

Serie Didáctica Nro. 12

Facultad de Ciencias Forestales

UNIVERSIDAD NACIONAL DE SANTIAGO DEL ESTERO



CÁTEDRA DE
EDAFOLOGÍA FORESTAL

MÉTODOS DE ANÁLISIS DE SUELOS



Guido LORENZ

Febrero de 2005

Serie Didáctica Nº 12

Facultad de Ciencias Forestales

Universidad Nacional de Santiago del Estero

CÁTEDRA DE
EDAFOLOGÍA FORESTAL

MÉTODOS DE ANÁLISIS DE SUELOS



Guido LORENZ

Febrero de 2005

Diseño de tapa por Fabián Zubrinic con un dibujo de Matías Lorenz
Tipografía por el autor con el sistema de documentación L^AT_EX
1^a edición, impresa en Santiago del Estero, febrero 2005

Lorenz, Guido. 2005. Métodos de análisis de suelos.
Nº 12 en la Serie Didáctica de la Facultad de Ciencias Forestales, Universidad Nacional de Santiago del Estero, Santiago del Estero, Argentina.

Autor:

Dr. Guido Lorenz
Profesor de Edafología Forestal
Facultad de Ciencias Forestales
Universidad Nacional de Santiago del Estero
Av. Belgrano (S) 1912
4200 Santiago del Estero
Argentina
e-mail: glorenz2000@yahoo.com

Prólogo

Este libro presenta una selección de procedimientos analíticos para la caracterización de suelos, cubriendo las propiedades físicas, químicas y biológicas, cuya cuantificación se requiere para una evaluación ecológica básica de los suelos. Está destinado a todos aquellos, estudiantes, docentes y profesionales, quienes se dedican al estudio de suelos o necesitan realizar una descripción analítica de los mismos.

Fueron elegidos métodos reconocidos y comprobados, recopilados en su mayoría en obras de la escuela alemana (Schlichting et al., 1995) y norteamericana (Klute, 1986; Page et al., 1982; Sparks, 1996) de la ciencia del suelo. A su vez, todos los métodos han sido implementados, adaptados y aplicados durante los últimos diez años en el Laboratorio de Suelos de la Facultad de Ciencias Forestales, Universidad Nacional de Santiago del Estero, tanto en la enseñanza como en el desarrollo de proyectos de investigación.

La forma de presentación de cada método fue pensada en primer lugar para la enseñanza. Se da un breve enfoque sobre la importancia de la característica a analizar y el principio de medición. El procedimiento se describe en pasos enumerados, para facilitar la lectura, más que nada durante la aplicación del método en el laboratorio. Se dio énfasis en un desarrollo detallado de los cálculos, para que queden explícitos los componentes genéricos del cálculo y las dimensiones y unidades de los resultados.

Me queda agradecer a mis profesores Dr. Ernst Schlichting y Dr. Karl Stahr, bajo cuya dirección aprendí el trabajo en laboratorio y la revisión crítica de métodos analíticos, a la Facultad de Ciencias Forestales, por brindarme el apoyo y marco institucional de mi actividad, a los ayudantes, estudiantes, pasantes, tesis y becarios, que han aplicado los métodos, contribuyendo al perfeccionamiento de los mismos, a mi colega Lic. Héctor Tévez, por su disposición de discutir e implementar procedimientos analíticos nuevos, y a mi familia por su permanente apoyo y paciencia.

Este libro da solamente un primer paso en el área de análisis de suelos, que es sumamente extensa y profunda. Por ello, se preve ampliar este manual en el futuro. Sugerencias y observaciones son bienvenidas y se considerarán en la próxima edición.

Santiago del Estero, febrero 2005

Dr. Guido Lorenz
Prof. de Edafología Forestal
Facultad de Ciencias Forestales
Universidad Nacional de Santiago del Estero

Índice general

I	Análisis físicos de suelos	1
1.	Granulometría	3
1.1.	Introducción y principios metodológicos	3
1.2.	Determinación del contenido de grava	5
1.3.	Pretratamiento de las muestras para el análisis de textura	5
1.3.1.	Aparatos, materiales y reactivos	5
1.3.2.	Eliminación de carbonatos	6
1.3.3.	Destrucción de la materia orgánica	6
1.3.4.	Tratamiento de disolución de sesqui-óxidos	7
1.3.5.	Tratamiento de disolución de cementos amorfos	7
1.3.6.	Eliminación de sales	7
1.4.	Análisis de las fracciones de limo y arcilla por sedimentación	8
1.4.1.	Análisis densimétrico con hidrómetro	8
1.4.1.1.	Aparatos, materiales y reactivos	9
1.4.1.2.	Procedimiento	9
1.4.1.3.	Cálculos	10
1.4.2.	Análisis con pipeta	12
1.4.2.1.	Aparatos, materiales y reactivos	12
1.4.2.2.	Procedimiento	12
1.4.2.3.	Cálculos	13
1.5.	Tamizado - fracciones de arena	14
1.5.1.	Procedimiento	14
1.5.2.	Cálculos	14
1.6.	Errores	15
1.6.1.	Errores sistemáticos, condiciones marginales	15
1.6.2.	Error analítico total	15
1.7.	Presentación de los resultados	15
1.8.	Anexo - granulometría	17
	Bibliografía	18
2.	Sistema poroso del suelo - curva de retención de agua	19
2.1.	Introducción	19
2.2.	Principio del método	23
2.3.	Aparatos, materiales y reactivos	24
2.4.	Procedimiento	25
2.4.1.	Preparación de placas cerámicas y muestras	25
2.4.2.	Drenaje de muestras	25
2.5.	Cálculos y presentación de los resultados	27
2.5.1.	Humedad volumétrica, densidad aparente y porosidad	27
2.5.2.	Cálculo de las fracciones de agua y presentación de la curva	28
2.6.	Observaciones	28
	Bibliografía	29
3.	Densidad real del suelo	31
3.1.	Introducción	31
3.2.	Densidad real con picnómetro de aire	31
3.2.1.	Principio	31

