 - 400	+ 400
Fina						

Textura gruesa: Arenosa, Areno-francosa y Franco-arenosa.

Textura media: Franco, Franco-arcillo-arenosa, Franco-limosa, Franco-arcillosa, Arcillo-arenosa y Limo.

Textura fina: Arcillosa, Arcillo-limosa y Franco-arcillo-limosa.

pH: determinado en agua 1:2,5

Observaciones

- Para lecturas de pH obtenidas en suspensiones diferentes a la relación suelo-agua 1:2,5 no aplican las interpretaciones referidas anteriormente.
- En suelos en donde los valores de pH se encuentran por encima de pH 8,3; se recomienda realizar análisis más específicos para caracterizar mejor el grado de alcalinidad de los mismos.
- Para una misma muestra, los valores de pH obtenidos, con esta modalidad analítica, resultarán ligeramente superiores a pH medidos en la pasta saturada o en la relación suelo-agua 1:1, utilizada para caracterización de perfiles de suelo. Así mismo, para una misma muestra, los valores de pH obtenidos con esta modalidad analítica, resultarán ligeramente inferiores a pH medidos en la pasta saturada preparada con cloruro de potasio (KCl) o en la relación suelo-KCl 1:1, utilizada para caracterización de perfiles de suelo.

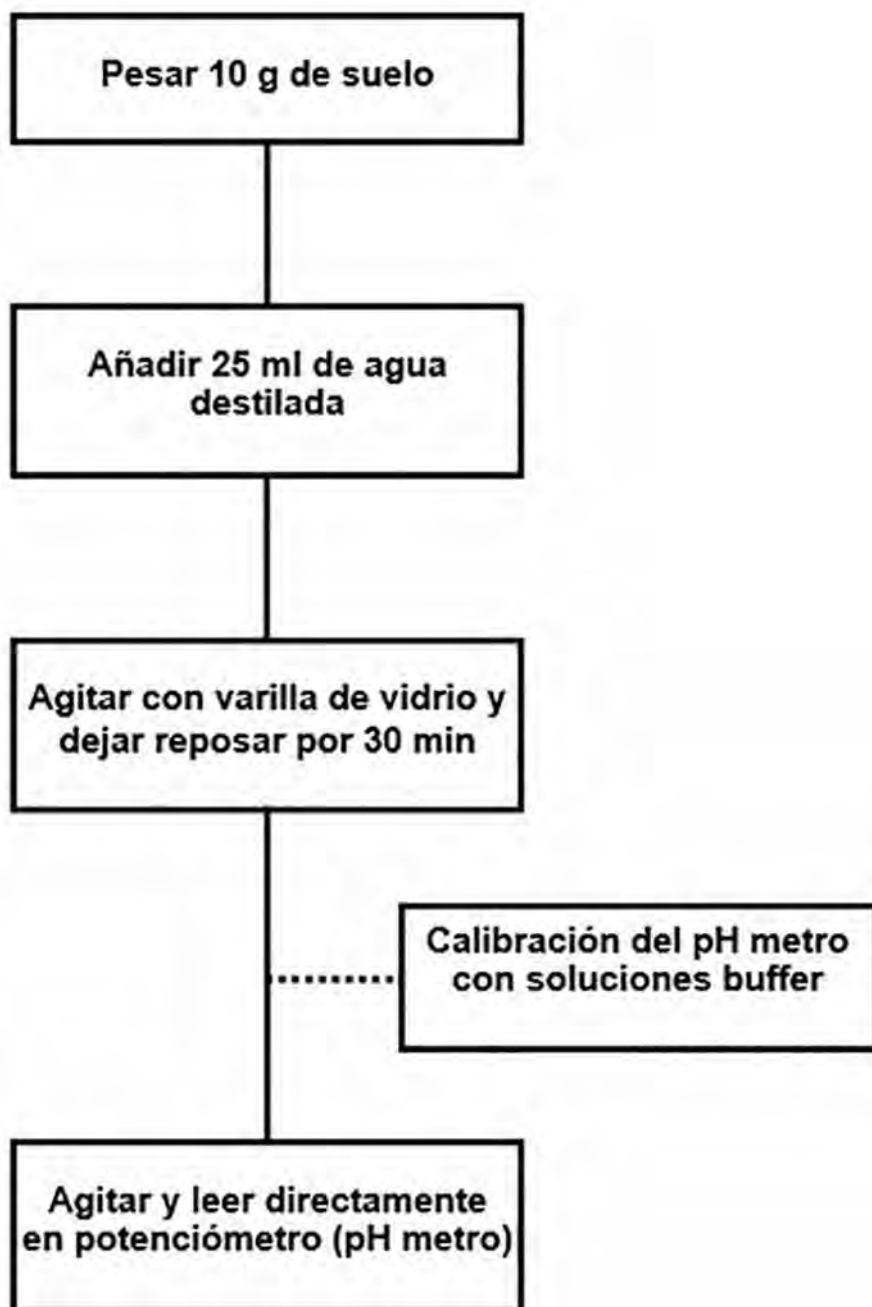


Diagrama de flujo de la determinación del pH en el suelo.
Relación suelo-agua 1:2,5

FECHA:	ANALISTA: (NOMBRE/FIRMA)	PAGINA: ____ DE ____
--------	--------------------------	----------------------

OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

Formato - Determinación de pH en soluciones de suelo.

Bibliografía consultada

Buffer Reference Center. 2015. Citric Acid – Na₂HPO₄ Buffer Solutions, pH approx. 2.6–7.61. (en línea). St. Louis, MO, EE UU, Sigma-Aldrich. Consultado 23 mayo 2015. Disponible en <http://www.sigmaaldrich.com/life-science/core-bioreagents/biological-buffers/learning-center/buffer-reference-center.html#citric>

Casanova, E. 1994. La reacción del suelo. Capítulo 10. In Introducción a las ciencias del suelo. Caracas, VE, Universidad Central de Venezuela. Consejo de Desarrollo Científico y Humanístico. p. 150-175.

Chirinos, AV; López de Rojas, I; González Troconis, RE; Pérez Silva, R. 1975. Aspectos básicos de un programa de análisis de suelos con fines de fertilidad. Capítulo IV. Interpretación de los resultados analíticos y formulación de recomendaciones. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. p. 35-53.

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26).

López de Rojas, I; Sánchez, AJ. 1990. Criterios para recomendaciones de cal en suelos ácidos de Venezuela. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 32 p. (Serie B - N° 8).

López de Rojas, I; Silva de Zacarías, M. 2002. Sistema experto para recomendaciones de cal en suelos de Venezuela. Maracay, VE, Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 47 p. (Serie D - N° 3).

Peech, M. 1965. Organic matter. In Norman, AG. ed. Methods of soil analysis. Part II. Chemical and microbiological properties. Madison, US, American Society of Agronomy. Soil Science Society of America. p. 914-925. (Agronomy Monograph 9.2).

Skoog, DA; West, DM; Holler, FJ; Crouch, SR. 2001. Aplicaciones de los métodos espectroscópicos atómicos y moleculares. Capítulo 23. In Química Analítica. 7 ed. México D.F., México, McGraw-Hill. p. 614-656.

The Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Reference methods for soil testing. Athens, US, University of Georgia. p. 1-29. (Handbook).

Van Reeuwijk, LP. ed. 2002. pH. In Procedures for soil analysis. 6 ed. Wageningen, The Netherlands, NL, International Soil Reference and Information Center. p. 4.1. (Technical Paper no. 9).

Determinación de la conductividad eléctrica en el suelo por el método conductimétrico

Objetivo

Medir la conductividad eléctrica (CE) del suelo, como un índice de salinidad y restricción del desarrollo para las plantas.

Concepto

La conductividad eléctrica (CE) es un índice que expresa la cantidad de sales presentes en una solución de suelo.

Principio

La medición se basa en el principio de que los iones de las sales disueltas en agua conducen la corriente eléctrica, en proporción a la concentración de sales o constituyentes ionizados. De ahí que se aproveche esta propiedad para medir la conductividad eléctrica (CE) en una suspensión de suelo en agua en la proporción 1:5, la cual está asociada con la cantidad de sales presentes en el suelo y que son fácilmente solubles en agua. Los iones que le confieren la salinidad a los suelos son inorgánicos y en su mayoría son Na^+ , Mg^{+2} , Ca^{+2} , K^+ , Cl^- , SO_4^{-2} , HCO_3^- y CO_3^{-2} .

La conductividad eléctrica (CE) se mide con un Puente de Wheatstone o Conductímetro, provisto de una celda con un par de electrodos situados paralelamente uno del otro. La solución entre los electrodos actúa como un

conductor eléctrico, al cual se aplican las leyes físicas que establece que la resistencia eléctrica es directamente proporcional a la distancia entre los electrodos e inversamente proporcional al área transversal del conductor, de acuerdo con la ecuación de $R = r \times L/A$, donde r es una constante de proporcionalidad conocida como resistividad eléctrica, en ohm-cm, y que depende de la naturaleza del conductor; L es la distancia de separación entre los dos electrodos en cm y A la sección transversal del conductor en cm^2 , la recíproca de $1/R$ es la conductancia eléctrica. En forma similar, la $1/r$ es la conductividad eléctrica (CE) en milimhos por centímetro (mmhos/cm) equivalente a decisiemens por metro (dS/m).

Equipos y materiales

- Balanzas sensibles a 0,01 g y 0,1 mg.
- Conductímetro con resolución mínima de 0,001 dS/m o mmhos/cm.
- Agitador recíproco o de vaivén con regulación de velocidad.
- Termómetro con resolución mínima de 0,5°C.
- Frascos plásticos boca ancha con tapa, de 100 a 150 ml de capacidad.
- Dispensador o pipeta automática de 50 ml.
- Beaker o frascos de 100 ml.
- Balón aforado de 1.000 ml.

Reactivos

Solución estándar de cloruro de potasio (KCl) 0,01M: se presentan dos alternativas:

- Soluciones comerciales certificadas (Titrisoles) de cloruro de potasio (KCl) 0,01M.
- Preparar en laboratorio con reactivo de cloruro de potasio (KCl) grado analítico (p.a.), previamente secado en estufa, entre 105-110°C, por una hora, y enfriado en desecador de la manera siguiente: pesar 0,7456 g de cloruro de potasio (KCl) p.a. y disolver en agua destilada o desionizada y llevar a volumen en balón de un litro. Guardar en envase de polietileno.

Procedimiento

Calibración del conductímetro

- El equipo se opera de acuerdo con el instructivo de operación del conductímetro de cada laboratorio. Si el equipo posee compensador de temperatura, la constante de la celda debe ser previamente verificada y ajustada con la solución de cloruro de potasio (KCl) 0,01M.
- Si el equipo no tiene ajuste automático de temperatura, medir la conductividad eléctrica de la solución de cloruro de potasio (KCl) 0,01M preparada, sumergiendo bien los electrodos en la solución, luego calcular la constante de la celda (k) aplicando la fórmula siguiente:

$$k \text{ (cm}^{-1}\text{)} = \text{CEesp} \times \text{RExt.KCl}$$

Donde:

k = Constante de la celda

CEesp. = Conductividad específica de la solución estándar de cloruro de potasio (KCl) 0,01M a 25°C, igual a 0,001412 mmhos/cm.

RExt.KCl = Resistencia externa de la solución estándar de cloruro de potasio (KCl) 0,01M (preparada) en ohm.

Nota: se recomienda calcular la constante de la celda (k) en forma diaria, debido a que las mayores variaciones en las lecturas se deben a los efectos de temperatura.

Preparación de la suspensión de suelo

- Pesar 10 g de suelo, seco al aire y tamizado a 2 mm, agregar en un recipiente plástico de 100 a 150 ml y añadir 50 ml de agua desionizada, mediante dispensador o pipeta automática, tapar y mezclar.
- Agitar la suspensión por 30 min, con un agitador recíproco, a una frecuencia entre 180 a 250 golpes por min.
- Dejar en reposo por cinco horas, aproximadamente, o hasta que la solución decante.

Medición en muestras

- Sumergir la celda en la suspensión acuosa obtenido de la muestra.
- Leer en el conductímetro.
- Lavar la celda con agua desionizada entre una y otra determinación.
- Medir un blanco con el agua desionizada usada en la preparación de la suspensión de suelo.

Nota: la conductividad del agua desionizada debe ser menor a 1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C, de ser mayor a 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C, entonces el valor obtenido de la conductividad eléctrica (CE), en este caso, se debe corregir, restando la conductividad del blanco, tanto al patrón de cloruro de potasio (KCl) 0,01M, como a la suspensión de la muestra.

Cálculos

- Sí el equipo tiene compensador de temperatura, se reporta directamente el valor de la conductividad eléctrica (CE) medido en dS/m o mmhos/cm a 25°C.
- Sí el equipo no tiene ajuste automático, se aplica la fórmula siguiente:

$$\text{CE a } 25^{\circ}\text{C} = \text{CEt} \times \text{ft} = k \times \text{ft}/\text{Rt}$$

Donde:

k = Constante de la celda determinada en calibración del conductímetro.

CEt = Conductividad eléctrica (CE) medida en el extracto de suelo a la temperatura ambiente.

Rt = Resistencia medida en el extracto de suelo a la temperatura ambiente.

ft = Factor de corrección por temperatura en extractos de suelo a la temperatura de 25°C (Ver página 126).

Forma de expresión de los resultados

Los resultados se expresan como dS/m a 25°C, con un entero y dos cifras decimales.

Interpretaciones

Para la relación suelo-agua 1:5, utilizada en la Red de Laboratorios de suelos del INIA, se emplean los criterios de interpretación siguientes:

Conductividad eléctrica (CE) relación 1:5 dS/m	Interpretación agronómica	Observaciones
< 0,75	Bajo: suelo no afectado por sales	Sin restricciones para el desarrollo de la mayoría de los cultivos
> 0,75	Alto: suelo afectado por sales	Con mayores o menores restricciones para el desarrollo de la mayoría de los cultivos, dependiendo de su grado de tolerancia a la salinidad

Comentarios

- En suelos donde los valores de conductividad eléctrica (CE) se encuentren por encima de 0,75 dS/m, se recomienda la realización de análisis más específicos para una mejor caracterización de las sales de los suelos.
- Para lecturas de conductividad eléctrica (CE) obtenidas en relaciones suelo-agua diferentes a 1:5, no se aplicarán las interpretaciones señaladas.
- Para una misma muestra, los valores de conductividad eléctrica (CE), obtenidos con esta modalidad analítica, resultarán superiores a conductividad eléctrica (CE) medidos en el extracto de saturación, utilizado para caracterización de perfiles de suelo.

Tabla de factores por temperatura (*ft*) para la corrección de datos de resistencia y conductividad en extractos de suelo a la temperatura de 25°C.

$$\text{CE25} = \text{CEt} \times ft \quad \text{CE25} = (k/Rt) \times ft \quad R25 = Rt/ft$$

°C.	°F.	<i>ft</i>	°C.	°F.	<i>ft</i>	°C.	°F.	<i>ft</i>
3,0	37,4	1,709	22,0	71,6	1,064	29,0	84,2	0,925
4,0	39,2	1,660	22,2	72,0	1,060	29,2	84,6	0,921
5,0	41,0	1,613	22,4	72,3	1,055	29,4	84,9	0,918
6,0	42,8	1,569	22,6	72,7	1,051	29,6	85,3	0,914
7,0	44,6	1,528	22,8	73,0	1,047	29,8	85,6	0,911
8,0	46,4	1,488	23,0	73,4	1,043	30,0	86,0	0,907
9,0	48,2	1,448	23,2	73,8	1,038	30,2	86,4	0,904
10,0	50,0	1,411	23,4	74,1	1,034	30,4	86,7	0,901
11,0	51,8	1,375	23,6	74,5	1,029	30,6	87,1	0,897
12,0	53,6	1,341	23,8	74,8	1,025	30,8	87,4	0,894
13,0	55,4	1,309	24,0	75,2	1,020	31,0	87,8	0,890
14,0	57,2	1,277	24,2	75,6	1,016	31,2	88,2	0,887
15,0	59,0	1,247	24,4	75,9	1,012	31,4	88,5	0,884
16,0	60,8	1,218	24,6	76,3	1,008	31,6	88,9	0,880
17,0	62,6	1,189	24,8	76,6	1,004	31,8	89,2	0,877
18,0	64,4	1,163	25,0	77,0	1,000	32,0	89,6	0,873
18,2	64,8	1,157	25,2	77,4	0,996	32,2	90,0	0,870
18,4	65,1	1,152	25,4	77,7	0,992	32,4	90,3	0,867
18,6	65,5	1,147	25,6	78,1	0,988	32,6	90,7	0,864
18,8	65,8	1,142	25,8	78,5	0,983	32,8	91,0	0,861
19,0	66,2	1,136	26,0	78,8	0,979	33,0	91,4	0,858
19,2	66,6	1,131	26,2	79,2	0,975	34,0	93,2	0,843
19,4	66,9	1,127	26,4	79,5	0,971	35,0	95,0	0,829
19,6	67,3	1,122	26,6	79,9	0,967	36,0	96,8	0,815
19,8	67,6	1,117	26,8	80,2	0,964	37,0	98,6	0,801
20,0	68,0	1,112	27,0	80,6	0,960	38,0	100,2	0,788
20,2	68,4	1,107	27,2	81,0	0,956	39,0	102,2	0,775
20,4	68,7	1,102	27,4	81,3	0,953	40,0	104,0	0,763
20,6	69,1	1,097	27,6	81,7	0,950	41,0	105,8	0,750
20,8	69,4	1,092	27,8	82,0	0,947	42,0	107,6	0,739
21,0	69,8	1,087	28,0	82,4	0,943	43,0	109,4	0,727
21,2	70,2	1,082	28,2	82,8	0,940	44,0	111,2	0,716
21,4	70,5	1,078	28,4	83,1	0,936	45,0	113,0	0,705
21,6	70,9	1,073	28,6	83,5	0,932	46,0	114,8	0,694
21,8	71,2	1,068	28,8	83,8	0,929	47,0	116,6	0,683

Fuentes:

Richards, LA. ed. 1954. Diagnóstico y rehabilitación de suelos salinos y sódicos. 4 ed traducida al español. México, Cultura, Departamento de Agricultura de los Estados Unidos de América. Cuadro 15 p. 96. (Manual de Agricultura N° 60). Versión castellana.