3.2.2.	Aparatos y materiales	31
3.2.3.	Procedimiento	32
3.2.4.	Cálculos	34
3.3.	Densidad real mediante picnómetro de líquido	34
3.3.1.	Principio	34
3.3.2.	Aparatos y materiales	34
3.3.3.	Procedimiento	35
3.3.4.	Cálculos	36
3.3.5.	Errores analíticos	37
	Bibliografía	37
 II Análisis químicos y biológicos de suelos		39
 4. Reacción del suelo		41
4.1.	Introducción	41
4.1.1.	Principios de la medición potenciométrica del pH	41
4.2.	Principio	43
4.3.	Aparatos, materiales y reactivos	43
4.4.	Procedimiento	44
4.4.1.	Calibración del pH-metro	44
4.4.2.	Medición de pH del suelo	45
4.5.	Cálculos	46
4.6.	Observaciones	46
	Bibliografía	46
 5. Salinidad del suelo		47
5.1.	Introducción	47
5.2.	Determinación gravimétrica de las sales solubles	48
5.2.1.	Principio	48
5.2.2.	Aparatos, materiales y reactivos	48
5.2.3.	Procedimiento	49
5.2.4.	Cálculos	49
5.2.5.	Observaciones	50
5.3.	Conductividad eléctrica en un extracto 1:2.5	50
5.3.1.	Principio	50
5.3.2.	Aparatos y materiales	50
5.3.3.	Procedimiento	50
5.3.4.	Cálculos	51
5.3.5.	Observaciones	51
5.4.	Extracto de saturación del suelo	52
5.4.1.	Principio	52
5.4.2.	Aparatos y materiales	52
5.4.3.	Procedimiento	52
5.4.4.	Cálculos	53
5.4.5.	Observaciones	53
	Bibliografía	53
 6. Carbonatos de calcio y magnesio		55
6.1.	Introducción	55
6.2.	Principio	55
6.3.	Aparatos, materiales y reactivos	55

6.4. Procedimiento	56
6.5. Cálculos	57
6.6. Observaciones	58
Bibliografía	58
7. Materia orgánica del suelo	59
7.1. Introducción	59
7.2. Materia orgánica total	59
7.2.1. Principio del método	59
7.2.2. Aparatos, materiales y reactivos	60
7.2.3. Procedimiento	60
7.2.3.1. Muestras	60
7.2.3.2. Curva de calibración	61
7.2.4. Cálculos	61
7.2.4.1. Curva de calibración	61
7.2.4.2. Contenido de C_{org} en el suelo	62
7.2.5. Errores	63
7.3. Materia orgánica particulada según Cambardella y Elliott	64
7.3.1. Introducción	64
7.3.2. Principio	64
7.3.3. Aparatos, materiales y reactivos	64
7.3.4. Procedimiento	65
7.3.5. Cálculos	66
7.3.6. Observaciones	66
Bibliografía	66
8. Mineralización del carbono del suelo / respiración edáfica	69
8.1. Introducción	69
8.2. Método de incubación aeróbica con titulación del CO_2 liberado	70
8.2.1. Principio	70
8.2.2. Aparatos, materiales y reactivos	70
8.2.3. Procedimiento	71
8.2.4. Cálculos	72
8.2.5. Observaciones	73
Bibliografía	73
9. Nitrógeno total del suelo según el método de KJELDAHL	75
9.1. Introducción	75
9.2. Principio	75
9.3. Aparatos, materiales y reactivos	75
9.4. Procedimiento	76
9.5. Cálculos	77
9.6. Observaciones	78
Bibliografía	78
10. Fósforo	79
10.1. Introducción	79
10.2. Fósforo soluble en bicarbonato de sodio	79
10.2.1. Principio del método	79
10.2.2. Aparatos, materiales y reactivos	80
10.2.3. Procedimiento	81
10.2.3.1. Análisis de muestras	81

10.2.3.2. Curva de calibración	81
10.2.4. Cálculos	82
10.2.4.1. Curva de calibración	82
10.2.4.2. Cálculo de la concentración de P en el suelo	82
10.2.5. observaciones	83
10.3. Fósforo orgánico por el método de ignición	84
10.3.1. Principios	84
10.3.2. Aparatos, materiales y reactivos	84
10.3.3. Procedimiento	85
10.3.3.1. Análisis de muestras	85
10.3.3.2. Curva de calibración	86
10.3.4. Cálculos	86
10.3.4.1. Curva de calibración	86
10.3.4.2. Cálculo genérico de la concentración de P en el suelo	86
10.3.4.3. Cálculo las fracciones de P_{org} y $P_{H_2SO_4}$	87
10.3.5. Observaciones	87
Bibliografía	88
11. Complejo adsorbente	89
11.1. Introducción	89
11.1.1. Capacidad de intercambio catiónico (CIC)	89
11.1.2. Cationes intercambiables	89
11.2. Determinación de la capacidad de intercambio catiónico potencial (CIC_{pot})	90
11.2.1. Principio	90
11.2.2. Aparatos, materiales y reactivos	90
11.2.2.1. Método de percolación	90
11.2.2.2. Método de centrifugación	91
11.2.3. Procedimiento	91
11.2.3.1. Método de percolación	91
11.2.3.2. Método de centrifugación	93
11.2.4. Observaciones	94
11.2.5. Cálculos	94
11.3. Determinación de los cationes intercambiables	95
11.3.1. Principio	95
11.3.2. Aparatos, materiales y reactivos	95
11.3.2.1. Método de percolación	95
11.3.2.2. Método de centrifugación	95
11.3.3. Procedimiento	96
11.3.3.1. Método de percolación	96
11.3.3.2. Método de centrifugación	98
11.3.4. Cálculos	98
11.3.4.1. Cálculo genérico de la concentración de un catión en el complejo adsorbente	98
11.3.4.2. Parámetros analíticos de descripción del complejo adsorbente	98
11.3.4.3. Cálculos y estimaciones específicos en función de las características de los suelos	99
Bibliografía	100
12. Análisis de óxidos pedogénicos de Fe	101
12.1. Introducción	101
12.2. Pretratamiento de las muestras de suelo	101
12.3. Óxidos pedogénicos totales de Fe - extracto con ditionito-citrato	102

12.3.1. Principio	102
12.3.1.1. Aparatos, materiales y reactivos	102
12.3.2. Procedimiento (Extracción)	102
12.4. Determinación de los óxidos activos de Fe - extracto con oxalato en oscuridad	103
12.4.1. Principio	103
12.4.1.1. Aparatos, materiales y reactivos	103
12.4.2. Procedimiento (extracción)	104
12.5. Soluciones estándar de Fe para la calibración	104
12.5.1. Aparatos, materiales y reactivos	104
12.5.2. Procedimiento	104
12.6. Determinación colorimétrica de Fe^{2+} y Fe^{3+} mediante el método de o-fenantrolina	105
12.6.1. Aparatos, materiales y reactivos	106
12.6.2. Procedimiento	106
12.6.3. Cálculos	106
12.6.3.1. Curva de calibración	106
12.6.3.2. Cálculo del contenido de Fe en el suelo	107
Bibliografía	107
III Apéndice	109
A. Unidades y símbolos usados	111
A.1. Unidades básicas del Sistema Internacional de Unidades (SI)	111
A.2. Magnitudes y símbolos específicos de este libro	113
A.2.1. Operadores, símbolos relacionales, unidades	113
A.2.2. Magnitudes derivadas específicas en este libro	114
A.2.2.1. Área física de suelos	114
A.2.2.2. Área química y biología de suelos	115
B. Relaciones básicas entre las tres fases físicas del suelo	117
C. Preparación de diluciones a partir de una solución patrón	119
Bibliografía	121
Índice alfabético	125

Índice de figuras

1.1.	Clases granulométricas según tres sistemas diferentes	3
1.2.	Cambio de la densidad de una suspensión en el tiempo y su medición con el hidrómetro	8
1.3.	Curva acumulativa de la composición granulométrica, ejemplos de diferentes horizontes	16
1.4.	Triángulo de textura (clases según USDA)	16
1.5.	Planilla para registrar los valores del análisis densimétrico y del tamizado	17
2.1.	Equilibrio de fuerzas en el ascenso capilar	20
2.2.	Curva de retención de agua y distribución de los tamaños de los poros - $\theta = f(\psi)$	21
2.3.	Curva de retención de agua y distribución de los tamaños de los poros - $\psi = f(\theta)$	22
2.4.	Esquema del drenaje de una muestra de suelo vía una placa cerámica	24
2.5.	Sección transversal de una olla de presión con placa cerámica y muestra de suelo	26
2.6.	Curva de retención de agua para suelos de diferentes texturas	28
2.7.	Histéresis de la curva de retención de agua	29
3.1.	Dibujo técnico del picnómetro de aire según Langer	32
3.2.	Diferentes pasos de la picnometría	36
4.1.	Componentes de un electrodo de vidrio combinado para la medición del pH	42
4.2.	Posibles desviaciones de la relación E-pH del electrodo de la función teórica	44
6.1.	Calcímetro según Scheibler para la determinación volumétrica de carbonatos	56
7.1.	Regresión lineal entre concentración de C y absorción espectral medida	62
8.1.	Frasco de incubación para la determinación de la respiración edáfica	70
10.1.	Regresión lineal entre concentración de P y absorción espectral medida	82
11.1.	Esquema del procedimiento para determinar la CIC_{pot} del suelo	92
11.2.	Árbol de decisión para elegir los procedimientos de determinación de los cationes intercambiables	97
12.1.	Formación del complejo entre fenantrolina y Fe	105

Índice de cuadros

1.1. Clases de tamaños de partículas, según el sistema de USDA, ampliado	4
1.2. Tiempos de sedimentación para partículas finas en una solución de hexametáfosfato de sodio	13
2.1. Magnitudes de referencia, dimensiones y unidades usadas para el potencial del agua del suelo ψ	20
2.2. Rangos de tamaños de poros y su importancia ecológica	23
5.1. Sales más comunes en la solución del suelo y su solubilidad en agua	47
5.2. Evaluación de la conductividad eléctrica (CE) en la solución del suelo	48
7.1. Valores estimados de cantidades y tiempos de reciclado de diferentes tipos de materia orgánica almacenados en suelos bajo agricultura	59
A.1. Unidades básicas del Sistema Internacional de Unidades (SI)	111
A.2. Dimensiones, unidades y nombres de magnitudes. Unidades según el sistema SI	112
A.3. Prefijos para formar múltiplos de potencias de 10	112
A.4. Símbolos de las principales magnitudes específicas usadas en este texto, área física de suelos	114
A.5. Símbolos de las principales magnitudes específicas usadas en este texto, área química y biología de suelos	115

Parte I

Análisis físicos de suelos

1. Granulometría

Según Klute (1986) y Schlichting et al. (1995).

1.1. Introducción y principios metodológicos

El análisis granulométrico tiene por finalidad cuantificar la distribución de los tamaños de las partículas minerales elementales. Mientras que el término granulometría se refiere a toda la fase mineral del suelo, la textura describe específicamente la distribución granulométrica del material mineral de un diámetro inferior a 2mm.

La granulometría tiene su importancia para interpretaciones ecológicas, porque (i) es factor influyente para características y funciones físicas, como agregación, balance de agua y aire, resistencia mecánica y, (ii) refleja en cierto grado la mineralogía, lo que permite deducir propiedades relacionadas con el balance de elementos. Respecto a la génesis del suelo, la textura proporciona información sobre procesos pedogenéticos (como formación y translocación de arcilla) y discontinuidades litológicas. Por estas razones, la composición textural se considera en muchas clasificaciones de suelos.

El rango de los tamaños de las partículas que se puedan encontrar en el suelo es muy grande, abarcando desde $0.001\mu\text{m}$ de una partícula de arcilla hasta bloques con 10m (fig. 1.1). Por tal razón, un análisis total de la distribución granulométrica se alcanza solamente usando una combinación de diferentes métodos. Además, las partículas pueden tener una morfología muy diferente, teniendo así diferentes diámetros. Estos se podrían determinar solamente con una medición directa mediante un microscopio de luz o de electrones.