Campbell *et al.* 1948. National Research Council International. Critical Tables (1929).



Diagrama de flujo de la determinación de conductividad eléctrica (CE). Relación suelo-agua 1:5.

[illegible]

Formato - Determinación de conductividad eléctrica en suelo.

Bibliografía consultada

Barrow Gordon, M. 1972. Naturaleza de los electrólitos en disolución. In Química-Física. Capítulo 2. Barcelona, ES, Reverte. p. 688-690.

Bower, CA; Wilcox, LV. 1965. Soluble salts. In Norman, AG. ed. Methods of soil analysis. Part II. Chemical and microbiological properties. Madison, US, American Society of Agronomy. Soil Science Society of America. p. 933-951. (Agronomy Monograph 9.2).

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26).

Organization International of Metrologies Legal. 1981. Standard solutions reproducing the conductivity of electrolytes. Paris, FR. OIML R 56. 6 p.

Pérez de Roberti, R; Gilabert de Brito, J. 1997. Métodos para caracterizar suelos y aguas afectados por sales. Manual de Métodos de Referencia. Barquisimeto, VE, Universidad Centro Occidental Lisandro Alvarado. 93 p.

Rhoades, JD. 1996. Salinity: electrical conductivity and total dissolved solids. In Sparks, DL; Page, AL; Helmke, PA; Loeppert, RH. eds. Methods of Soil Analysis. Part 3. Chemical Methods. Madison, US, Soil Science Society of America. American Society of Agronomy. p. 417-435. (SSSA Book Series 5.3).

Richards, LA. ed. 1954. Diagnóstico y rehabilitación de suelos salinos y sódicos. 4 ed traducida al español. México, Cultura, Departamento de Agricultura de los Estados Unidos de América. 172 p. (Manual de Agricultura N° 60). Versión castellana.

Skoog, DA; West, DM; Holler, FJ; Crouch, SR. 2001. Potenciometría: medición de la concentración de iones y moléculas. Capítulo 19. In Química Analítica. 7 ed. México D.F., México, McGraw-Hill. p. 490-526.

USDA (United States Department of Agriculture). 1960. Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. 41 ed. 160 p. (Handbook No. 60 of Chemistry and Physics).

Van Reeuwijk, LP. ed. 2002. Soluble salts. In Procedures for soil analysis. 6 ed. Wageningen, The Netherlands, NL, International Soil Reference and Information Center. p. 13.1-13.3. (Technical Paper No. 9).

Determinación de microelementos disponibles en el suelo por el método Mehlich I

Objetivo

Determinar el contenido de microelementos del suelo cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn), extraídos por la solución de Mehlich I, también denominada doble-ácido, como un índice de fertilidad y de disponibilidad para las plantas.

Concepto

Los microelementos disponibles cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn), definen los grados de deficiencia, suficiencia o exceso de estos elementos en relación con su disponibilidad para los cultivos.

Principio

El método está basado en la extracción de los microelementos disponibles cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn) de una muestra de suelo, con una solución de ácido clorhídrico (HCl) 0,05N y ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0,025N (Método de Mehlich I); luego son cuantificados por Espectrofotometría de absorción atómica. El procedimiento se aplica de preferencia a suelos ácidos.

Equipos y materiales

- Balanzas sensibles a 0,01 g y 0,1 mg.
- Botellas plásticas con tapa, de 50 ml de capacidad.
- Dispensador o pipeta automática de 20 ml.
- Agitador recíproco o de vaivén con regulación de velocidad.
- Papel filtro N° 1 o equivalente.
- Frascos de vidrio para almacenar solución extractora doble ácida.
- Espectrofotómetro de absorción atómica.
- Pipetas volumétricas de 0,5, 1, 2, 3, 4, 5, 10 y 50 ml.
- Balones aforados de 50, 100 y 1.000 ml.
- Beaker de 50, 100 y 600 ml.

Reactivos

Solución de ácido clorhídrico (HCl) 1N: se presentan dos alternativas:

- Soluciones certificadas (Titrisoles) de ácido clorhídrico (HCl) 1N.
- Preparar en laboratorio de la manera siguiente: medir 81 ml de ácido clorhídrico (HCl) concentrado p.a. y llevar a un litro con agua destilada.

Solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1N: se presentan dos alternativas de preparación de la solución:

- Soluciones certificadas (Titrisoles) de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0,025N.
- Preparar en laboratorio de la manera siguiente: medir 28 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado p.a. (Densidad 1,8 g/ml y pureza de 96-98% p/p) y adicionar lentamente en un beaker de 600 ml que contiene agua destilada (alrededor de 200 ml). Luego, llevar a balón de un litro y enrasar con agua destilada. Realizar la operación bajo campana.

Solución extractora doble-ácida de Mehlich I (HCL 0,05N - H_2SO_4 0,025N): tomar con pipeta volumétrica de 50 ml de ácido clorhídrico (HCl) 1N y 25 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1N, llevar a balón de un litro y enrasar con agua desionizada o destilada.

Soluciones patrones de 1.000 ppm (mg/l) de cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn): se presentan dos alternativas de preparación de la solución:

- **Soluciones certificadas comerciales (Titrisoles) de 1.000 ppm (mg/l) de:** cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn) de 99,9% de pureza.
- Preparar en laboratorio de la manera siguiente:
 - a) **Solución estándar de cinc (Zn) de 1.000 ppm (mg/l):** pesar 2,4681 g de sulfato de cinc anhidro (ZnSO_4) p.a., llevar a balón de un litro y enrasar con agua desionizada o destilada.
 - b) **Solución estándar de cobre (Cu) de 1.000 ppm (mg/l):** pesar 2,5106 g de sulfato de cobre anhidro (CuSO_4) p.a., llevar a balón de un litro y enrasar con agua desionizada o destilada.
 - c) **Solución estándar de hierro (Fe) de 1.000 ppm (mg/l):** pesar 2,7309 g de sulfato ferroso anhidro (FeSO_4) p.a., llevar a balón de un litro y enrasar con agua desionizada o destilada.
 - d) **Solución estándar de manganeso (Mn) de 1.000 ppm (mg/l):** pesar 2,9631 g de sulfato de manganeso anhidro (MnSO_4) p.a., llevar a balón de un litro y enrasar con agua desionizada o destilada.

Soluciones estándares de 100 ppm (mg/l) de cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn): a partir de las soluciones estándares de 1.000 ppm (mg/l), tomar con pipeta 10 ml de cada una de ellas en balones de 100 ml y enrasar con la solución de Mehlich I.

Solución estándar de 10 ppm de cinc (Zn): a partir de la solución estándar de 100 ppm (mg/l) de cinc (Zn), tomar con pipeta 10 ml en balón de 100 ml y enrasar con la solución extractora de Mehlich I.

Procedimiento

Preparación del extracto

- Pesar 5 g de suelo, seco al aire y tamizado por 2 mm, y colocar en frasco plástico de 50 ml.
- Añadir 20 ml de la solución extractora Mehlich I.
- Agitar por 15 minutos y filtrar en beaker de 50 ml.

Curvas de calibración

Preparar los estándares correspondientes de cada elemento, de acuerdo con las condiciones establecidas en el manual del Espectrofotómetro de absorción atómica. Se presenta a continuación el cuadro de concentraciones usadas, más comúnmente:

En balones de 100 ml								
Alícuotas (ml) solución estándar de:				Aforar con Mehlich I a: (ml)	Concentración final en solución estándar (mg/l) de:			
10 ppm (mg/l)	100 ppm (mg/l)	100 ppm (mg/l)	100 ppm (mg/l)		Zn	Cu	Fe	Mn
Blanco	Blanco	Blanco	Blanco	100	0	0	0	0
2	1	1	0,5	100	0,2	1	1	0,5
5	2	2	1	100	0,5	2	2	1
10	5	5	2	100	1	5	5	2

Medición en muestras

Leer el extracto de suelo obtenido directamente en el Espectrofotómetro de absorción atómica, previamente calibrado.

Nota: sí las lecturas en el extracto de suelo están fuera del punto máximo de la curva de calibración, se debe repetir el procedimiento diluyendo el extracto de suelo con solución Mehlich I. Considerar este factor de dilución para el cálculo final del elemento en la muestra.

Observaciones

Tomar todas las precauciones posibles a lo largo de todo el procedimiento, en relación con la calidad del agua y limpieza escrupulosa del material. No se debe tener contacto con tapones y tubos de caucho y con superficies metálicas de hierro, bronce o latón, con el fin de evitar la contaminación de la determinación.

Cálculos

$$\text{ppm (mg/l) de Zn, Cu, Fe, Mn en suelos} = \text{Lect. en equipo} \times \frac{\text{V final de extracto (ml)}}{\text{Peso muestra (g)}}$$

Forma de expresión de los resultados

El contenido de los microelementos en el suelo, se expresan como ppm (mg/l) de cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn), en enteros y una cifra decimal.

Interpretaciones

Criterios de interpretación para los microelementos cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y Manganeso (Mn).

Microelemento	Niveles de suficiencia				
	Muy bajo	Bajo	Medio	Alto	Muy alto
Zn (ppm) (mg/l)	< 0,5	0,5 - 1,5	1,5 - 2,5	2,5 - 3,5	> 3,5
Cu (ppm) (mg/l)	< 0,4	0,4 - 0,8	0,8 - 1,2	1,2 - 2	> 2
Fe (ppm) (mg/l)	< 3	3,1 - 7	7 - 11	11 - 15	> 15
Mn (ppm) (mg/l)	< 0,5	0,5 - 1,5	1,5 - 2,5	2,5 - 3,5	> 3,5

Comentarios

- Este método, para determinar cinc (Zn) extractable ha sido evaluado sólo en suelos que tienen capacidades de intercambio menores a 10 meq/100 g, que presentan reacción ácida (pH menores de 7), y que son relativamente bajos en contenido de materia orgánica (MO).
- Las bondades de esta metodología para aplicarla en suelos calcáreos u orgánicos, no han sido determinadas.

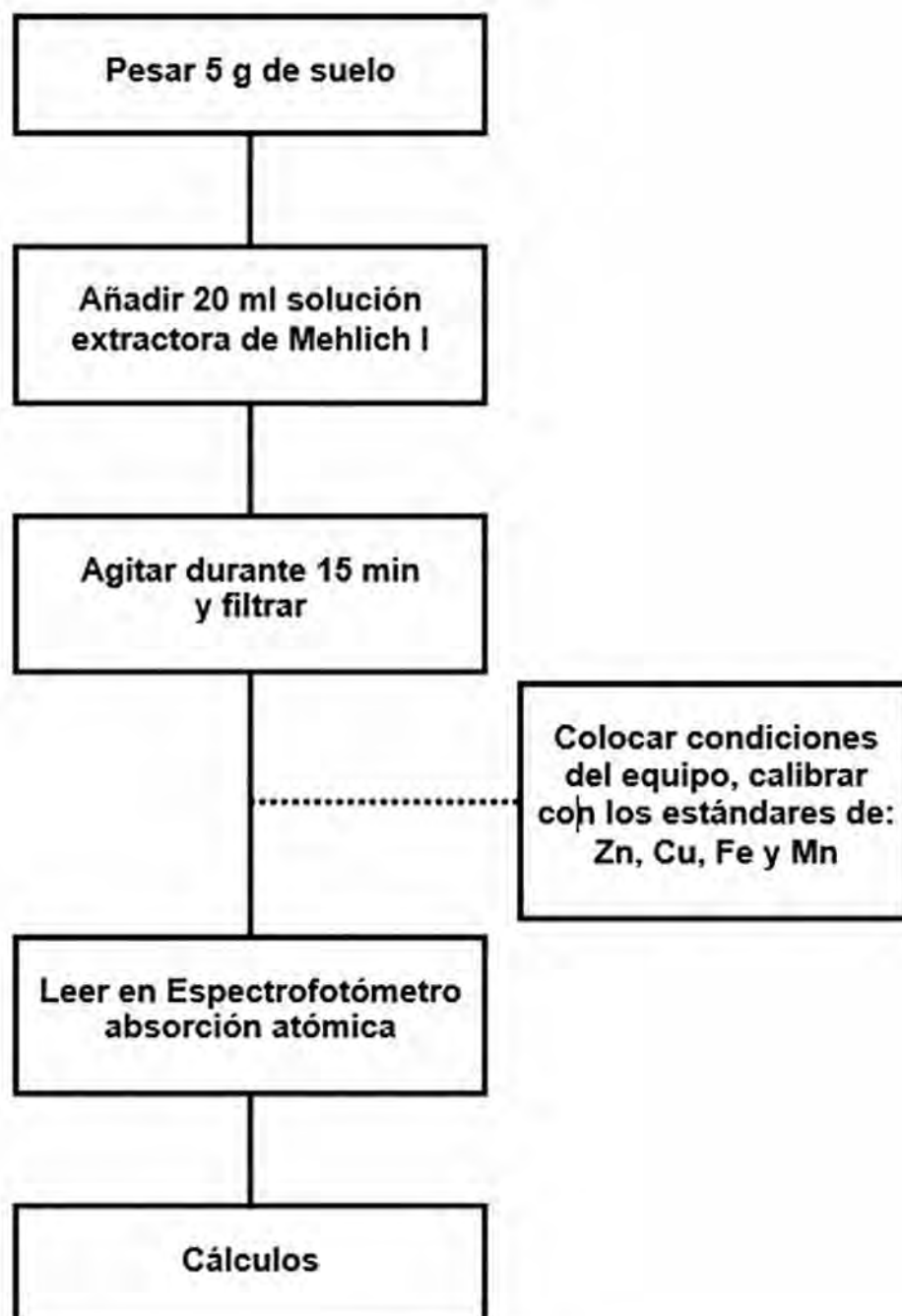


Diagrama de flujo de la determinación de microelementos (Zn, Cu, Fe, Mn) en el suelo por el método de Mehlich I.

Bibliografía consultada

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26).

Montilla de Quiñones, A. 1991. Características de fertilidad de los suelos venezolanos vistas a través de los resúmenes de análisis rutinarios. IV. Disponibilidad de micro nutrientes (cobre, zinc hierro y manganeso). El Tigre, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Estación Experimental Anzoátegui. 24 p. (Serie C No. 35).

Mortvedt J, J; Giordano, PM; Lindsay, WL. 1972. Micronutrients in agriculture. Madison, US, Soil Science Society of America. 666 p.

Perkins, HF. 1970. A rapid method of evaluating the zinc status on coastal plain soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* (US) 1:35-42.

Salinas, JC; García, R. 1985, Métodos químicos para el análisis de suelos ácidos y plantas. Cali, CO, Centro Internacional de Agricultura Tropical. Programa de Pastos Tropicales. 83 p.

Soltanpour, PN; Schwab, AP. 1977. A new rapid test for simultaneous extraction of macro and micro-nutrients in alkali soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* (US) 8(3):195-207.

The Council on Soil Testing and Plant Analysis. Determination of Zn by Mehlich 1 (Double acid). Extraction. 1980. In Handbook on reference methods for soil testing. Georgia, US, University of Georgia. p. 69-73.

Viets, JFG; Lindsay, WL. 1973. Testing soils for zinc, copper, manganese and iron. In Walsh, LM; Beaton, JD. eds. *Soil Testing and Plant Analysis*. Rev ed. Madison, US, Soil Science Society American. p. 153-172.

Zapata, R. 1989. Experiencias de la UDO en análisis de micro-nutrientes en los suelos. Valores críticos. Respuesta de los cultivos. In Seminario del tercer período del Postgrado en Ciencia del Suelo. Presentación verbal y resumen. 1 p. (Multigrafiado).

Determinación de microelementos disponibles en el suelo por el método DTPA

Objetivo

Determinar el contenido de microelementos del suelo cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn), extraídos con solución del ácidodietilentreamínopentaacético (DTPA) 0,005M a pH 7,3; como un índice de fertilidad y de su disponibilidad para las plantas.

Concepto

Los microelementos disponibles en el suelo cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn) definen los grados de deficiencia, suficiencia o exceso de estos elementos en relación con su disponibilidad para los cultivos.

Principio

El método está basado en la extracción de los microelementos disponibles cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn) de una muestra de suelo, con una solución del ácidodietilentreamínopentaacético (DTPA) 0,005M a pH 7,3; luego son cuantificados por Espectrofotometría de absorción atómica. El procedimiento se aplica a todo tipo de suelo.

Equipos y materiales

- Balanzas sensibles a 0,01 g y 0,1 mg.
- Botellas plásticas con tapa, de 50 ml de capacidad.
- Dispensador o pipeta automática de 20 ml.
- Agitador recíproco o de vaivén con regulación de velocidad.
- Papel filtro N° 1 o equivalente.
- Espectrofotómetro de absorción atómica.
- Pipetas volumétricas de 0,5, 1, 2, 3, 4, 5, 10 y 50 ml.
- Balones aforados de 50, 100, 200 y 1.000 ml.
- Beaker de 50, 100 y 2.000 ml

Reactivos

Solución de ácidodietilentreamínopentaacético (DTPA) - trietanolamina (TEA): disolver 3,93 g de DTPA y 2,98 g de TEA en un litro de agua desionizada.

Solución de cloruro de calcio (CaCl_2): disolver 2,94 g de cloruro de calcio dihidratado $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en un litro de agua desionizada.

Solución extractora de DTPA 0,005M - TEA 0,1M - CaCl_2 0,01M: mezclar la solución DTPA–TEA con la solución de cloruro de calcio (CaCl_2), ajustar el pH de la solución a $7,3 \pm 0,05$, con ácido clorhídrico (HCl) 1N.

Soluciones patrones de 1.000 ppm (mg/l) de cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn): se presentan dos alternativas de preparación de la solución:

- **Soluciones certificadas comerciales (Titrisoles) de 1.000 ppm (mg/l) de:** cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn) de 99,9 % de pureza.
- Preparar en laboratorio de la manera siguiente:
 - a) **Solución estándar de cinc (Zn) de 1.000 ppm (mg/l):** pesar 2,4681 g de sulfato de cinc anhidro (ZnSO_4) p.a., llevar a balón de un litro y enrasar con agua desionizada.

- b) **Solución estándar de cobre (Cu) de 1.000 ppm (mg/l):** pesar 2,5106 g de sulfato de cobre anhidro (CuSO_4) p.a., llevar a balón de un litro y enrasar con agua desionizada.
- c) **Solución estándar de hierro (Fe) de 1.000 ppm (mg/l):** pesar 2,7309 g de sulfato ferroso anhidro (FeSO_4) p.a., llevar a balón de un litro y enrasar con agua desionizada.
- d) **Solución estándar de manganeso (Mn) de 1.000 ppm (mg/l):** pesar 2,9631 g de sulfato de manganeso anhidro (MnSO_4) p.a., llevar a balón de un litro y enrasar con agua desionizada.

Soluciones estándares de 100 ppm (mg/l) de cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn): a partir de las soluciones estándares de 1.000 ppm (mg/l), tomar con pipeta 10 ml de cada una de ellas en balones de 100 ml y enrasar con la solución extractora de DTPA 0,005M.

Solución estándar de 10 ppm (mg/l) de cinc (Zn): a partir de la solución estándar de 100 ppm (mg/l) de cinc (Zn), tomar con pipeta 10 ml en balón de 100 ml y enrasar con la solución extractora de DTPA 0,005M.

Procedimiento

Preparación del extracto

- Pesar 10 g de suelo, seco al aire y tamizado por 2 mm, y colocar en frasco plástico de 50 ml.
- Añadir 20 ml de la solución extractora de DTPA 0,005M.
- Agitar por dos horas y filtrar en beaker de 50 ml.

Nota: el filtrado se debe realizar inmediatamente después de finalizada la agitación y deberá cesar 15 minutos después de comenzar a filtrar. Luego continuar el filtrado para aumentar la cantidad de micronutrientes extraídos.

Curvas de calibración

Preparar los estándares correspondientes de cada elemento, según lo establecido en el manual del Espectrofotómetro de absorción atómica, disponible en cada laboratorio. Se presentan a continuación las concentraciones comúnmente utilizadas:

En balones de 100 ml								
Alícuotas (ml) solución estándar de:				Aforar con DTPA 0,005M a: (ml)	Concentración final en solución estándar (mg/l) de:			
10 ppm (mg/l)	100 ppm (mg/l)	100 ppm (mg/l)	100 ppm (mg/l)		Zn	Cu	Fe	Mn
0	0	0	0	100	0	0	0	0
2	1	1	0,5	100	0,2	1	1	0,5
5	2	2	1	100	0,5	2	2	1
10	5	5	2	100	1	5	5	2

Medición en muestras

Leer directamente el extracto de suelo obtenido en el Espectrofotómetro de absorción atómica, previamente calibrado.

Nota: sí las lecturas en el extracto de suelo están fuera del punto máximo de la curva de calibración, se debe repetir el procedimiento diluyendo el extracto con solución DTPA 0,005M. Considerar este factor de dilución para el cálculo final del elemento en la muestra.

Observaciones

Tomar todas las precauciones posibles a lo largo de todo el procedimiento, en relación con la calidad del agua, preparación de estándares y limpieza escrupulosa del material. No se debe tener contacto con tapones y tubos de caucho y con superficies metálicas de hierro, bronce o latón, con el fin de evitar la contaminación de la determinación.

Cálculos

$$\text{ppm (mg/l) de Zn, Cu, Fe, Mn en suelos} = \text{Lect. en equipo} \times \frac{\text{V final de extracto (ml)}}{\text{Peso muestra (g)}}$$

Forma de expresión de los resultados

El contenido de los microelementos en el suelo se expresan como ppm (mg/l) de cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn), en enteros y una cifra decimal.

Interpretaciones

Criterios de interpretación para los microelementos cinc (Zn), cobre (Cu), hierro (Fe) y manganeso (Mn).

Rango de valores críticos extraídos con DTPA 0,005M				
Microelemento	Arrieché I. (1997)	Lindsay y Norvell (1978)	Silva R. (1998)	Sims y Johnson (1991)
Zn	≤ 2,0 mg/kg	1 mg/kg	0,5 mg/kg	0,2 a 2,0 mg/kg
Cu	-----	-----	-----	0,1 a 2,5 mg/kg
Fe	-----	-----	-----	2,5 a 5,0 mg/kg
Mn	-----	2 mg/kg	-----	1,0 a 5,0 mg/kg

Comentarios

- El cloruro de calcio (CaCl_2) es adicionado a la solución extractora de DTPA 0,005M, para prevenir la disolución del cinc (Zn) presente en los minerales de carbonato de calcio (CaCO_3) del suelo.
- La trietanolamina se agrega con el fin de mantener el pH de la solución DTPA 0,005M en 7,3 y así evitar la disolución de los metales trazas, los cuales son altamente dependiente del pH.

- Las concentraciones de manganeso (Mn), probablemente aumentarán en suelos almacenados por un período mayor de seis meses, como resultado de una alta oxidación.
- En suelos con contenido de cinc (Zn) menores a 0,8 mg/kg extraído con DTPA 0,005M, generalmente responden a la fertilización con cinc (Zn) en cultivos como el maíz.
- En suelos con contenido de cobre (Cu) menores a 0,6 mg/kg extraído con DTPA 0,005M, generalmente responden a la fertilización con cobre (Cu) en cultivos como el sorgo.

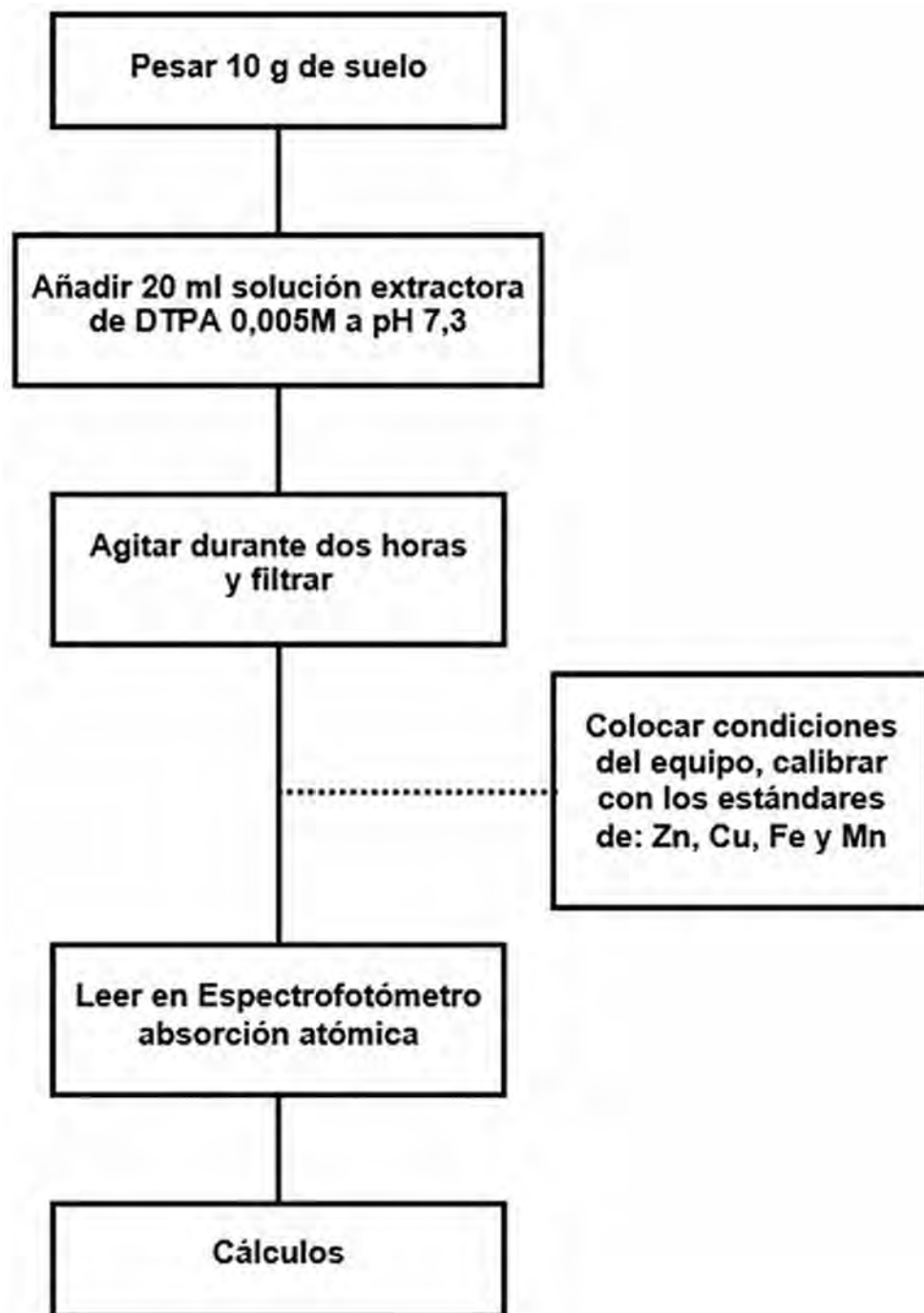


Diagrama de flujo de la determinación de microelementos (Zn, Cu, Fe, Mn) en el suelo por el método DTPA 0,005M a pH 7,3.

Manual de métodos y procedimientos de referencia

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES AGRÍCOLAS
RED DE LABORATORIOS DE SUELO
MANUAL DE MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS DE REFERENCIA

DETERMINACIÓN DE MICROELEMENTOS EN SUELOS - MÉTODO DTPA

FECHA:		ANALISTA: (NOMBRE/FIRMA)		PÁGINA: ____ DE ____
--------	--	--------------------------	--	----------------------

[illegible]

OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

FORMATO - DETERMINACIÓN DE MICROELEMENTOS EN SUELOS - MÉTODO DTPA

Formato - Determinación de microelementos en suelos - Método DTPA.

Bibliografía consultada

- Arrieche, IE; Ramírez, R. 1997. Soil test for available zinc in acid soils of Venezuela. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* (US) 28(17-18):1.471-1.480.
- Lindsay, WL; Norvell, WA. 1978. A Development of a DTPA soil test for zinc, iron, manganese and copper. *Soil Science Society of America Journal* 42(3):421-428.
- Molina, E; Bornemisa, E. 2006. Nivel crítico de zinc en suelos de Costa Rica. *Agronomía Costarricense* 30(2):45-59.
- Mortvedt, JJ; Giordano, PM; Lindsay, WL. 1972. Micronutrients in agriculture. Madison, US, Soil Science Society of America. 666 p.
- Perkins, HF. 1970. A rapid method of evaluating the zinc status on coastal plain soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* (US) 1:35-42.
- Roca, N; Pazos, MS; Bech, M. 2007. Disponibilidad de cobre, hierro, manganeso, zinc en suelos del NO argentino. *Ciencia del suelo* (AR) 25(1):31-42
- Silva Rodrigo, L. 1998. Análisis de suelos y material vegetal para micronutrientes. In *Actualidad y futuro de los micronutrientes en la agricultura*. Bogotá, CO, Sociedad Colombiana de la Ciencia del Suelo. p. 47-56.
- Sillanpää, M. 1982. Estimation of critical micronutrient limits. In *Micronutrients and the nutrient status of soil: A global study*. Roma, IT, Food and Agriculture Organization of the United Nations. p. 90-95. (Bulletin FAO No. 48).
- Sims, JT; Johnson, GV. 1991. Micronutrient soil tests. Chapter 12. In Mortvedt, JJ; Cox, FR; Shuman, LM; Welch, RM. eds. *Micronutrients in agriculture*. 2 ed. Madison, US, *Soil Science Society of America*. p. 427-476 p. (SSSA Book Series No. 4).
- Volmer Buffa, E; Ratto, SE. 2005. Disponibilidad de cinc, cobre, hierro y manganeso extraíble con DTPA en suelos de córdoba (Argentina) y variables edáficas que la condicionan. *Ciencia del suelo* (AR) 23(2):107-114.

Determinación de la calidad de las calizas agrícolas

Objetivo

Evaluar la calidad de las calizas agrícolas, mediante la determinación de su capacidad de neutralización de la acidez, contenidos de calcio (Ca) y magnesio (Mg) y su granulometría.

Concepto

La calidad de las calizas está definida por la efectividad como enmienda agrícola de los suelos ácidos y ésta es afectada, principalmente, por dos factores: la composición química o pureza y sus propiedades físicas o tamaño de partículas. En este sentido, la evaluación de la calidad analítica de la caliza se realiza midiendo su capacidad de neutralización ácida (Valor de neutralización), el contenido de compuestos básicos de calcio (Ca) y magnesio (Mg) y cuantificando su granulometría.

Preparación de la muestra

Previo a la determinación de los parámetros, que permiten valorar la calidad de las calizas agrícolas, es necesario que la muestra sea preparada de forma homogénea. Para ello se procede de la forma siguiente:

- Cernir el material de caliza con cedazo de malla N° 60.
- Triturar con mortero las partículas gruesas que quedan sobre el cedazo y pasar el material molido totalmente por el tamiz de 60 mallas.
- Mezclar muy bien todo el material y secar en estufa a una temperatura entre 105-110°C, antes de hacer las determinaciones respectivas.

Determinación del porcentaje de carbonato de calcio (CaCO_3) equivalente o valor de neutralización (VN)

Principio

El porcentaje carbonato de calcio (CaCO_3) equivalente o valor de neutralización (VN) de la caliza agrícola, representa el contenido de compuestos básicos, que contiene la caliza, los cuales pueden neutralizar al ácido. El método consiste en una valoración por retroceso, donde se titula con una base de concentración conocida, la cantidad de ácido añadido en exceso que no reaccionó con los compuestos básicos de la caliza; la diferencia entre la cantidad de ácido añadido y la cantidad de base consumida, para titular el exceso del primero, se corresponde con el contenido de materiales cálcicos de la muestra.

Equipos y materiales

- pH metro (Potenciómetro).
- Balanza analítica, sensibilidad a 0,1 mg.
- Plancha de calentamiento, con regulación de temperatura.
- Balones volumétricos de 1.000 ml.
- Fiolas de 250 ml.
- Bureta de 10-25 ml, con apreciación de 0,05 ml.
- Dispensadores o pipetas volumétricas de 50 ml.
- Cilindro de 50 ml.
- Juego de tamices N° 20, 40, 60, 80, 100 y >100

Reactivos

Solución de ácido clorhídrico (HCl) 1N: se presentan dos alternativas de preparación de la solución:

- **Solución certificada (Titrisol) de ácido clorhídrico (HCl) 1N.**
- **Solución estándar de ácido clorhídrico (HCl) 1,0N:** medir con cilindro 84 ml de ácido clorhídrico (HCl) p.a. ($\rho = 1,19 \text{ g/ml}$; pureza: 37% p/p), llevar a balón de un litro y enrasar con agua desionizada.

Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0,5N: se presentan dos alternativas de preparación de la solución:

- **Solución certificada (Titrisol) de hidróxido de sodio (NaOH) 0,5N.**
- **Solución estándar de hidróxido de sodio (NaOH) 0,5N:** pesar 20 g de hidróxido de sodio (NaOH) y trasvasar rápidamente a balón de un litro, disolver y enrasar con agua desionizada.

Solución indicadora de fenolftaleína: disolver 0,1 g de fenolftaleína en 60 ml de etanol a 95% v/v, diluir a 100 ml con agua desionizada.

Nota: cuando se utilizan las soluciones estándares de ácido clorhídrico (HCl) 1,0N e hidróxido de sodio (NaOH) 0,5N, se deben estandarizar en el laboratorio para conocer exactamente su concentración.

Procedimiento

Estandarización de la solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0,5N (N NaOH)

- Pesar por triplicado $0,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ mg}$ de biftalato de potasio ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$) (PM: 204,22 g/mol) y trasvasar a una fiola (M Biftalato).
- Agregar dos a tres gotas de la solución indicadora de fenolftaleína y titular con la solución estándar de hidróxido de sodio (NaOH) 0,5N, hasta que ocurra el cambio del color rosado a incoloro, sacar un volumen promedio ($V_1 \text{ NaOH}$).
- Cálculo de la normalidad del hidróxido de sodio (NaOH) obtenido en la solución estándar.

$$N \text{ NaOH} = \frac{M \text{ Biftalato}}{V_1 \text{ NaOH} \times PM \text{ Biftalato}} \times 1.000$$

Donde:

M Biftalato = Peso en gramos del biftalato de potasio ($C_8H_5KO_4$).

PM Biftalato = Peso molecular del biftalato de potasio ($C_8H_5KO_4$): 204,22 g/mol

V1 NaOH = Volumen de hidróxido de sodio (NaOH) 0,5N gastado en la titulación (ml) de la estandarización de la solución de NaOH.

1.000 = Factor de conversión de mililitros a litro.

Estandarización de la solución de ácido clorhídrico (HCl) 1N (N HCl)

- Pipetear por triplicado 5 ml de la solución estándar de ácido clorhídrico (HCl) 1N (V alic. HCl).
- Agregar dos a tres gotas de la solución indicadora de fenolftaleína y titular con el hidróxido de sodio (NaOH) 0,5N, hasta que ocurra el cambio del color de incoloro a rosado, sacar un volumen promedio (V2 NaOH).
- Cálculo normalidad del ácido clorhídrico (HCl) obtenido en la solución estándar:

$$N \text{ HCl} = \frac{V2 \text{ NaOH} \times N \text{ NaOH}}{V \text{ alic. HCl}}$$

Donde:

V2 NaOH = Volumen de hidróxido de sodio (NaOH) gastado en la titulación (ml) de la solución de ácido clorhídrico (HCl).

N NaOH = Normalidad exacta del hidróxido de sodio (NaOH), calculado en la estandarización de la solución de hidróxido de sodio (NaOH).

V alic. HCl = Volumen de la alícuota de la solución estándar de ácido clorhídrico (HCl) (ml).

Medición en muestras

- Pesar $1 \text{ g} \pm 1 \text{ mg}$ de la muestra de piedra caliza previamente preparada y colocar en fiola de 250 ml (Sí la muestra es cal viva o hidratada pesar 0,5 g).

- Adicionar 25 ml de ácido clorhídrico (HCl) 1N (V inicial HCl), cubrir la fio-
la con vidrio de reloj y llevar suavemente a ebullición por cinco minutos,
en plancha de calentamiento.
- Enfriar la mezcla a temperatura ambiente, agregar de dos a tres gotas
de la solución indicadora de fenolftaleína y titular con hidróxido de sodio
(NaOH) 0,5N p.a., hasta que ocurra el cambio del color de incoloro a
rosado tenue (V m NaOH).

Nota: para conocer el punto final de la titulación con el hidróxido de sodio (NaOH) 0,5N, se puede utilizar el pH metro. En este caso, el punto final de la titulación es cuando se alcance el valor de pH = 7; que equivale al pH de neutralización de la muestra (V m NaOH).

Cálculo del porcentaje de carbonato de calcio (CaCO₃) equivalente o valor de neutralización (VN)

$$\% \text{CaCO}_3 \text{equiv. (VN.)} = \frac{[(V \text{ inicial HCl} \times N \text{ HCl}) - (V \text{ m NaOH} \times N \text{ NaOH})] \times 5}{P_m}$$

Donde:

V inicial HCl = Volumen inicial de ácido clorhídrico (HCl) adicionado a la muestra = 25 ml.

N HCl = Normalidad exacta del HCl determinada en la estandarización de la solución de ácido clorhídrico (HCl).

V m NaOH = Volumen gastado en la titulación de la muestra (ml).

N NaOH = Normalidad exacta de NaOH determinada en la estandarización de la solución de hidróxido de sodio (NaOH).

P_m = Peso de la muestra en g.

5 = Factor de conversión de miliequivalente a equivalente gramo de carbonato de calcio (CaCO₃) (g).

Nota: sí se trabaja con soluciones estándares certificadas (Titrisol) de ácido clorhídrico (HCl) e hidróxido de sodio (NaOH), el cálculo de valor de neutralización (VN) se determina con las normalidades que traen estas soluciones. En este caso, no es necesario determinar la normalidad exacta de ninguna de ellas.

Forma expresión de los resultados

El valor de neutralización (VN) se expresa en porcentaje de carbonato de calcio (CaCO_3) equivalente, con dos cifras decimales.

Comentarios

- De acuerdo con la Comisión Venezolana de Normas COVENIN, se puede obtener el carbonato de calcio equivalente por suma de los contenidos de calcio y magnesio de la muestra, aunque se corre el riesgo de errores por defecto.
- Este resultado en porcentaje se utiliza como base para transformar las cantidades de carbonato de calcio (CaCO_3) por hectárea recomendadas, según el análisis del suelo, a cantidades de caliza agrícola.

Interpretación

De acuerdo con la Norma COVENIN 1805:1981, las calizas para uso agrícola deben contener como mínimo 80% de carbonato de calcio equivalente.

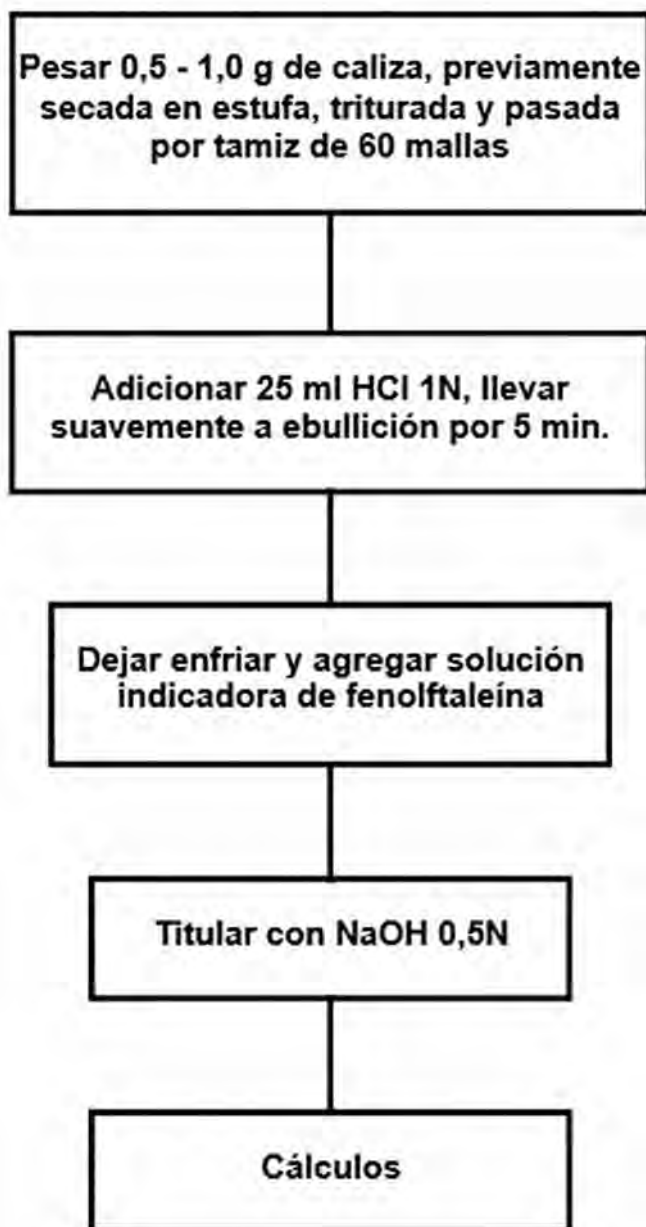


Diagrama de flujo de la determinación del valor de neutralización (VN) de la caliza.

Determinación de calcio por extracción con ácido clorhídrico

Principio

El método determina la cantidad de calcio (Ca) total presente en el material calcáreo, extraído con ácido clorhídrico (HCl) 1:1. Representa el contenido de compuestos cálcicos que contiene la caliza, que pueden ser neutralizados por ácidos.

Equipos y materiales

- Balanzas sensibles a 0,1 mg y 0,01 g.
- Espectrofotómetro de absorción atómica.
- Papel filtro N° 1 o equivalente.
- Beaker de 200 y 250 ml.
- Pipetas volumétricas de 1, 2, 5 y 10 ml.
- Balones aforados de 50, 100, 250 y 1.000 ml.
- Bureta automática de 25 - 50 ml, con apreciación 0,05.
- Erlenmeyer o fiola de 125 ml.

Reactivos

Solución extractora de ácido clorhídrico (HCl) 1:1: diluir a la mitad un volumen de ácido clorhídrico (HCl) concentrado (pureza: 37% y $\rho = 1,19$ g/ml) con agua desionizada.

Solución EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$): pesar 4,00 g de $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$, disolver en 400 ml de agua bidestilada o desionizada y enrasar a un litro. Esta solución se debe almacenar en recipiente de polietileno.

Solución estándar de carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N: se presentan dos alternativas de preparación de la solución:

- Soluciones certificadas (Titríssoles) de carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N.
- Pesar 0,1 g de carbonato de calcio (CaCO_3) p.a. (previamente secado por dos horas a 100 °C en estufa y enfriado en desecador), colocar en vaso de precipitado de 100 ml, agregar 5-10 ml de ácido clorhídrico (HCl) 1:1, tapar con vidrio de reloj mientras se disuelve, luego lavar las gotas de vapor adheridas al vidrio con agua destilada, trasvasar cuantitativamente toda la solución a balón volumétrico de un litro y enrasar con agua destilada.

Solución estándar de calcio (Ca) de 1.000 ppm (mg/l): pesar 2,5 g de carbonato de calcio (CaCO_3) p.a. (previamente secado a 100°C en estufa, por dos horas, y enfriado en desecador), colocar en vaso de precipitado de 100 ml y agregar 5-10 ml de ácido clorhídrico (HCl) (1:1), tapar con vidrio de reloj mientras se disuelve, luego lavar las gotas de vapor adheridas al vidrio con agua destilada, trasvasar cuantitativamente toda la solución a balón volumétrico de un litro y enrasar con agua destilada.

Solución estándar de calcio (Ca) de 100 ppm (mg/l): pipetear 10 ml de la solución estándar de calcio (Ca) de 1.000 ppm y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Solución de lantano a 1%: pesar 11,72 g de óxido de lantano (La_2O_3) 99% de pureza, adicionar 100 ml de agua destilada aproximadamente, agregar lentamente ácido clorhídrico (HCl) concentrado (5 a 20 ml) hasta disolver y enrasar a un litro con agua destilada.

Solución de lantano a 0,5%: en cilindro medir 500 ml de la solución de lantano a 1%, llevar a balón aforado de 1.000 ml y enrasar con agua destilada.

Indicador murexida a 0,5% p/v: pesar 0,25 g de murexida, disolver en 25 ml de agua bidestilada o desionizada; transferir a balón volumétrico de 50 ml y enrasar con alcohol etílico a 98%.

Solución de rojo de metilo 0,1% p/v: pesar 0,5 g de rojo de metilo, disolver en 250 ml de etanol 95% y enrasar a 500 ml en balón volumétrico. Esta solución se debe almacenar en frasco ámbar.

Solución de hidróxido de sodio (NaOH) a 10% p/v: pesar 10 g de hidróxido de sodio (NaOH) p.a. y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Solución de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) a 5% p/v: pesar 5,0 g de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Solución de trietanolamina ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$) a 50% p/v: pesar 50 g de trietanolamina comercial ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$) y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Procedimiento

Preparación del extracto

- Pesar $0,5 \text{ g} \pm 1 \text{ mg}$ de piedra caliza previamente homogeneizada (Preparación de la muestra) y transferir a beaker de 200 ml.
- Adicionar una mínima cantidad de agua destilada y gota a gota 5 ml de ácido clorhídrico (HCl) concentrado, disolver mezclando suavemente, detener el goteo del ácido si se disuelve antes. Continuar la agitación hasta que desaparezca la efervescencia.
- Cuando la muestra se haya disuelto por completo, filtrar con papel filtro y transferir cuantitativamente a un balón aforado de 250 ml. Lavar el beaker y el filtro utilizando pequeñas porciones de agua desionizada, llevar a enrase.

Determinación por absorción atómica

Curva de calibración para calcio (Ca)

Colocar las condiciones indicadas en el manual para leer calcio (Ca) en el equipo de absorción atómica. Leer los patrones de 1,0; 3,0; y 5,0 ppm de calcio (Ca) preparados en balones de 100 ml y enrasados con agua destilada, después de adicionar los reactivos siguientes:

En balones de 100 ml

Alícuota del estándar de calcio (Ca) de 100 ppm (mg/l) (ml)	Solución de lantano a 0,5% (ml)	Concentración final de calcio (Ca) en solución (mg/l)
0	5	0
1	5	1
3	5	3
5	5	5

Las concentraciones de los puntos de la curva de calibración son solo indicativas, pues se prepararán en función de las especificaciones de cada uno de los equipos de absorción atómica disponibles en cada laboratorio.

Medición en muestras

- Del extracto de caliza, pipetear 1 ml a balón aforado de 100 ml.
- Adicionar 10 ml de lantano a 0,5% y enrasar a 100 ml con agua destilada.
- Leer directamente en el Espectrofotómetro de absorción atómica, previamente calibrado para calcio (Ca).

Nota: sí las lecturas en el extracto de caliza están fuera del punto máximo de la curva de calibración, se debe repetir el procedimiento, adicionando lantano a 0,5% y diluyendo el extracto con agua destilada y proceder a leer nuevamente. Considerar este factor de dilución para el cálculo final de calcio (Ca) en la muestra.

Cálculos

$$\%Ca \text{ en muestra} = \frac{L \text{ Equipo} \times V_f \text{ extr.} \times FD}{P_m \times 10.000}$$

Donde:

L Equipo = Lectura realizada en el extracto diluido.

Vf extr. = Volumen final del extracto = 250 ml.

FD = Factor de dilución del extracto diluido = 100.

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

10.000 = Factor de conversión de unidades de milígramo/kilogramo a porcentaje.

Determinación por Titulación

Valoración de la solución EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$):

- Pipetear a fiola de 125 ml por triplicado, 5 ml de la solución estándar de carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N.
- Agregar: 2 ml de la solución de hidróxido de sodio (NaOH) a 10% para llevar a pH 12; 5 gotas de la solución de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) a 5%; 5 gotas de la solución de trietanolamina ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$) a 50%; 2 o 3 gotas de la solución indicadora de murexida a 0,5% y 50 ml de agua desionizada, aproximadamente.
- Titular con la solución valorada de EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$) hasta el cambio del color de morado a rosa pálido. Determinar la normalidad del EDTA, usando la formula siguiente:

$$N \text{ EDTA} = \frac{V \text{ CaCO}_3 \times N \text{ CaCO}_3}{V \text{ EDTA}}$$

Donde:

V CaCO_3 = Alícuota (ml) de la solución estándar de carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N.

N CaCO_3 = Normalidad de la solución estándar de carbonato de calcio (CaCO_3) (meq/l)

V EDTA = Volumen (ml) de la solución de EDTA, gastados en la titulación.

Medición en muestras

- Pipetear 2 ml del extracto de caliza a fiola de 125 ml, adicionar 20 ml de agua desionizada.
- Agregar 2 ml de la solución de hidróxido de sodio (NaOH) a 10% para llevar a pH 12, 5 gotas de la solución de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) a 5%, 5 gotas de la solución de trietanolamina ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$) a 50% y 2 o 3 gotas de la solución indicadora de murexida a 0,5%. Titular con la solución valorada de EDTA 0,02N hasta el cambio del color de morado a rosa pálido (V EDTA x Ca). Esta valoración corresponde a la cantidad de calcio (Ca).

Nota: si con el uso de 20 a 30 ml de EDTA 0,02N no se logra el viraje del indicador, se debe proceder a realizar una dilución del extracto de caliza, repitiendo el procedimiento en forma similar. Para los cálculos, tomar en consideración ese nuevo factor de dilución.