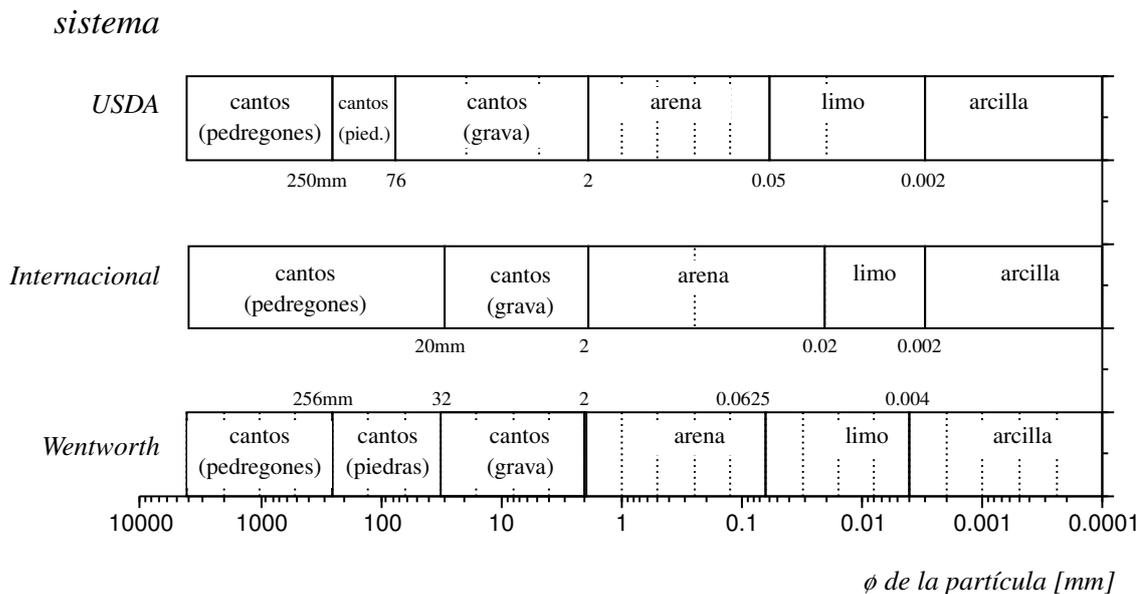


Figura 1.1: Clases granulométricas según tres sistemas diferentes (según Soil Survey Division Staff, 1993)

En el análisis textural se considera solamente la tierra fina, es decir la fracción inferior a 2mm. En ésta, las partículas no se encuentran en forma suelta, sino están unidas en agregados. Como el objetivo del análisis es determinar la distribución granulométrica de partículas individuales, se requiere por ello de tratamientos previos de disgregación del material. Ellos se rigen según la naturaleza de las sustancias agregantes (caliza, cementos amorfos, materia orgánica). Así, se llegan a dispersar y aislar las partículas según las fracciones granulométricas definidas tradicionalmente: arena, limo y arcilla. Estas fracciones mayores designan clases que difieren en sus características físico-químicas (adhesión, cohesión, comportamiento coloidal), sin embargo, sus límites se establecieron artificialmente por definición, y varían

según el sistema de clasificación (fig. 1.1).

El sistema del departamento de agricultura de los EEUU (Soil Survey Division Staff (1993), cuadro 1.1), que se aplica en la Argentina, distingue las siguientes clases y subclases:

Cuadro 1.1: Clases de tamaños de partículas, según el sistema de USDA, ampliado

fracción	símbolo	tamaño de partícula					
		(mm)			(μm)		
arena	A	2.00	-	0.05	2000	-	50
arena muy gruesa	A_{mg}	2.00	-	1.00	2000	-	1000
arena gruesa	A_g	1.00	-	0.50	1000	-	5000
arena media	A_m	0.50	-	0.25	500	-	250
arena fina	A_f	0.25	-	0.10	250	-	100
arena muy fina	A_{mf}	0.10	-	0.05	100	-	50
limo	L	0.05	-	0.002	50	-	2
limo grueso	L_g	0.05	-	0.020	50	-	20
limo fino	L_f	0.02	-	0.002	20	-	2
arcilla	Arc	<0.002	-	-	<2	-	-

En la edafología, se usan principalmente dos métodos indirectos para la estimación de clases de tamaños de partículas: el tamizado y la dispersión con sedimentación. Al analizar la textura mediante estos métodos, los resultados son afectados por (i) el tamaño de las partículas en sí mismo, (ii) la morfología y (iii), en caso de la sedimentación, por la densidad específica. En ambos métodos, se supone forma esférica de las partículas y se calcula con un diámetro equivalente.

Partículas con un diámetro $>50\mu\text{m}$ (arena) son fraccionadas por tamizado y pesadas. Este tamizado generalmente se realiza con agua, para evitar la pérdida de material y para mejorar el pase de las partículas por las aperturas del tamiz.

Para un diámetro $<50\mu\text{m}$ (limo y arcilla), las fracciones se pueden separar por sedimentación, porque la velocidad de sedimentación de partículas pequeñas es, según la Ley de STOKES, uniforme (la fricción compensa la aceleración) y proporcional al cuadrado del radio de la partícula esférica:

$$v = \frac{2}{9} \cdot \frac{g (\rho_p - \rho_l) \cdot r^2}{\eta} = const \cdot r^2 \quad (1.1)$$

y por
$$v = \frac{h}{t} \quad (1.2)$$

resulta
$$h = \frac{2}{9} \cdot \frac{t g (\rho_p - \rho_l) r^2}{\eta} = t \cdot const \cdot r^2 \quad (1.3)$$

ó
$$t = \frac{2}{9} \cdot \frac{\eta h}{t g (\rho_p - \rho_l) r^2} = \frac{h}{const \cdot r^2} \quad (1.4)$$

- v velocidad de sedimentación ($\text{cm}\cdot\text{s}^{-1}$)
- g aceleración de gravedad ($\text{cm}\cdot\text{s}^{-2}$)
- ρ_p densidad de la partícula ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)
- ρ_l densidad del líquido ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)
- r radio de la partícula (cm)
- η viscosidad del líquido ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$)
- $const$ constante dimensional, resultando de parámetros no variables ($\text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$)
- h profundidad de sedimentación (cm)
- t tiempo (s)

Para agua como líquido a 20°C y $\rho_p = 2.65\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ($\eta = 1.0020 \cdot 10^{-2}\text{g}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$, $\rho_l = 0.998204\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$), resulta como constante el valor $const = 35937\text{cm}^{-1}\text{s}^{-1}$. Así, partículas con un diámetro equivalente a $2\mu\text{m}$ necesitan para sedimentar una distancia de 10cm el tiempo $t = 10/[35937 \cdot (0.0001)^2]\text{s} = 27826\text{s}$. Inversamente, se puede calcular, que partículas, habiendo sedimentado en 3h 05min una distancia de <4cm, tienen un diámetro menor de $2r = 2 \cdot (4/(35937 \cdot 11100))^{-0.5}\text{cm} = 0.0002\text{cm} = 2\mu\text{m}$.

Las mediciones de sedimentación suponen una estabilidad previa de la suspensión, que se obtiene mediante la acción de agentes dispersantes, tales como el Na-hexametafosfato. En la práctica, se dispone de dos principios mayores para determinar limos y arcillas por sedimentación:

1. Los métodos densimétricos, basados en las variaciones de densidad en el transcurso de la sedimentación, que se realizan mediante un hidrómetro.
2. El método de la pipeta, que estima diferentes fracciones, sacando de una suspensión de tierra fina alícuotas mediante pipeta, en los tiempos y profundidades correspondientes a la fracción a determinar. El peso de las partículas en la alícuota se determina por secado a 105°C.