Cálculos

$$\% \text{Ca en muestra} = (\text{V EDTA x Ca}) \times \text{N EDTA} \times \text{PECa} \times \frac{\text{Vf extr.}}{\text{V extr.} \times \text{Pm} \times 10}$$

Donde:

V EDTA x Ca = Volumen gastado de EDTA en la titulación del calcio (Ca)
(ml)

N EDTA = Normalidad del EDTA (meq/l) (Por titulación).

PECa = Peso equivalente del calcio (Ca): 20,08 mg.

Vf extr.= Volumen final del extracto: 250 ml.

V extr. = Alícuota del extracto: 2 ml.

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

10 = Factor de conversión de unidades a porcentaje en gramo.

Comentarios

Esta determinación da un índice de la fuerza del material calcáreo, lo cual es muy importante cuando éste se aplica como fuente de calcio.

Determinación de magnesio por extracción con ácido clorhídrico

Principio

El método determina la cantidad de magnesio (Mg) total presente en el material calcáreo, extraído con ácido clorhídrico (HCl) 1:1. Representa el contenido de compuestos magnésicos que contiene la caliza y que pueden ser neutralizados por ácidos.

Equipos y materiales

- Balanzas sensibles a 0,1 mg y 0,01 g.
- Espectrofotómetro de absorción atómica.
- Papel filtro N° 1 o equivalente.
- Beaker de 200 y 250 ml.
- Pipetas volumétricas de 1, 2, 5 y 10 ml.
- Balones aforados de 50, 100, 250 y 1.000 ml.
- Bureta automática de 25 - 50 ml, con apreciación 0,05.
- Erlenmeyer o fiola de 125 ml.

Reactivos

Solución extractora de ácido clorhídrico (HCl) 1:1: diluir un volumen de ácido clorhídrico (HCl) concentrado (pureza de 37% y $\rho = 1,19$ g/ml) a la mitad con agua desionizada.

Solución EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$): pesar 4 g de $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$, disolver en 400 ml de agua bidestilada o desionizada y enrasar a un litro. Esta solución se debe almacenar en recipiente de polietileno.

Solución estándar de magnesio (Mg) de 1.000 ppm (mg/l): Se presentan dos alternativas de preparación de la solución:

- Soluciones certificadas (Titrisoles) de 1.000 ppm de magnesio (Mg).
- Pesar 1 g de magnesio (Mg) en cinta no oxidada en su superficie, en caso contrario lijarla hasta eliminar el óxido, y disolver en un beaker de 250 ml, con la menor cantidad posible de ácido clorhídrico (HCl) 1:1, transferir a balón volumétrico de un litro y enrasar con agua destilada.

Solución estándar de magnesio (Mg) de 100 ppm (mg/l): pipetear 10 ml de la solución estándar de magnesio (Mg) de 1.000 ppm y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Solución de estándar magnesio (Mg) de 10 ppm (mg/l): Pipetear 10 ml de la solución estándar de magnesio (Mg) de 100 ppm y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Solución de lantano a 1%: pesar 11,72 g de óxido de lantano (La_2O_3) 99% de pureza, adicionar 100 ml de agua destilada aproximadamente y agregar lentamente el ácido clorhídrico (HCl) concentrado (5 a 20 ml) hasta disolver, enrasar a un litro con agua destilada.

Solución de lantano a 0,5%: medir en cilindro 500 ml de la solución de lantano a 1% y llevar a balón aforado de 1.000 ml, enrasar con agua destilada.

Indicador murexida a 0,5% p/v: pesar 0,25 g de murexida, disolver en 25 ml de agua bidestilada o desionizada; transferir a balón volumétrico de 50 ml y enrasar con alcohol etílico a 98 %.

Solución de rojo de metilo 0,1% p/v: pesar 0,5 g de rojo de metilo, disolver en 250 ml de etanol 95% y enrasar a 500 ml en balón aforado. Almacenar en frasco ámbar.

Solución indicadora negro de eriocromo - rojo de metilo (NET-RM): pesar 0,5 g de negro de eriocromo T y 4,5 g de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$), disolver en una mezcla de 60 ml de etanol y 40 ml de agua bidestilada o desionizada, agregar 83 ml de la solución etanólica de rojo de metilo 0,1%.

Solución de hidróxido de sodio (NaOH) a 10% p/v: pesar 10 g de hidróxido de sodio (NaOH) p.a. y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Solución buffer pH $10 \pm 0,2$: pesar 67,5 g de cloruro de amonio p.a. (NH_4Cl) y disolver en 200 ml de agua bidestilada o desionizada, agregar 570 ml de hidróxido de amonio concentrado (NH_4OH) p.a. y enrasar con agua bidestilada en balón aforado de 1.000 ml. Preparar bajo campana extractora.

Solución de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) a 5% p/v: pesar 5 g de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Solución de trietanolamina ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$) a 50% p/v: pesar 50 g de trietanolamina comercial ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$) y enrasar a 100 ml con agua destilada.

Procedimiento

Preparación del extracto de caliza

- Pesar $0,5 \text{ g} \pm 1 \text{ mg}$ de piedra caliza previamente homogeneizada (Preparación de la muestra) y transferir a beaker de 200 ml.
- Agregar una mínima cantidad de agua destilada y gota a gota 5 ml de ácido clorhídrico (HCl) concentrado, disolver mezclando suavemente, y detener el goteo del ácido si se disuelve antes. Continuar la agitación hasta que desaparezca la efervescencia.
- Cuando la muestra se haya disuelto por completo, filtrar con papel filtro y transferir cuantitativamente a un balón aforado de 250 ml. Lavar el beaker y el filtro, utilizando pequeñas porciones de agua desionizada, llevar a enrase.

Por absorción atómica

Curva de calibración para magnesio (Mg)

Colocar las condiciones indicadas en el manual para leer magnesio (Mg) en el equipo de absorción atómica. Leer los patrones de 0,5; 1 y 2 ppm de magnesio (Mg) preparados en balones de 100 ml y enrasar con agua destilada, después de adicionar los reactivos siguientes:

En balones de 100 ml		
Alícuota del estándar de magnesio (Mg) de 10 ppm (mg/l) (ml)	Solución de lantano a 0,5% (ml)	Concentración final de magnesio (Mg) en solución (mg/l)
0	5	0
1	5	0,1
3	5	0,3
5	5	0,5

Las concentraciones de los puntos de la curva de calibración son sólo indicativas, pues se prepararán en función de las especificaciones de cada uno de los equipos de absorción atómica, disponibles en cada laboratorio.

Medición en muestras

- Pipetear 1 ml del extracto de caliza en balón aforado de 100 ml, agregar 10 ml de lantano a 0,5% y enrasar a 100 ml con agua destilada.
- Leer directamente en el Espectrofotómetro de absorción atómica, previamente calibrado para magnesio.

Nota: sí las lecturas en el extracto de caliza están fuera del punto máximo de la curva de calibración, se debe repetir el procedimiento, adicionando lantano a 0,5% y diluyendo el extracto con agua destilada, y proceder a leer nuevamente. Considerar este factor de dilución para el cálculo final de magnesio (Mg) en la muestra.

Cálculos

$$\% \text{Mg en muestra} = \frac{\text{L Equipo} \times \text{Vf extr.} \times \text{FD}}{\text{Pm} \times 10.000}$$

Donde:

L Equipo = Lectura realizada en el extracto diluido (medición en muestras).

Vf extr. = Volumen final del extracto = 250 ml.

FD = Factor de dilución obtenido en el extracto diluido (por absorción atómica) = 100.

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

10.000 = Factor de conversión de unidades de milígramo/kilogramo a porcentaje.

Por titulación

Valoración de la solución EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$):

- Pipetear 5 ml de la solución estándar de carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N por triplicado a fiola 125 ml.
- Agregar 2 ml de la solución de hidróxido de sodio (NaOH) a 10% para llevar a pH 12; 5 gotas de la solución de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) a 5%; 5 gotas de la solución de trietanolamina ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$) a 50%; 2 o 3 gotas de la solución indicadora de murexida a 0,5% y 50 ml de agua desionizada, aproximadamente.
- Titular con la solución valorada de EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$) hasta el cambio del color de morado a rosa pálido. Determinar la normalidad del EDTA, usando la formula siguiente:

$$N \text{ EDTA} = \frac{V \text{ CaCO}_3 \times N \text{ CaCO}_3}{V \text{ EDTA}}$$

Donde:

$V \text{ CaCO}_3$ = Alícuota (ml) de la solución estándar de carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N.

$N \text{ CaCO}_3$ = Normalidad de la solución estándar de carbonato de calcio (CaCO_3) (meq/l).

$V \text{ EDTA}$ = Volumen (ml) de la solución de EDTA 0,02N, gastados en la titulación.

Medición en muestras

- Pipetear 2 ml del extracto de caliza a fiola de 125 ml y agregar 20 ml de agua desionizada.

- Añadir 2 ml de hidróxido de sodio (NaOH) a 10% para llevar a pH 12, 5 gotas de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) a 5%, 5 gotas de solución trietanolamina ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$) a 50% y 2 o 3 gotas de la solución indicadora de murexida a 0,5%. Titular con la solución valorada de EDTA 0,02N (Etilendiamintetraacético sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{-EDTA}$) hasta el cambio del color de morado a rosa pálido ($V \text{ EDTA} \times \text{Ca}$). Esta valoración corresponde a la cantidad de calcio (Ca).
- Pipetear 2 ml del extracto de caliza a fiola de 125 ml y agregar 20 ml de agua destilada.
- Añadir 5 ml de solución buffer para llevar a pH 10 y agregar 5 gotas del indicador negro de eriocromo - rojo de metilo (NET-RM). Titular con EDTA 0,02N hasta el cambio del color de vino tinto a verde. Este volumen gastado corresponde a la cantidad de calcio (Ca) más magnesio (Mg) ($V \text{ EDTA} \times \text{Ca} + \text{Mg}$).

Nota: si con el uso de 20 a 30 ml de EDTA 0,02N no se logra el viraje del indicador, se debe proceder a realizar una dilución del extracto de caliza, repitiendo el procedimiento en forma similar. Para los cálculos, tomar en consideración ese nuevo factor de dilución.

Cálculos

$$\% \text{Ca en muestra} = (V \text{ EDTA} \times \text{Ca}) \times N \text{ EDTA} \times \text{PECa} \times \frac{V_f \text{ extr.}}{V \text{ extr.} \times P_m \times 10}$$

$$\% \text{Mg en muestra} = (V \text{ EDTA} \times \text{Ca} + \text{Mg}) - (V \text{ EDTA} \times \text{Ca}) \times N \text{ EDTA} \times \text{PEMg} \times \frac{V_f \text{ extr.}}{V \text{ extr.} \times P_m \times 10}$$

Donde:

$V \text{ EDTA} \times \text{Ca}$ = Volumen gastado de EDTA en la titulación del calcio (Ca) (ml).

$N \text{ EDTA}$ = Normalidad del EDTA valorada con carbonato de calcio (CaCO_3) 0,02N (meq/l) (Por titulación)

PECa = Peso equivalente del calcio (Ca): 20,08 mg.

$V \text{ EDTA} \times \text{Ca} + \text{Mg}$ = Volumen gastado de EDTA en la titulación de calcio (Ca) más magnesio (Mg) ($\text{Ca} + \text{Mg}$) (ml).

PEMg = Peso equivalente del magnesio (Mg): 12,06 mg/meq.

Vf extr. = Volumen final del extracto: 250 ml.

V extr. = Alícuota del extracto (medición en muestras por titulación): 2 ml.

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

10 = Factor de conversión de unidades a porcentaje en gramo.

Forma expresión de los resultados

Los contenidos de magnesio (Mg) se expresan como porcentajes, con dos cifras decimales.

Comentarios

Las calizas dolomíticas se deben dejar, por lo menos, 24 horas en contacto con el ácido, debido a que la reacción es más lenta que en las calizas calcínicas.

Dado que en las determinaciones de calcio (Ca) y magnesio (Mg) por titulación con EDTA se requieren pH básicos, se recomienda disolver la muestra de caliza en la menor cantidad posible de ácido clorhídrico (HCl) 1:1, de manera que, para alcanzar el pH requerido, la cantidad de neutralizante sea pequeña.

Esta determinación da un índice de la fuerza del material calcáreo, lo cual es muy importante cuando éste se aplica como fuente de magnesio.

Interpretación

De acuerdo con la Norma COVENIN 113:1998, las calizas dolomíticas para uso agrícola deben contener aproximadamente 53% de carbonato de calcio (CaCO_3) y 25% de carbonato de magnesio (MgCO_3).

De acuerdo con la Norma COVENIN 113:1998, la caliza calcínica está formada principalmente por carbonato de calcio (CaCO_3), con un contenido mínimo de 37,8% de calcio (Ca). La cal apagada con 46% de calcio (Ca) y la cal viva con 60% mínimo de calcio (Ca), mientras que la caliza dolomítica posee un contenido aproximado de 53% de carbonato de calcio (CaCO_3) y 25% de carbonato de magnesio (MgCO_3).

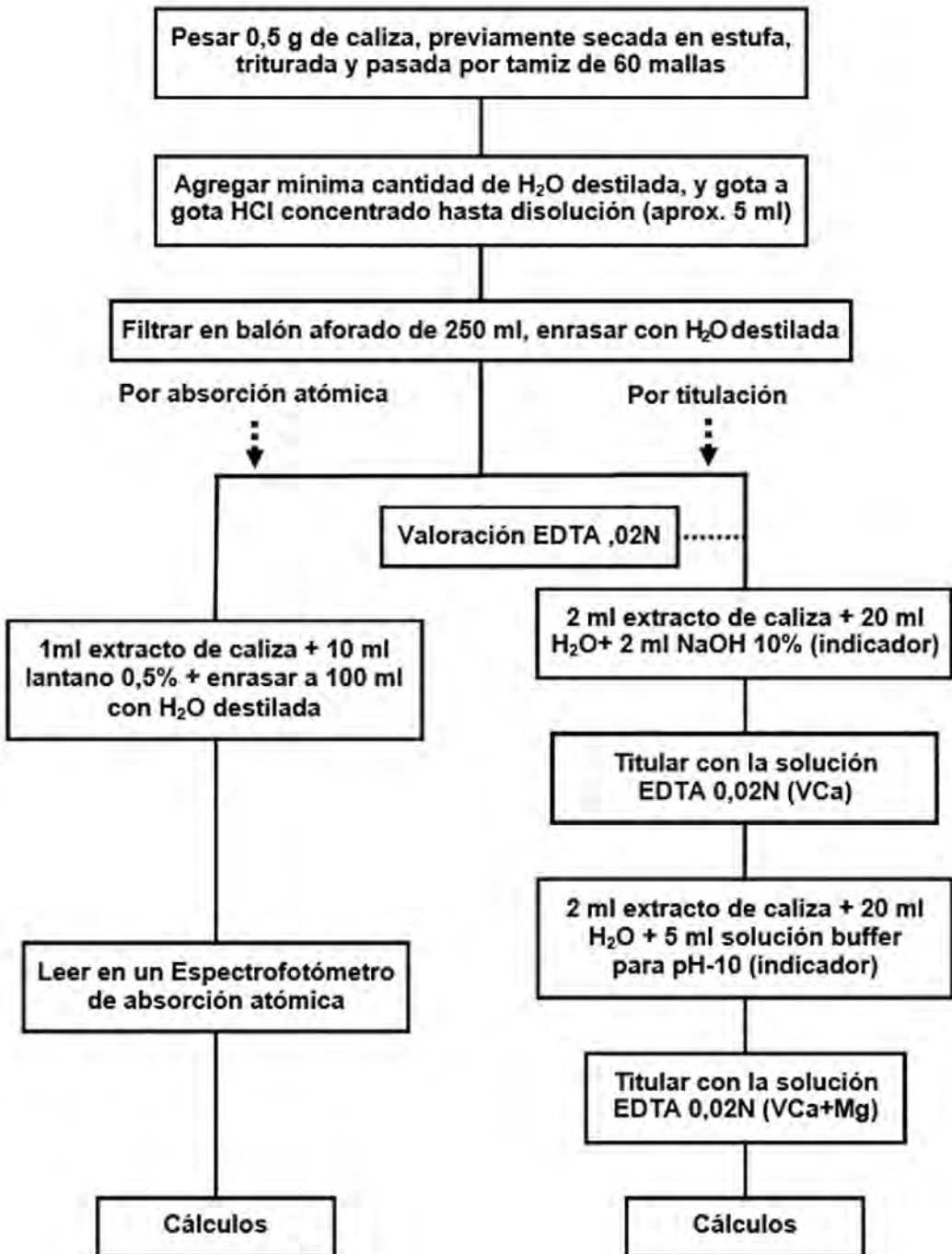


Diagrama de flujo de la determinación de calcio (Ca) y magnesio (Mg) en calizas agrícolas.

Análisis granulométrico de la caliza agrícola

Definición

Representa la composición de la muestra de caliza agrícola, en cuanto a la proporción de partículas de diferentes tamaños, cuyo conocimiento es factor importante por la influencia que tiene la finura del material en su reactividad con el suelo.

Principio

Se basa en la determinación del tamaño de partícula, por medio del tamizado de la muestra del material, a través de cedazos de diferentes tamaños (mallas), con el fin de separar las partículas retenidas en cada tamiz, las cuales representan las proporciones de cada una de esas fracciones relativas al peso total de la muestra.

Equipos y materiales

- Estufa.
- Balanza analítica, sensible a 0,1 g o más.
- Serie de tamices N° 20, 40, 60, 80 y 100, los cuales se corresponden con las aberturas nominales siguientes: 0,841; 0,420; 0,250; 0,177 y 0,149 mm, respectivamente.
- Tapa y fondo para tamices.
- Dispositivo para agitar por vibración los tamices.

Procedimiento

Preparación de la muestra

Si se tiene acceso al lote total, el cual se desea analizar, se debe hacer un muestreo representativo de este, para ello se extraen muestras de ca-

pacidad aproximada de un kilogramo con tubo saca muestras. Las cantidades de sublotes, tomados al azar, se unen para realizar una reducción de la cantidad total muestreada, por el procedimiento de cuarteo, hasta obtener la cantidad requerida por el laboratorio. Para mayores detalles de este procedimiento, consultar las Normas COVENIN 103:1998, COVENIN 244:1998 y COVENIN 254:2006.

Medición en muestras

- Pesar entre 150 y 200 g del material original, secar en estufa a 110°C, durante 16 horas, y luego enfriar a temperatura ambiente.
- Pesar 100 g $\pm$ 0,01 g, de la muestra anterior, y colocar en el juego de tamices, que previamente se han ordenado en orden decreciente de abertura, con su fondo para tamices.
- Tapar y proceder a agitar los tamices, para facilitar el tamizado.
- Si el tamizado es a mano, el movimiento debe ser circular y se debe mantener hasta que la porción de la muestra, que pasa por el tamiz, sea menor de 0,1 g (Para 100 g de muestra, el tiempo de agitación es 10 minutos, aproximadamente).
- Cuando el tamizado se realiza por agitación mecánica, tanto el tiempo de tamizado como el número de vibraciones por minuto debe ser el menor posible, considerando como condiciones adecuadas aquellas donde se obtengan resultados reproducibles en un mínimo de tres pruebas. Experimentalmente se ha establecido un minuto, ya que las vibraciones son estándar.
- Pesar por separado las porciones de muestra retenida en cada tamiz y en el fondo para tamices.

Cálculos

$$\% \text{ de material retenido/tamiz} = \frac{MX}{M} \times 100$$

Donde:

MX = Peso de la porción de muestra retenida en cada tamiz.

M = Peso de la muestra en gramos.

Observaciones

- El tiempo de tamizado o el número de vibraciones por minuto, pueden variar con el tipo de producto en estudio.
- Cuando se excede el tiempo de tamizado o el número de vibraciones por minuto, se puede conducir a la producción de partículas más finas y, por lo tanto, a errores en el resultado.

Forma expresión de los resultados

Los resultados se expresan como porcentaje en peso retenido en cada tamiz en mm, en enteros con dos cifras decimales.

Comentarios

Esta determinación ha sido utilizada para calcular la eficiencia global de las calizas, para ello se asigna una eficacia a los diferentes tamaños de partículas, basada en la reducción del área superficial que sufrirán 100 g del material de finura menor que 100 mallas (asignándole a este 100% de eficacia). Se asume que la reactividad del material es inversa al diámetro medio de su tamaño de partículas.

Cuando el muestreo del material lo realiza el interesado, en el informe de resultados analíticos, emitido por el laboratorio, se especificará que se corresponden a una muestra directamente tomada por el usuario.

Interpretación

De acuerdo con la Norma COVENIN 1805:1981, las calizas agrícolas utilizadas como enmiendas de suelos ácidos, en cuanto a su granulometría, deben reunir los requisitos siguientes: el producto debe pasar en su totalidad por un cedazo N° 20 (COVENIN 841 M) y en 50% por un cedazo N° 100 (COVENIN 149 M).



Diagrama de flujo de la determinación del tamaño de partículas de la caliza agrícola.

Manual de métodos y procedimientos de referencia

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES AGRÍCOLAS
RED DE LABORATORIOS DE SUELO
MANUAL DE MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS DE REFERENCIA

DETERMINACIÓN DEL VALOR DE NEUTRALIZACIÓN EN CALIZA AGRÍCOLA

FECHA:	ANALISTA: (NOMBRE/FIRMA)	PÁGINA: ____ DE ____
--------	--------------------------	----------------------

[illegible]

VALORACIÓN DE LA SOLUCIÓN NaOH			VALORACIÓN DE LA SOLUCIÓN HCl		
M $\text{KHC}_8\text{H}_6\text{O}_3$ (g)	V1 NaOH (ml)	Nx NaOH (meq/l)	Valic. HCl (ml)	V2 NaOH (ml)	Nx HCl (meq/l)

OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

FORMATO - DETERMINACIÓN DEL VALOR DE NEUTRALIZACIÓN EN CALIZA AGRÍCOLA

Formato - Determinación del valor de neutralización en caliza agrícola.

Determinación de calidad de calizas agrícolas

DETERMINACIÓN DE CALCIO Y MAGNESIO DE CALIZAS AGRICOLAS - HCl

[illegible]

OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

Formato - Determinación de calcio y magnesio de calizas agrícolas – HCl. Por absorción atómica.

FECHA:		ANALISTA: (NOMBRE/FIRMA)		PÁGINA: ____ DE ____
--------	--	--------------------------	--	----------------------

VALORACIÓN DE LA SOLUCIÓN EDTA			
Volumen EDTA (ml)	Normalidad EDTA (meq/l)	Volumen CaCO ₃ (ml)	Normalidad CaCO ₃ (meq/l)

OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

Formato - Determinación de calcio y magnesio de calizas agrícolas – HCl. Por titulación.

[illegible]

Bibliografía consultada

AOAC (Association of Official Agricultural Chemist). 1970. Official methods of analysis. Agricultural liming materials. 11 ed. Washington D.C., US, Board. 970 p.

Bermejo, SHA. 1971. El tamaño de partícula como medida de la eficiencia de los materiales encaladores agrícolas. Monagas, VE, Universidad de Oriente. Escuela de Ingeniería Agronómica. 13 p. (Multigrafiado).

COVENIN (Comisión Venezolana de Normas Industriales, VE). 1981. Enmiendas. Caliza agrícola. COVENIN 1805:1981. 6 p.

COVENIN (Comisión Venezolana de Normas Industriales, VE) 1998. Fertilizantes, enmiendas y acondicionadores de suelos. Definiciones (1^{era}. Revisión). COVENIN 113:1998. 6 p.

COVENIN (Comisión Venezolana de Normas Industriales, VE). 1998. Fertilizantes. Método de ensayo para la determinación del tamaño de partículas (1^{era}. Revisión). COVENIN 1033:1998. 5 p.

COVENIN (Comisión Venezolana de Normas Industriales, VE). 1998. Fertilizantes. Muestreo (2^{da}. Revisión). COVENIN 244:1998. 20 p.

COVENIN (Comisión Venezolana de Normas Industriales, VE). 2006. Tamices de ensayo (3^{era}. Revisión). COVENIN 254:2006. 9 p.

Faithfull, NT. 2002. The analysis of fertilizers: Liming materials. Cap. 6-6.4. In Methods in agricultural chemical analysis: a practical handbook. Aberystwyth, UK, University of Wales. Institute of Rural Studies. p. 121-123.

Gilabert de Brito, J; López de Rojas, I; Pérez de Roberti, R. 1990. Análisis de suelos para diagnóstico de fertilidad. Manual de métodos y procedimientos de referencia. Maracay, VE, Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias. Centro Nacional de Investigaciones Agropecuarias. 164 p. (Serie D No. 26).

Proceso de control de calidad interno

Antecedentes

La red de laboratorios de suelos y plantas del Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas de Venezuela, posee amplia experiencia en el proceso de control de calidad de los resultados analíticos que oferta al sector productivo y de apoyo a investigación, ya que a partir de 1970 se sistematizó la práctica de incluir una muestra control dentro de cada lote de once muestras de suelos analizadas, en el marco del Proyecto Internacional de Análisis de Suelos (ISTP) dirigido por especialistas de la Universidad de Carolina del Norte.

Así mismo, el Proyecto de Sistema de Gestión la Calidad en los Laboratorios (SGCL), enmarcado en el Programa de Tecnología Agropecuaria, dio un carácter de mayor rigor e integralidad al proceso de aseguramiento y control de la calidad de los resultados analíticos en la red de laboratorios de suelos para diagnóstico de fertilidad y recomendaciones de fertilización para cultivos prioritarios y pastizales introducidos. Evidentemente, la formación del talento humano que laboraba en esa red, así como la extensión del alcance en los aspectos de la dotación de equipos, la elaboración del manual de calidad y de los procedimientos e instructivos asociados al SGCL, como control de equipos, calibración, verificación y mantenimientos de equipos, manejo de ítems de ensayo y aseguramiento de calidad de los resultados, instrucciones técnicas analíticas y estimación de incertidumbre, entre otros, fueron sin duda los mayores aportes de este programa de apoyo a la investigación agrícola nacional, para los ocho laboratorios de suelos y plantas del INIA, existentes en el territorio nacional.

En el proceso de gestión la calidad en los laboratorios se identifican acciones relacionadas con el aseguramiento y control de calidad de los mismos, entre ellas se encuentran: la certificación de calidad de los reactivos, el control de inventarios y vigencia de reactivos en el almacén, así como de las soluciones preparadas, la certificación de calibración de equipos, particularmente de balanzas, y el procesamiento de la Muestra de Referencia Interna o Muestra Control para la aceptación o rechazo de lotes de muestras para una determinada variable analítica.

En este manual de referencia, el proceso de control de calidad interno, se circunscribe a la descripción del modo de preparación de la Muestra de Referencia Interna y a la determinación de los parámetros estadísticos, los cuales avalan las características de homogeneidad de esa muestra y, por consiguiente, se ilustra acerca del modo para generar los gráficos de control analítico para cada una de las variables que definen la fertilidad actual de los suelos. Con el fin de facilitar la comprensión de los diversos métodos estadísticos utilizados, se incluye un ejercicio de aplicación experimental con el uso de una muestra control aplicado a la variación del pH del suelo.

Objetivo

Producir un material de referencia de suelo con fines de fertilidad, homogéneo en sus características físicas (pH, conductancia eléctrica (CE), arcilla y arena) y químicas (fósforo (P), potasio (K), calcio (Ca), magnesio (Mg) y carbono orgánico), el cual sirva de muestra control en el proceso de calidad analítica.

Concepto

El proceso de control de calidad interno de un laboratorio, es la consecución de una serie de actividades relacionadas al aseguramiento de la calidad de los resultados analíticos, que garantizan su competencia técnica al emitir resultados analíticos confiables.

Principio

El proceso de control de calidad interno normalmente se realiza con el uso de: materiales de referencia certificados (MRC); participando en programas de inter-comparaciones; o con muestras de referencia interna (MRI), con ello se garantiza la precisión y exactitud de los valores obtenidos.

En el caso, de los materiales de referencia certificados (MRC), los valores de los parámetros de interés son conocidos previamente en cada serie de análisis, en cuyo caso, los costos suelen ser muy elevados, ya que su valor de certificación depende del tipo de matriz de cada suelo.

La participación en programas de intercambio, permite la evaluación del desempeño analítico de cada laboratorio, convirtiéndose en una línea de control obligatorio para la acreditación del mismo.

En el uso de una muestra de referencia interna (MRI), también llamada muestra control, incluida normalmente en cada serie de análisis, cuyo patrón de comportamiento, durante un cierto período de tiempo, juega un papel determinante en los criterios de aceptación de calidad analítica del resultado.

Este instructivo describe el uso de la muestra de referencia interna (MRI), como una herramienta ampliamente reconocida y aceptada para evaluar y alcanzar la precisión de los resultados en muestras de suelos, en cada una de las determinaciones analíticas llevadas a cabo por un laboratorio.

Uso de muestra de referencia interna (MRI)

Consideraciones generales de la muestra de referencia interna (MRI)

- Se debe seleccionar un sitio de muestreo representativo del tipo de muestra que mayormente procesa el laboratorio. En este sentido, se pueden preparar dos muestras controles internas si los rangos de algunas variables son muy diferentes, como por ejemplo pH o textura.
- Con la muestra de referencia interna (MRI) se efectúan inferencias válidas a partir de resultados de mediciones. La cantidad de muestras a

preparar, dependerá de las capacidades de servicio analítico de cada laboratorio, considerando que se debe introducir en la secuencia analítica de cada 10 - 20 muestras, para mantener el control estadístico interno con los principios de calidad y que sea suficiente para un lapso determinado de tiempo. Esto significa que se ha identificado previamente un principio de medición y que en la práctica se utiliza un procedimiento que asegure la reproducibilidad de los resultados.

- Una muestra de referencia interna (MRI) es definida, de acuerdo con “The International Standard Organization (ISO)”, como un material o sustancia con una o más propiedades, que han sido bien establecidas, para ser usados para la calibración de un aparato, ensayo y asignar valores a materiales similares. Los requisitos imprescindibles que debe cumplir el material de referencia interno son: homogeneidad, estabilidad, exactitud y trazabilidad.
- El criterio de homogeneidad, es calculado de acuerdo con lo establecido en protocolo de homogenización del ISO-REMCO N280 (2006). La similitud o representatividad de la matriz de la muestra es importante, ya que influye en la homogeneidad del material, la cual se considera alcanzada si las diferencias obtenidas entre muestras (submuestras) de un tamaño determinado, son despreciables, en relación con la precisión de los métodos empleados en el análisis. Se establece que la variación total en los resultados es causados por la contribución de análisis (S_{an}) y de la heterogeneidad del material (S_{am}). Con un análisis de variancia de una cola (ANOVA) se puede estimar estas variaciones y, por ende, la homogeneidad de la muestra.
- En cuanto a la estabilidad, se precisa que la muestra preparada sea estable en el tiempo y al ser transportada. La prueba de estabilidad se realiza mediante el análisis del material, dos o tres veces en un año o más tiempo, en muestras que han sido expuestas a condiciones adversas a las recomendadas para su conservación y se comparan con las mantenidas en condiciones adecuadas.
- En el contexto presentado y dado a las características intrínsecas del material, es más importante la precisión del método de ensayo, que la exactitud.

Materiales y métodos

- Bandejas con rejilla para el secado de las muestras.
- Estufas de aire circulante (ventilación forzada).
- Estante de madera o metálicos.
- Mortero o mazo de porcelana.
- Tamiz N° 10 o 2 mm de diámetro.
- Manta 2,5 x 2,5 m² de polietileno.
- Bandejas para portar recipientes.
- Carritos transportadores.
- Balanzas.
- Sacos de 40 a 50 kg de capacidad.
- Bolsas plásticas de 2 kg.

Procedimiento

Muestreo, preparación y conservación de la muestra de referencia interna (MRI)

- En el plan de muestreo, para crear la muestra de referencia interna (MRI) de suelo, no es necesario realizar el muestreo buscando representatividad de una población en particular, sólo es de interés la matriz y, por lo tanto, la muestra se puede tomar en área pequeña, cuyo tamaño estará en función de la cantidad de muestra que se requiere para cubrir el análisis, al menos por un año, y usarla en la cadena analítica de cada 20 a 40 muestras.
- Seleccionar en el campo un lugar donde no se observen irregularidades de pendiente y diferencias de drenaje superficial, y delimitar un área entre 6 y 10 m². Se procede a limpiar los residuos vegetales del área seleccionada. Con una pala se toma la porción de suelo, desde la superficie a 15 cm, en forma de zigzag, hasta completar entre 40 a 50 kg de suelo, aproximadamente.
- La muestra de suelo se transporta en sacos limpios hasta el área de preparación de muestras o lugar protegido de la lluvia y el sol, donde

se extiende sobre una manta de polietileno, de forma que el espesor del material no sea mayor de 15 mm para secado al aire. El tiempo de exposición a la temperatura ambiente puede ser entre 48 y 72 horas.

- Se extraen las partículas vegetales y piedras y se disgregan los terrones presentes en el suelo en forma manual, o haciendo presión con un mazo de madera o porcelana sobre la misma manta.
- Una vez completadas las fases de secado y trituración del suelo, se pasa el material por un tamiz N° 10 de 2 mm. El suelo cernido se recibe sobre una manta de polietileno limpia y las porciones retenidas en el tamiz se descartan.
- La homogeneización de la muestra traída del campo, consiste en extender el suelo sobre una manta de polietileno de 2,5 x 2,5 m². A cada punta de la manta se une a una cuerda, hasta hacer coincidir cada punta con su opuesta, de forma de asegurar que la muestra se mueva al centro. Posteriormente, se vuelve a extender la manta, esta operación se repite de 15 a 20 veces. A final, se extiende el suelo uniformemente en la manta y se divide en cuatro porciones iguales, combinar dos de las cuatro porciones diagonales y descartar las otras dos. La muestra resultante se envasa en bolsa de polietileno de 2 kg. Las bolsas se empaquetan como cilindros macizos y se cierran lo más herméticamente posible. Estas se almacenan en forma horizontal, en lugar seco y donde no haya vibración.