1.2. Determinación del contenido de grava

equipos y reactivos: tamiz de 2mm, solución de 0.05 N NH₄OH

El contenido del material esquelético del suelo (grava, $\phi > 2\text{mm}$) se puede cuantificar fácilmente al preparar la muestra para el análisis de textura (\rightarrow tierra fina $< 2\text{mm}$). Se determina la masa de la fracción $> 2\text{mm}$ que queda sobre un tamiz de esta apertura, habiendo sacado los restos orgánicos (raíces, hojas), y se expresa como parte de la muestra total.

Para un análisis más exacto, se pone la fracción $> 2\text{mm}$ en una solución de 0.05 N NH₄OH para dispersar partículas finas pegadas en la superficie de la grava y se vuelve a tamizar con un tamiz de 2mm. La fracción que queda es lavada con H₂O y secada.

1.3. Pretratamiento de las muestras para el análisis de textura

El análisis textural requiere la individualización de las partículas minerales, es decir la destrucción de los agregados. Por ello, con fines de lograr una buena calidad analítica, se tienen que destruir los diferentes agentes agregantes, siempre cuando estén presentes en cantidades significativas. Como tales cementantes actúan: materia orgánica, carbonatos de Ca y Mg, sesqui-óxidos, sílice y alofanos.

1.3.1. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- vasos de precipitación (plástico) de 1000mL;
- pH-metro;
- baño de agua (baño María);
- agitador de imán para agitar líquidos;
- bomba de vacío para canilla de agua; manguera con filtro fino o vela cerámica en la punta;
- varillas de vidrio y vidrios de reloj;
- centrífuga o filtros Buechner y matraces Erlenmeyer;
- agitador de botellas;
- estufa;

■ reactivos

- agua oxigenada (H_2O_2), de 30 %;
- solución buffer de acetato de sodio, 1N, pH 5: disolver 136g de acetato de sodio en 500mL de H_2O y agregar 50mL de ácido acético, en un matraz de 1 L; enrasar a 1 L;
- ditionito de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$), (solamente si hay sesqui-óxidos);
- citrato de sodio (solamente si hay sesqui-óxidos);
- bicarbonato de sodio (NaHCO_3), 1N, (solamente si hay sesqui-óxidos);
- acetona y alcohol etílico;
- solución de BaCl_2 de 10 %, acidificada con HCl;
- solución de AgNO_3 de 5 %

1.3.2. Eliminación de carbonatos

El tratamiento es necesario en caso de presencia de carbonatos de Ca y Mg (CaCO_3 , $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) o $\text{pH}_{(\text{CaCl}_2)} > 6.8$. La disolución de los carbonatos, preservando al mismo tiempo la identidad mineralógica de ciertos minerales de arcilla (trioctaédricas principalmente), impone condiciones de descarbonatación con pH moderadamente ácido.

En el presente método, los carbonatos se destruyen mediante una solución buffer de acetato de sodio a pH 5, con aplicación de calor.

1. pesar una cantidad de tierra fina, secada al aire, suficientemente grande para obtener las cantidades necesarias de muestra descarbonatizada para el respectivo análisis de textura (40g → hidrómetro y 20g → pipeta), en un vaso de precipitación de 1000mL;
2. agregar $\approx 200\text{mL}$ de solución buffer de acetato de sodio y mezclar con una varilla de vidrio;
3. cubrir con un vidrio de reloj y dejar reposar durante la noche;
4. calentar la suspensión suavemente a 90°C en un baño María (sin hervir), hasta que no se observe más reacción;
5. decantar la solución y agregar de nuevo solución buffer de acetato de sodio; si se observa reacción, repetir el calentamiento;
6. repetir los pasos de decantación, agregado de solución de acetato de sodio y calentamiento, hasta que no se observa más reacción;
7. lavado de sales y del exceso de solución de acetato de sodio:
 - 7.1 agregar $\approx 200\text{mL}$ de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$, agitar, dejar en reposo varias horas, y después sacar el sobrenadante cuidadosamente por succión;
 - 7.2 seguir con paso 1.3.3, en caso de presencia de materia orgánica, o 1.3.6, si no hay otros cementantes;

1.3.3. Destrucción de la materia orgánica

Normalmente, con este procedimiento no se llega a una destrucción total de la materia orgánica, pero se la disminuye a un contenido $< 1\%$; muestras con tenores de MOS inferiores a 1 % no se someten necesariamente a este pretratamiento;

1. agregar 50mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ a la muestra;

2. agregar 5-10mL de agua oxigenada (H_2O_2) de 30 % y dejar reaccionar durante 1h; la reacción es bien visible: burbujeo y formación de espuma;
3. calentar la suspensión suavemente en un baño María y observar la reacción: si la reacción es tan fuerte, que la suspensión amenaza de salir del vaso por la formación de espuma, agregar unas gotas de acetona o alcohol etílico en la espuma;
4. agregar agua oxigenada en porciones de 5-10mL a la muestra, en intervalos de 1h, hasta que la suspensión no espume más; aun calentándola, y/o esté, según el color, libre de materia orgánica; (el calentamiento se realiza en baño María, hasta $\approx 90^\circ C$);
5. destruir el exceso de H_2O_2 por ebullición a corto tiempo (≈ 1 hora) en un baño María;
6. dejar enfriar y sedimentar la suspensión;
7. sacar el sobrenadante claro mediante succión;
8. seguir con pasos en apartado 1.3.6 (si no hay otros cementantes)

1.3.4. Tratamiento de disolución de sesqui-óxidos

Únicamente en caso de presencia de abundantes sesqui-óxidos.

1. añadir 160mL de 0.3M citrato de sodio y 40mL 1N $NaHCO_3$ y calentar la suspensión en un baño María a $80^\circ C$ (20min), agregando 5g de ditionito de sodio ($Na_2S_2O_4$), agitando con una varilla de vidrio;
2. dejar enfriar y centrifugar la suspensión, descartar el sobrenadante;
3. repetir el tratamiento y después seguir con 1.3.6;

1.3.5. Tratamiento de disolución de cementos amorfos

Suelos con abundante material de origen volcánico, que contienen arcillas amorfas, padecen de una resistencia grande a la dispersión, específicamente después de secar el material al aire o en estufa. Por eso conviene dispersar este tipo de material en estado húmedo y realizar la dispersión en una solución de pH 3 o arriba de pH 9 para evitar la floculación de la arcilla (los coloides están por debajo o por arriba del punto isoeléctrico). Para realizar el pretratamiento de tales materiales referirse a la bibliografía específica (en Klute, 1986, p. 387).

1.3.6. Eliminación de sales

1. trasladar la suspensión a tubos de centrífuga de 200mL con ayuda de una piceta, agregar H_2O_{desion} hasta un volumen de ≈ 150 mL (balancear los tubos!!) y homogeneizar;
2. centrifugar a 2000rpm y descartar el sobrenadante;
3. repetir el lavado como mínimo 2 veces, hasta la eliminación completa de sales; controlar el sobrenadante mediante unas gotas de solución de $AgNO_3$ (\rightarrow precipitación de cloruros) y $BaCl_2$ (\rightarrow precipitación de sulfatos)
4. repetir el lavado una vez con acetona (evita que la muestra se endurezca durante el secado);
5. secar las muestras a $60^\circ C$;
6. homogeneizar cuidadosamente el material;

1.4. Análisis de las fracciones de limo y arcilla por sedimentación

Se describen dos métodos alternativos: el método densimétrico y el método de la pipeta.

1.4.1. Análisis densimétrico con hidrómetro

El método del hidrómetro es recomendable como método rápido, con un mayor margen de error que el de la pipeta. Originalmente, el método fue descrito para un análisis textural sin pretratamiento, sin embargo, en la versión presentada aquí (según Day (1965), modificado, en Gee y Bauder (1986)), se incluye el pretratamiento descrito arriba.

El principio del análisis densimétrico, que aplicaremos, se basa también en la Ley de STOKES: la densidad de una suspensión se disminuye en una profundidad dada en el transcurso del tiempo. La densidad de la suspensión se mide mediante un hidrómetro, cuya lectura R se realiza directamente en gramos de suelo suspendido por litro. La distancia de sedimentación corresponde a la profundidad h' , en que se realiza la medición (centro del bulbo del hidrómetro). Esta misma varía según la concentración de la suspensión (fig. 1.2), lo que hay que tomar en cuenta en los cálculos. La densidad se mide en diferentes momentos y el diámetro correspondiente (D) de las partículas se calcula en función del tiempo y la profundidad real de la medición. La temperatura influye en la medición, a través de la densidad específica y viscosidad del líquido de la suspensión, lo que hay que considerar en los cálculos.

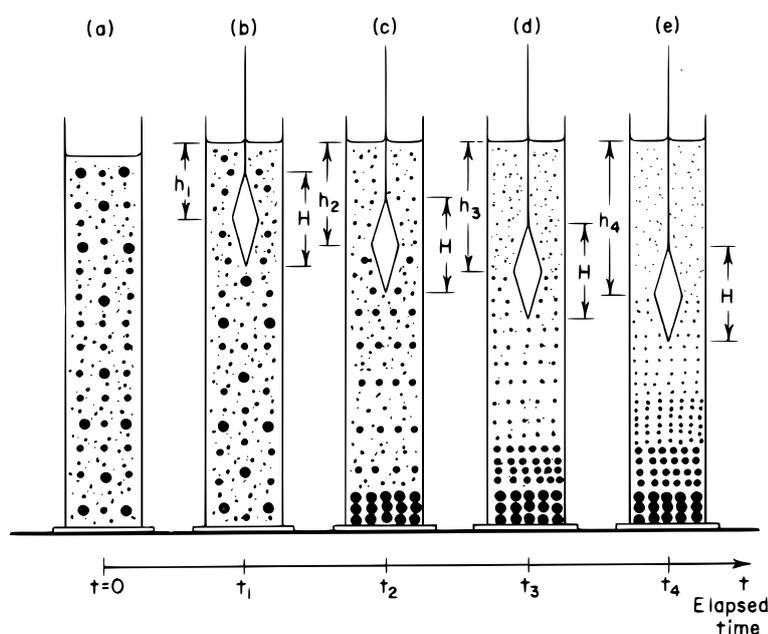


Figura 1.2: Cambio de la densidad de una suspensión en el tiempo y su medición con el hidrómetro (densímetro). Observe la posición del densímetro en función del tiempo. (según Klute, 1986)

La Ley de STOKES es transformada para este método como:

$$D = \Theta \cdot \frac{1}{\sqrt{t}} \quad (1.5)$$

en que Θ es el parámetro de sedimentación que depende de la profundidad h' (cm) en que se encuentra el centro del bulbo del hidrómetro en el momento de la medición, la viscosidad del líquido (η) y la densidad de las partículas (ρ_p) y del líquido (ρ_l):

$$\Theta = \sqrt{\frac{18 \eta h'}{g (\rho_p - \rho_l)}} \quad (1.6)$$

La profundidad h' , donde mide realmente el hidrómetro, varía según la densidad de la suspensión y es específica para cada diseño de hidrómetro y de la probeta de sedimentación:

$$h' = L_1 + \frac{1}{2} \cdot \left(L_2 - \frac{V_b}{A} \right) \quad (1.7)$$

Con L_1 =distancia del bulbo hasta la marca de lectura (cm), L_2 =largo del bulbo del hidrómetro (cm), V_b =volumen del bulbo (cm³) y A =área de la probeta de sedimentación (cm²).