Homogeneidad de la muestra de referencia interna (MRI)

- Se procede luego al ensayo de homogeneidad, para ello se trabaja con los indicadores o variables de suelo más móviles o estratificados, como el fósforo (P), potasio (K) o la complejidad de la determinación, para ello se seleccionan, en la medida de lo posible, aquellas metodologías que minimicen la carga analítica del laboratorio (rápida y sencilla); así como los costos en la elaboración de la muestra control. El ensayo de homogeneidad consta esencialmente de: la prueba estadística de Cochran y el análisis de varianza simple.
- Se escogen 10 submuestras de la muestra de referencia interna (MRI). De cada una de ella, se toman dos porciones para un total de 20. A cada porción se le determina el contenido del analito seleccionado,

por el método respectivo. Estos análisis se realizan el mismo día y bajo las mismas condiciones. A los resultados obtenidos se le aplica la prueba estadística de Cochran (Q) para detectar valores extremos (Fondonorma, 2002).

- Comparar el valor de $Q_{\text{calculado}}$ con el estadístico Cochran (Q), mediante la tabla siguiente:

Tabla. Valores críticos para la prueba de Cochran.

N° submuestras (m)	Estadístico de Cochran (Q)	
	95%	99%
3	0,967	0,993
4	0,906	0,968
5	0,841	0,928
6	0,781	0,883
7	0,727	0,838
8	0,680	0,794
9	0,638	0,754
10	0,602	0,718
11	0,570	0,684
12	0,541	0,653
13	0,515	0,624
14	0,492	0,599
15	0,471	0,575
16	0,452	0,553
17	0,434	0,532
18	0,418	0,514
19	0,403	0,496
20	0,389	0,480

- Determinar los valores de las medias según:

$$\bar{C}_i = \frac{\sum_{j=1}^2 C_{ij}}{2}$$

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^{10} \bar{C}_i}{10}$$

Donde:

j : se refiere a la porción; n = número de porciones = 2.

i : se refiere a la submuestra; h = número de submuestras ($h=10$ si se toma el mínimo).

$\bar{C}_i$: es el valor/concentración media del parámetro/analito para cada submuestras.

C_j : es el valor/concentración del parámetro/analito en cada porción de cada submuestra.

$\bar{C}$: es la media general para todas las submuestras.

- Calcular el análisis de varianza simple, mediante el cálculo de las diferencias cuadráticas medias (DCM_B y DCM_W), utilizando las ecuaciones que se muestran a continuación:

Análisis de varianza simple			
Origen de varianza	Grados de libertad	Sumas de diferencias cuadráticas	Diferencias cuadráticas medias
Entre grupos (B)	$\nu_1 = h-1$ $\nu_1 = 10-1=9$	$SDC_B = \sum_{i=1}^{10} 2(\bar{C}_i - \bar{C})^2$	$DCM_B = \frac{SDC_B}{9}$
Dentro de grupos (W)	$\nu_2 = h(n-1)$ $\nu_2 = 10(2-1)=10$	$SDC_W = \sum_{i=1}^{10} \sum_{j=1}^2 (C_{ij} - \bar{C}_i)^2$	$DCM_W = \frac{SDC_W}{10}$

La varianza del análisis s_{an}^2 es la diferencia cuadrática de la varianza dentro del grupo, DCM_W .

- Calcular la varianza de muestreo, S_{sam} o también conocida como S_L , con:

$$S_{sam}^2 = \frac{DCM_B - DCM_W}{2}$$

- Calcular la varianza de muestreo permitida S_{all}^2 con:

$$S_{all}^2 = (0,3 \sigma_{repro})$$

Donde:

σ_{repro} : desviación estándar de la reproducibilidad del método de ensayo para el cual será utilizado el material como muestra control en el proceso interno de aseguramiento de la calidad de los resultados.

Nota: en el caso donde se desconoce la reproducibilidad del método propia del laboratorio, esta reproducibilidad deberá ser sustituida por la reproducibilidad establecida en una serie de repeticiones obtenidas en el tiempo de una misma muestra, o la reproducibilidad declarada en un método estándar internacionalmente reconocido y con reproducibilidad declarada en su contenido.

Tomar los valores de F_1 y F_2 de la tabla que se muestra a continuación:

Tabla. Valores de distribución de Fisher (F).

m	F_1	F_2
7	2,10	1,43
8	2,01	1,25
9	1,94	1,11
10	1,88	1,01
11	1,83	0,93
12	1,79	0,86
13	1,75	0,80
14	1,72	0,75
15	1,69	0,71
16	1,67	0,68
17	1,64	0,64
18	1,62	0,62
19	1,60	0,59
20	1,59	0,57

m es el número de muestras que han sido medidas por duplicado.

Con estos valores de F_1 y F_2 obtenidos, se calcula el valor crítico de la prueba estadística, para detectar una significativa falta de homogeneidad como:

$$c = F_1 S_{all}^2 + F_2 S_{an}^2$$

Y determine el resultado de dicha prueba, bajo los criterios mencionados a continuación:

Si $S_{sam}^2 > c$ la muestra no presenta la suficiente homogeneidad, para ser utilizada como muestra control, para el proceso interno de aseguramiento de la calidad de los resultados, validación o ejercicio interlaboratorio para el cual fueron realizados estos cálculos.

Si $S_{sam}^2 < c$ la muestra presenta la suficiente homogeneidad para ser utilizada como muestra control para el proceso interno de aseguramiento de la calidad de los resultados, validación o ejercicio interlaboratorio para el cual fueron realizados estos cálculos.

Uso de gráficos de control: Límites de control inferior (LCI) y control superior (LCS)

- Sí la muestra presenta suficiente homogeneidad, se realiza la caracterización de los analitos de interés.
- Se analiza por triplicado, por 10 días, hasta obtener 30 valores como mínimo, para las variables: pH, conductancia eléctrica (CE), fósforo (P), potasio (K), calcio (Ca), magnesio (Mg), carbono orgánico (CO), arcilla y arena. Realizar el test de Kolmogorov-Smirnov para considerar la suficiencia de normalidad de los datos obtenidos, de cada variable (Steel y Torrie, 1980). Una vez establecida esta prueba, se debe obtener el valor medio y desviación de cada uno de ellos.
- Se realiza el gráfico control, tomando como valor central (VC), el promedio de 30 o más observaciones. Los límites de control asumidos toman dos o tres desviaciones (2σ o 3σ) estándares, por encima y por debajo del valor central (VC), con niveles de confianza de 95 y 99%, respectivamente.

$$LSV = VC + 2\sigma \quad y \quad LIV = VC - 2\sigma \text{ (Límite de advertencia)}$$

$$LSV = VC + 3\sigma \quad y \quad LIV = VC - 3\sigma \text{ (Límite de acción)}$$

Nota: las reglas de decisión de estos gráficos indican que el proceso es detenido en cualquier momento, cuando un resultado cae fuera de los límites de acción, y cuando un valor cae en los límites de advertencia se sigue un procedimiento redactado y definido claramente, antes del establecimiento de los gráficos.

- Es recomendable que para menor variabilidad en las medidas, se realice un ajuste del gráfico usando promedios de un número de medidas (n), en este caso los límites se determinan, transformando la variancia al error estándar con la fórmula $Se / \sqrt{n}$:

$$LSV = VC + 2 \frac{Se}{\sqrt{n}} \quad y \quad LIV = VC - 2 \frac{Se}{\sqrt{n}}$$

Donde Se significa la desviación estándar de la media de muestras repetidas de la población.

Forma expresión de los resultados

Se prepara un informe con las características siguientes:

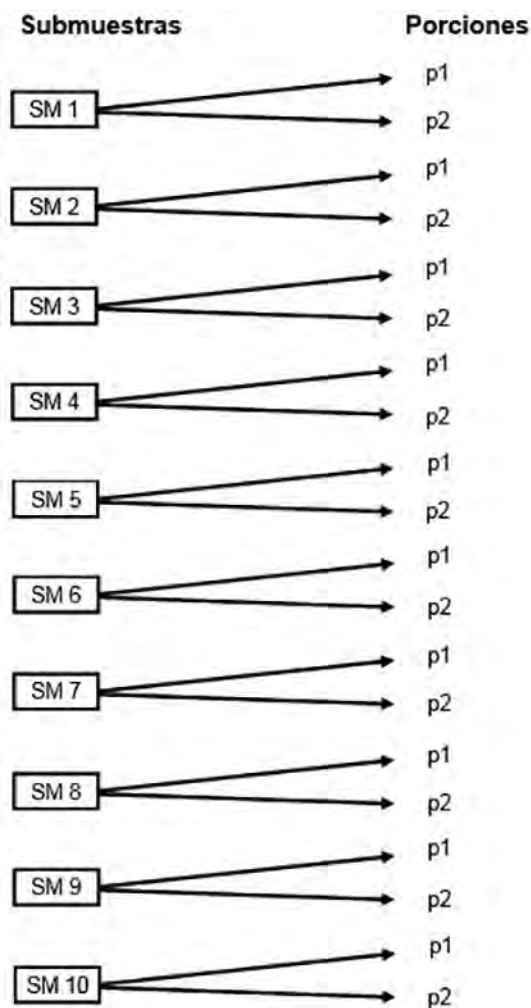
- Tipo de muestra de referencia interna (MRI) (matriz):
- Código del laboratorio:
- Tipo de suelo:
- Fecha de preparación:
- Tabla de resultados y gráficos control:
- Nombre y apellido del analista:

Ejercicio de aplicación experimental con el uso de una muestra control aplicado a la variable pH del suelo

A continuación se presenta los pasos a seguir para determinar la homogeneidad de una muestra de referencia interna (MRI), con el fin de establecer los límites de aceptación o rechazo de resultados analíticos de un parámetro específico, este caso se hará para el pH del suelo.

Ensayo de homogeneidad

1. Tomar 10 submuestras (SM) de la muestra de referencia interna (MRI). De cada submuestra se toman dos porciones (p), para un total de 20 porciones:



2. Ordenar de manera aleatoria cada porción y determinar el pH, el mismo día y bajo las mismas condiciones.

Cuadro 1. Valores obtenidos en el análisis de pH de la MRI.

Orden de lectura	Identificación de submuestras	Lectura pH
1	SM9 p1	6,10
2	SM7 p2	6,09
3	SM10 p1	6,11
4	SM4 p2	6,08
5	SM3 p1	6,13
6	SM8 p2	6,11
7	SM4 p1	6,09
8	SM2 p2	6,08
9	SM1 p1	6,08
10	SM9 p2	6,11
11	SM5 p1	6,08
12	SM6 p2	6,12
13	SM7 p1	6,13
14	SM1 p2	6,10
15	SM8 p1	6,12
16	SM3 p2	6,12
17	SM6 p1	6,09
18	SM5 p2	6,09
19	SM2 p1	6,09
20	SM10 p2	6,12

3. Aplicar la prueba estadística Cochran para detectar valores extremos, con los resultados obtenidos en el Cuadro 1, mediante el procedimiento siguiente:

- Organizar los datos de las 10 submuestras, con sus respectivos pares de resultados, y calcular los parámetros siguientes para cada submuestra (Cuadro 2):

➤ La diferencia (D_i) de cada par: $D_i = (C_1 - C_2)_i$

Donde:

C: valor del pH en cada porción.

i : se refiere a la submuestra.

➤ El cuadrado de las diferencias de cada submuestra (D_i^2):

$$D_i^2 = (C_1 - C_2)_i^2$$

➤ La suma de los cuadrados de las diferencias (S_D):

$$S_D = \sum_{i=1}^{10} D_i^2$$

Cuadro 2. Resultados estadísticos para la aplicación de prueba Cochran.

Submuestra	Parámetros estadísticos				
	C_1	C_2	D_i	D_i^2	S_D
1	6,08	6,10	-0,02	0,0004	0,0036
2	6,09	6,08	0,01	0,0001	
3	6,13	6,12	0,01	0,0001	
4	6,09	6,08	0,01	0,0001	
5	6,08	6,09	-0,01	0,0001	
6	6,09	6,12	-0,03	0,0009	
7	6,13	6,09	0,04	0,0016	
8	6,12	6,11	0,01	0,0001	
9	6,10	6,11	-0,01	0,0001	
10	6,11	6,12	-0,01	0,0001	

- Seleccionar el mayor valor obtenido para D_i^2 del conjunto de las 10 submuestras:

Este valor corresponde a la submuestra 7, con $D_{\max}^2 = 0,0016$

- Calcular el estadístico Cochran (Q):

$$Q_{\text{calculado}} = \frac{D_{\max}^2}{S_D}, \text{ sustituyendo los valores: } Q_{\text{calculado}} = \frac{0,0016}{0,0036} = 0,444$$

- Comparar este valor de $Q_{\text{calculado}}$ con $Q_{\text{crítico}}$, el cual se obtiene de la Tabla 1, de acuerdo con el nivel de confianza de la prueba (95% y 99%), y para un conjunto de pares de submuestras “m” comprendidos entre 3 y 20.

Se considera que cuando:

- $Q_{\text{calculado}} < Q_{\text{crítico}}$: no se descartan los valores del par de la submuestra.
- $Q_{\text{calculado}} > Q_{\text{crítico}}$: se descartan los valores del par de la submuestra y se verifica de nuevo la prueba, con los pares de valores remanentes.

Tabla 1. Valores críticos para la prueba de Cochran.

N° submuestras (m)	Estadístico de Cochran (Q)	
	95%	99%
3	0,967	0,993
4	0,906	0,968
5	0,841	0,928
6	0,781	0,883
7	0,727	0,838
8	0,680	0,794
9	0,638	0,754
10	0,602	0,718
11	0,570	0,684
12	0,541	0,653
13	0,515	0,624
14	0,492	0,599
15	0,471	0,575
16	0,452	0,553
17	0,434	0,532
18	0,418	0,514
19	0,403	0,496
20	0,389	0,480

✓ Para $m=10$ y con un 95% de confianza, se tiene que $Q_{crítico} = 0,602$

➤ Para este ejercicio $Q_{calculado}$ es menor que $Q_{crítico}$, por lo tanto, se seleccionan todos los datos obtenidos en el ensayo de pH para realizar la prueba estadística de homogeneidad.

4. Determinar los valores de las medias, con las fórmulas siguientes:

$$\bar{C}_i = \frac{\sum_{j=1}^n C_{ij}}{n} \quad y \quad \bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^h \bar{C}_i}{h}$$

Donde:

i : se refiere a la submuestra.

J : se refiere a la porción de cada submuestra.

h : número de submuestras = 10.

n : número de porciones = 2.

$\bar{C}_i$: valor medio del pH para cada submuestra.

C_{ij} : valor del pH en cada porción por submuestra.

$\bar{C}$: media general para todas las submuestras.

5. Calcular el análisis de varianza simple, por medio de las sumas de diferencias cuadráticas (SDC_B y SDC_W) y diferencias cuadráticas medias (DCM_B y DCM_W), mediante las ecuaciones siguientes:

Análisis de varianza simple			
Origen de varianza	Grados de libertad (ν)	Sumas de diferencias cuadráticas (SDC)	Diferencias cuadráticas medias (DCM)
Entre grupos (B)	$\nu_1 = h-1$	$SDC_B = \sum_{i=1}^h n(\bar{C}_i - \bar{C})^2$	$DCM_B = \frac{SDC_B}{\nu_1}$
Dentro de grupos (W)	$\nu_2 = h(n-1)$	$SDC_W = \sum_{i=1}^h \sum_{j=1}^n (C_{ij} - \bar{C}_i)^2$	$DCM_W = \frac{SDC_W}{\nu_2}$

En los cuadros 3 y 4 se tienen los resultados obtenidos para cada parámetro:

Cuadro 3. Parámetros estadísticos para el análisis de varianza simple.

Submuestras	Valor del pH en cada porción		Valor medio de pH	Media general	Diferencias cuadráticas	
	C_1	C_2			$\overline{C_i}$	$2 \cdot (\overline{C_i} - \overline{C})^2$
1	6,08	6,10	6,09	6,10	0,0003	0,0001
2	6,09	6,08	6,09		0,0006	0,0000
3	6,13	6,12	6,13		0,0011	0,0000
4	6,09	6,08	6,09		0,0006	0,0000
5	6,08	6,09	6,09		0,0006	0,0000
6	6,09	6,12	6,11		0,0000	0,0002
7	6,13	6,09	6,11		0,0001	0,0004
8	6,12	6,11	6,12		0,0003	0,0000
9	6,10	6,11	6,11		0,0000	0,0000
10	6,11	6,12	6,12		0,0003	0,0000

Cuadro 4. Análisis de varianza simple aplicado al ensayo de pH.

Origen de varianza	Grados de libertad	Sumas de diferencias cuadráticas	Diferencias cuadráticas medias
Entre grupos (B)	$v_1 = 10 - 1 = 9$	$SDC_B = 0,0039$	$DCM_B = \frac{0,0039}{9} = 0,0004$
Dentro de grupos (W)	$v_2 = 10(2 - 1) = 10$	$SDC_W = 0,0018$	$DCM_W = \frac{0,0018}{10} = 0,0002$

6. Calcular la varianza de muestreo, S_{sam}^2 o también conocida como S_L^2 :

$$S_{sam}^2 = \frac{DCM_B - DCM_w}{2}$$

$$S_{sam}^2 = \frac{0,0004 - 0,0002}{2} = 0,0001$$

Luego sí:

- $S_{sam}^2 < c_{crítico}$ la muestra presenta la suficiente homogeneidad.
- $S_{sam}^2 > c_{crítico}$ la muestra no presenta la suficiente homogeneidad, para ser utilizada como muestra control.

7. El valor de $c_{crítico}$ se obtiene aplicando la fórmula:

$$c_{crítico} = F_1 S_{all}^2 + F_2 S_{an}^2$$

La S_{all} , varianza de muestreo permitida, se calcula con:

$$S_{all}^2 = (0,3 \times \sigma_{repro})^2$$

Donde: para los fines de este ejercicio, la σ_{repro} , que se refiere a la reproducibilidad del método usado por el laboratorio, tiene un valor de 0,12 obtenido en una serie de repeticiones en el tiempo de una misma muestra, usada generalmente como control, para el nivel pH objeto de estudio.

Luego:

$$S_{all}^2 = (0,3 \times 0,12)^2 = 0,0013$$

- La varianza del análisis S_{an} , diferencia cuadrática de la varianza dentro del grupo, es igual a DCM_{w} , en el Cuadro 4 este valor se corresponde a un valor de 0,0002.
- Los valores de F_1 y F_2 se seleccionan de la Tabla 2, para $m = 10$, estos son:

$$F_1 = 1,88 \quad y \quad F_2 = 1,01$$

➤ Se sustituye en la ecuación del valor crítico se tiene:

$$c_{crítico} = (1,88 \times 0,0013) + (1,01 \times 0,0002) = 0,003$$

Tabla 2. Valores de distribución de Fisher (F).

m	F_1	F_2
7	2,10	1,43
8	2,01	1,25
9	1,94	1,11
10	1,88	1,01
11	1,83	0,93
12	1,79	0,86
13	1,75	0,80
14	1,72	0,75
15	1,69	0,71
16	1,67	0,68
17	1,64	0,64
18	1,62	0,62
19	1,60	0,59
20	1,59	0,57

➤ Como $S_{sam}^2 < c_{crítico}$, se concluye que la muestra presenta la suficiente homogeneidad para ser utilizada como muestra control, en el proceso interno de aseguramiento de la calidad de los resultados, validación o ejercicio interlaboratorio para el cual fueron realizados estos cálculos.



Diagrama de flujo del muestreo, preparación y conservación de la muestra de referencia interna (MRI).

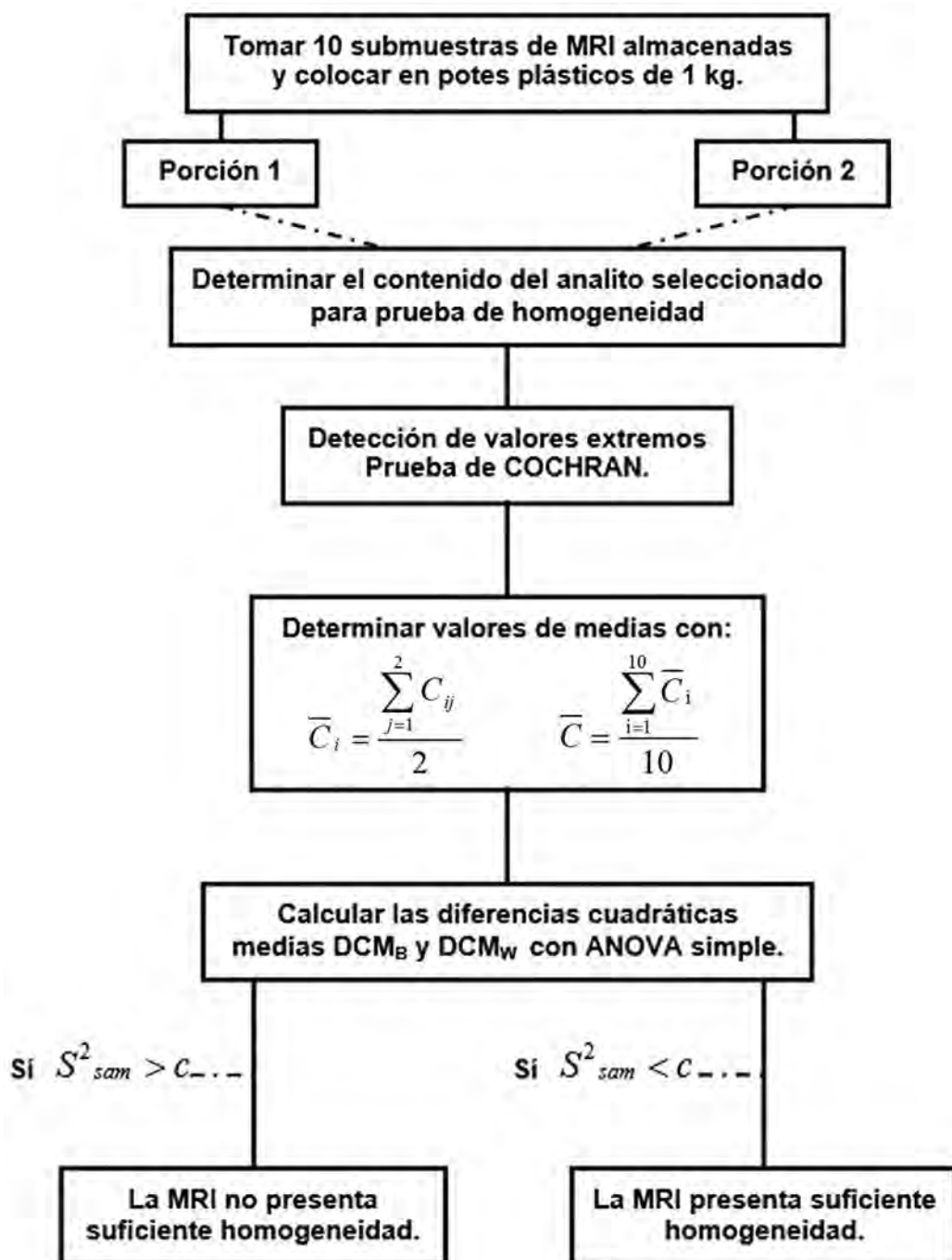


Diagrama de flujo de la prueba de homogeneidad de la muestra de referencia interna (MRI).

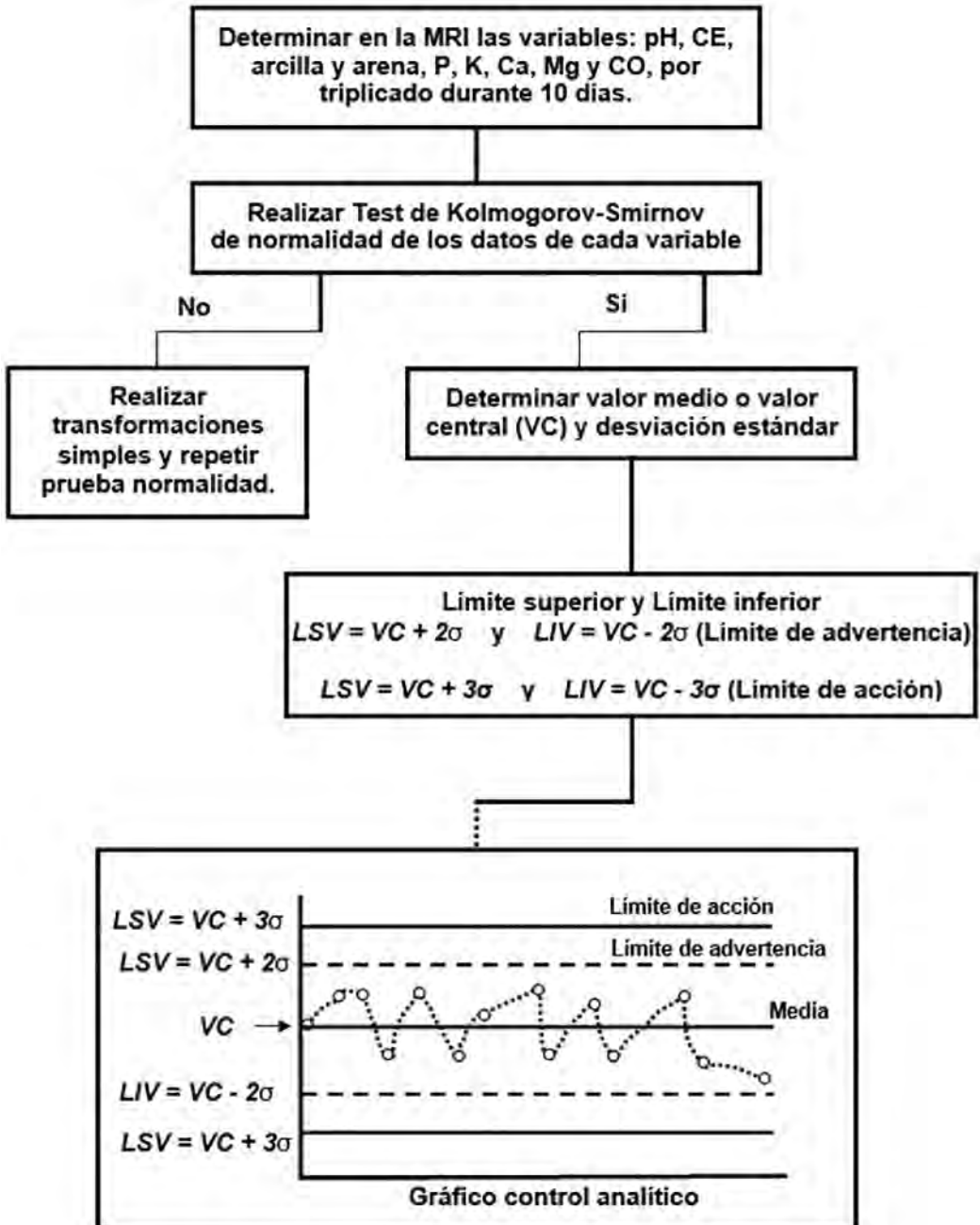


Diagrama de flujo del gráfico control analítico para cada variable.

FECHA:		ANALISTA: (NOMBRE/FIRMA)		PÁGINA: ____ DE ____
--------	--	-----------------------------	--	----------------------

OBSERVACIONES:			
APROBADO POR: (NOMBRE/FIRMA)		FECHA:	

FORMATO - PRUEBA DE HOMOGENEIDAD DE MUESTRA CONTROL

208

Bibliografía consultada

Analytical methods committee proficiency testing of analytical Laboratories. Organization and statistical assessment 2000. Vol.117.

FONDONORMA (Fondo para la normalización y certificación de la calidad). 2002. Tratamiento estadístico de los resultados y comparaciones interlaboratorios. Caracas, VE, Fondo para la normalización y certificación de la calidad. 71 p.

Houba, V; Inovazamsky, JG; Vander Lee, JJ. 1996. Quality aspects in laboratories for soil and plant analysis Communications in *Soil Science and Plant Analysis* (US) 27(3-4):327-348.

International Organization for Standardization. Geneva, Switzerland. General and statically principles. Certification of reference materials –ISO Guide 35.1985.

Steel, RGD; Torrie, JH. 1980. Principles and procedures of statistics: a biometrical approach. 2 ed. New York, US, McGraw-Hill. 633 p.

Van Dijk D; Houba, VSG. 2000. Homogeneity and stability of materials distributed within the Wageningen evaluating programmers for analytical laboratories Communications in *Soil Science and Plant Analysis* (US) 31(11-14):1745-1756.

Medidas generales de seguridad en los laboratorios de suelos. Factores de conversión de unidades

Medidas generales de seguridad en los laboratorios de suelos

Se incluye en este manual los ocho criterios más importantes acerca de las medidas de seguridad para la operación en los laboratorios en general y, en particular, los de suelos. Este tema se desarrollará con la amplitud y profundidad necesaria, como parte de los requisitos para una gestión de la calidad en la red de los laboratorios de suelos, plantas, aguas y fertilizantes y enmiendas, que el INIA posee en todo el territorio nacional.

Información sobre seguridad

Peligro reconocido - peligro relegado

La seguridad se puede aprender, es un tema de actualidad para todos los que trabajan en un laboratorio moderno hoy día, con productos químicos, y es de especial importancia para los principiantes. De forma práctica se tratarán aspectos de cómo se pueden evitar errores con efectos nocivos para personas y medio ambiente, durante el trabajo en el laboratorio. Porque actuar conscientemente en lo que a seguridad se refiere. La manipulación segura con productos químicos presupone el conocimiento profundo de las propiedades del material y los posibles peligros que pueden tener ellos. Este conocimiento ayuda a evitar errores y accidentes.

Ocho reglas importantes de seguridad

En el manejo de productos químicos y cuando la etiqueta no presente signos de peligrosidad, se deberá observar las reglas de seguridad siguientes:

- Portar gafas de seguridad y, si es necesario, guantes en todos los trabajos de laboratorio y almacén de reactivos.
- Realizar todos los trabajos de preparación de reactivos, o en su mayoría, en una campana de ventilación, que cumpla con las exigencias de seguridad correspondientes, y en recintos bien ventilados, si es posible.
- Evitar en todo momento el contacto con la piel, ojos y mucosas. Portar la bata de laboratorio, como regla imprescindible.
- En caso de recibir salpicaduras con reactivos o soluciones ácidas, las mismas se deben quitar con papel, nunca con agua. Inmediatamente usar soluciones de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) o hidróxido de amonio (NH_4OH) diluido, para neutralizar cualquier salpicadura, seguido de abundante agua.
- Cuando se produzca salpicadura en ojos con sustancias cáusticas, enjuagar abundantemente en ducha especial para ojos. Desplazar bien los párpados y mover hacia todos los lados, inmediatamente se debe dirigir a un especialista. Tomar nota del producto químico en cuestión.
- Al finalizar de trabajar, se debe quitar inmediatamente la indumentaria que esté impregnada con productos químicos.
- En caso de accidentes o malestar buscar siempre el asesoramiento del médico, indicando la causa del accidente y el nombre completo del producto químico.
- No fumar, no beber, ni comer en los recintos del laboratorio.

Trabajos en la campana de extracción de gases

Aquellos trabajos donde se puedan presentar o producir gases, vapores o polvos muy tóxicos, nocivos a la salud, por ser corrosivos, irritantes, cancerígenos, o que de alguna otra forma sean dañinos para las personas, se

deben realizar únicamente en campanas de extracción de gases, también llamadas campanas de ventilación.

Trabajando en condiciones de campanas de ventilación se pueden mantener, además bajo control, cerrando el frente, situaciones inesperadas que se puedan presentar (retrasos en la ebullición, reacciones violentas), salpicaduras de sustancias peligrosas o partículas suspendidas en el aire. Con ello se consigue, en la mayoría de los casos, la delimitación de los peligros, el control de las consecuencias del accidente y, finalmente, evitar que trascienda a todo el ambiente del laboratorio los gases, un inicio de incendio o de salpicadura de productos químicos.

Precaución específica a considerar en el análisis de fósforo (P) por el método Olsen o Bray 1

En la preparación de la solución ácida de molibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, donde se manipulan 800 ml de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), se debe cumplir con todas las medidas pertinentes, asociadas al uso de este reactivo.

Precaución específica a considerar en el análisis de materia orgánica (MO) del suelo

En la preparación de la curva de calibración y en la medición en muestras, se debe agregar el ácido sulfúrico (H_2SO_4) bajo campana, porque los vapores que se producen son tóxicos y corrosivos.

Factores de conversión de unidades más comunes usadas en suelos

En el reporte de informe de resultados analíticos de suelos

Para transformar:	A:	Multiplicar por:
mg	g	1/1.000
ppm	mg/l	1
ppm	mg/kg	1
mg/l	ppm	1
mg/kg	ppm	1
%	ppm	10.000
meq/100 g	ppm	10 x P mequivalente del analito
meq/100 g	%	P miliequivalente/1.000
meq/l	mg/l	P miliequivalente

Factores de concentración

1 Microgramo = μg = 1×10^{-6} g.

En conductancia y conductividad

1 Siemens = 1S = $[(1/\text{ohm}) = 1 \text{ mho}]$

mS/cm = milisiemen/centímetro = (mmohs/cm)

En colorimetría

1 nanómetro (nm) = 10^{-9} m = (1 milimicrón (μm) = 10 Angstrom)

Angstrom = Unidad para medir longitudes de onda = 10^{-8} cm.

Bibliografía consultada

Bernabei, D; Lautenschlaeger, L. 1998. Seguridad. Manual para el laboratorio. Darmstadt, DE, Merck KGaA. 236 p.

Consejo Colombiano de Seguridad, CO. 1900. Guía de seguridad en laboratorios químicos. 62 p. Trabajo original publicado en ingles por la Royal Society of Chemistry, Londres (Reino Unido).



Gobierno
Bolivariano
de Venezuela

Ministerio del Poder Popular
para la **Agricultura y Tierras**

Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas



ISBN: 978-980-318-326-4



9 789803 183264