Para el hidrómetro estándar ASTM 152H y una probeta de sedimentación estándar con $L_1=10.5$ cm para $R=0$ g/l y $L_1=2.3$ cm para $R=50$ g/l; $L_2=10.5$ cm; $V_b=67.0$ cm³; $A=27.8$ cm², resulta, en función de la lectura R :

$$h' = -0.164 R + 16.3 \quad (1.8)$$

Aplicando y retransformando las ecuaciones 1.5, 1.6 y 1.8, se resume, usando (μ m) como unidad de D , (min) para t y para los otros parámetros unidades del sistema (cgs):

$$D = 175 \cdot \sqrt{\frac{\frac{\eta}{\rho_p - \rho_l} \cdot (-0.164 R + 16.3)}{t}} \quad (1.9)$$

D	diámetro de las partículas (μ m)
Θ	parámetro de sedimentación (μ m·min ⁻¹)
η	viscosidad del líquido (g·cm ⁻¹ ·s ⁻¹)
g	aceleración de gravedad (cm·s ⁻²)
v	velocidad de sedimentación (cm·s ⁻¹)
ρ_p	densidad de la partícula (g·cm ⁻³)
ρ_l	densidad del líquido (g·cm ⁻³)
R	lectura del hidrómetro (g·l ⁻¹)
t	tiempo (min)

1.4.1.1. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- agitador de botellas;
- baño ultrasónico (opcional);
- probetas de 1000mL;
- hidrómetro ASTM 152H;
- termómetro para temperatura de ambiente;
- cronómetro o reloj con segundero;
- estufa;

■ reactivos

- solución de hexametáfosfato de sodio; ($\text{Na}_2[\text{Na}_4(\text{PO}_3)_6]$) de 5 %;

1.4.1.2. Procedimiento

dispersión:

1. colocar 40g de tierra fina, secada al aire, en una botella de 500mL (si posible con los pretratamientos descritos), agregar 100mL de solución de hexametáfosfato de sodio ($\text{Na}_2[\text{Na}_4(\text{PO}_3)_6]$) de 5 %, y 250mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$; dejar en reposo una noche;

2. agitar la suspensión en un agitador por 2 horas;
3. *opcionalmente*: optimizar la dispersión mediante un tratamiento de la suspensión en un baño ultrasónico, durante 5min;

medición:

4. verter la suspensión dispersada en una probeta de 1L y enrasar con H_2O_{desion} a 1 litro;
5. preparar un testigo (o blanco) con 100mL de solución de hexametáfosfato de Na y 900mL de H_2O_{desion} ;
6. homogeneizar la suspensión mediante un émbolo especial con movimientos continuos; (o tapar la probeta y homogeneizar la suspensión agitando fuertemente toda la probeta);
7. al terminar la homogeneización, se registra el tiempo a partir del momento en el cual la probeta se coloca en la mesa con un cronómetro; (comienzo de la sedimentación);
8. poner inmediatamente el hidrómetro en la suspensión y tomar lecturas (R) a los 30 y 60s; evitar movimientos bruscos con el hidrómetro, para no producir turbulencias en la suspensión;
9. sacar el hidrómetro, lavarlo y secarlo;
10. poner el hidrómetro en el blanco y sacar el valor para la corrección (R_l); medir la temperatura en el testigo;
11. volver a poner el hidrómetro cada vez 30 segundos antes de la lectura en la suspensión y tomar lecturas a los 3, 120 y 360 minutos;
12. sacar para cada medición el valor R_l y la temperatura en el blanco;
13. al terminar las extracciones, guardar la suspensión restante en las probetas para el análisis de la fracción de arena mediante tamizado;

1.4.1.3. Cálculos

a. la concentración de suelo (C) en (g/L) para cada medición se calcula según

$$C = R - R_l \tag{1.10}$$

$$P = \frac{C}{C_0} \cdot 100 \tag{1.11}$$

C	concentración de suelo ($g \cdot l^{-1}$)
R	lectura del hidrómetro ($g \cdot l^{-1}$)
R_l	lectura del hidrómetro en el blanco ($g \cdot l^{-1}$)
P	proporción de la fracción de suelo (%)
C_0	concentración total de suelo usado en el análisis ($g \cdot l^{-1}$)

b. el diámetro (D) de las partículas correspondiente a los diferentes tiempos se calcula según ecuación 1.9, respetando los valores de viscosidad (η) y densidad (ρ_l) del líquido (solución de hexametáfosfato de Na; conc. final 5g/l), en función de la temperatura:

$$D = 175 \cdot \sqrt{\frac{\eta}{\rho_p - \rho_l} \cdot (-0.164 R + 16.3)} \tag{1.12}$$

con D en (μm) y t en (min)

c. Cálculo de la proporción de fracciones granulométricas definidas

Los diámetros que corresponden a las proporciones medidas por el análisis densimétrico, dependen de las circunstancias durante la medición (composición de la muestra, viscosidad del líquido, temperatura) y no coinciden con los límites granulométricos definidos. Por eso, para determinar la proporción de cada fracción definida en el rango inferior de $50\mu\text{m}$ se saca o bien el valor gráficamente de la curva acumulativa o se calcula según:

$$P_{def} = P_i + \frac{(\ln(D_{def}) - \ln(D_i))}{(\ln(D_s) - \ln(D_i))} \cdot (P_s - P_i) \quad (1.13)$$

P_{def}	porcentaje de partículas con un diámetro inferior a un límite definido (->fracción definida) (%)
D_{def}	límite definido (diámetro) de una cierta fracción (μm)
D_i	próximo diámetro medido inferior al límite definido (μm)
D_s	próximo diámetro medido superior al límite definido (μm)
P_i	porcentaje medida de partículas con un diámetro inferior a D_i (%)
P_s	porcentaje medida de partículas con un diámetro inferior a D_s (%)

Conviene colocar las fórmulas descriptas arriba en una planilla de cálculo, según el modelo que se muestra en fig. 1.5, pág. 17.

1.4.2. Análisis con pipeta

Según Gee y Bauder (1986); Schlichting et al. (1995).

1.4.2.1. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- agitador de botellas;
- baño ultrasónico (opcional);
- probetas de 1000mL;
- termómetro para temperatura de ambiente;
- pipeta semi-automática de 10mL;
- vasos de precipitación de 50mL;
- cronómetro o reloj con segundero;
- estufa;

■ reactivos

- solución de hexametáfosfato de sodio; ($\text{Na}_2[\text{Na}_4(\text{PO}_3)_6]$) de 5 %;

1.4.2.2. Procedimiento

dispersión:

1. colocar 20g de tierra fina, secada al aire (con los pretratamientos descritos), en una botella de 500mL, agregar 100mL de solución de hexametáfosfato de sodio ($\text{Na}_2[\text{Na}_4(\text{PO}_3)_6]$) de 5 %, y 250mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$; dejar en reposo una noche;
2. agitar la suspensión en un agitador por 2 horas;
3. *opcionalmente:* optimizar la dispersión mediante un tratamiento de la suspensión en un baño ultrasónico, durante 5min;

medición:

4. verter la suspensión dispersada en una probeta de 1L y enrasar con $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ a 1 litro;
5. homogeneizar la suspensión mediante un émbolo especial con movimientos continuos; (o tapar la probeta y homogeneizar la suspensión agitando fuertemente toda la probeta);
6. al terminar la homogeneización, se registra el tiempo a partir del momento en el cual la probeta se coloca en la mesa, con un cronómetro; (inicio de la sedimentación);
7. introducir la pipeta semi-automática aproximadamente 15s antes de los tiempos predeterminados, de acuerdo a la primera fracción a medir (limo, $\emptyset \leq 50\mu\text{m}$) y la temperatura de la suspensión (cuadro 1.2), hasta la profundidad de extracción definida y realizar la toma de una alícuota de 10mL en el tiempo establecido;
8. descargar la alícuota en un vaso de precipitación previamente tarado; cargar la pipeta una vez con $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ y evacuar el agua también en el vaso de precipitación;
9. colocar el vaso de precipitación con la alícuota extraída en una estufa a 105°C;
10. repetir las extracciones para las fracciones de limo fino ($\emptyset \leq 20\mu\text{m}$) y arcilla ($\emptyset \leq 2\mu\text{m}$);

11. al terminar las extracciones, guardar la suspensión restante en las probetas para el análisis de la fracción de arena mediante tamizado;
12. después de secar las muestras extraídas en la estufa a 105°C hasta constancia de peso ($\geq 24h$), dejarlas enfriar en un desecador;
13. pesar los vasos de precipitación con las muestras con una exactitud de 0.001g;

Cuadro 1.2: Tiempos de sedimentación para partículas finas en una solución de hexametáfosfato de sodio (5g/L), en función de la temperatura y la profundidad de extracción de la muestra. Valores calculados según la Ley de Stokes

profundidad T (°C)	12 cm			4 cm		
	50 μm (s)	20 μm (m:ss)	2 μm (h:mm:ss)	50 μm (s)	20 μm (m:ss)	2 μm (h:mm:ss)
18	57	5:58	9:56:51	19	1:59	3:18:57
19	56	5:51	9:45:25	19	1:57	3:15:08
20	55	5:41	9:28:18	18	1:54	3:09:26
21	53	5:33	9:15:43	18	1:51	3:05:14
22	52	5:26	9:02:34	17	1:49	3:00:51
23	51	5:18	8:49:60	17	1:46	2:56:40
24	50	5:10	8:37:26	17	1:43	2:52:29
25	49	5:04	8:25:59	16	1:41	2:48:40
26	47	4:57	8:14:33	16	1:39	2:44:51
27	46	4:50	8:03:41	15	1:37	2:41:14
28	45	4:44	7:52:49	15	1:35	2:37:36

1.4.2.3. Cálculos

a. proporción de la fracción de arcilla (*Arc*: $<2\mu\text{m}$):

$$P_2 = (m_2 - m_{hmf}) \times \frac{V_{tot}}{V_{ali}} \times \frac{100}{m_s} \quad (1.14)$$

P_2 proporción de la fracción $< 2\mu\text{m}$, = *Arc* (%)
 m_2 masa neta de la fracción $< 2\mu\text{m}$ en la alícuota (g)
 m_{hmf} masa de hexametáfosfato de sodio en la alícuota extraída (g)
 V_{ali} volumen de alícuota (L)
 V_{tot} volumen total de la suspensión usada (L)
 m_s masa total de suelo usado en el análisis (g)

b. fracción de limo fino (L_f : 2 - $20\mu\text{m}$):

$$P_{20} = (m_{20} - m_{hmf}) \times \frac{V_{tot}}{V_{ali}} \times \frac{100}{m_s} \quad (1.15)$$

$$P_{2-20} = P_{20} - P_2 \quad (1.16)$$

P_{20} proporción de la fracción $< 20\mu\text{m}$ (%)
 m_{20} masa neta de la fracción $< 20\mu\text{m}$ en la alícuota (g)
 P_{2-20} proporción de la fracción 2 - $20\mu\text{m}$, = L_f (%)

c. fracción de limo grueso (L_g : 20 - 50 μ m):

$$P_{50} = (m_{50} - m_{hmf}) \times \frac{V_{tot}}{V_{ali}} \times \frac{100}{m_s} \quad (1.17)$$

$$P_{20-50} = P_{50} - P_{20} \quad (1.18)$$

P_{50} proporción de la fracción < 50 μ m (%)
 m_{50} masa neta de la fracción < 50 μ m en la alícuota (g)
 P_{20-50} proporción de la fracción 20 - 50 μ m, = L_g (%)

1.5. Tamizado - fracciones de arena

El tamizado en húmedo se realiza en continuación de cualquiera de los análisis de las fracciones de limo y arcilla descriptos arriba.

Aparatos y materiales

- juego de tamices con aperturas de 2.0, 1.0, 0.5, 0.25, 0.10 y 0.05 mm; base con embudo o embudo grande, con diámetro mayor a aquel de los tamices;
- vasos de precipitación;
- balanza analítica;
- picetas;
- estufa;

1.5.1. Procedimiento

1. colocar el juego de tamices sobre un fondo con embudo;
2. homogeneizar la suspensión en la probeta;
3. verter la suspensión sobre el juego de tamices y lavar cada uno de los tamices con H₂O hasta que todas las partículas más finas hayan pasado el tamiz correspondiente;
4. dejar escurrir los tamices y trasladar las diferentes fracciones a vasos de precipitación, previamente taradas, mediante piceta; para pasar el resto del material que queda pegado en la malla del tamiz, es conveniente secar los tamices en estufa y así eliminar con mayor facilidad el material restante;
5. secar las muestras en una estufa a 105°C (≥ 24 h) hasta constancia de peso;
6. sacar las muestras de la estufa, dejar enfriar en un desecador y luego pesarlas con una exactitud de 0.001g;

1.5.2. Cálculos

- cada subfracción en la clase de arena se calcula según:

$$P_i = \frac{m_i}{m_s} \times 100 \quad (1.19)$$

P_i proporción de la fracción i (%)
 m_i masa neta de la fracción i (g)
 m_s masa total de suelo usado en el análisis (g)

1.6. Errores

1.6.1. Errores sistemáticos, condiciones marginales

- los tiempos indicados y profundidades de sedimentación valen para partículas esféricas con una densidad $2.65\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ y una temperatura constante de la suspensión;
- en el tamizado, partículas con forma laminar (p.e. mica) entran en una clase más grande que equivale a su diámetro intermedio, mientras que en la sedimentación entran en una fracción más fina, porque se mueven en el sentido transversal a su posición (horizontal) que resulta en una fricción más alta;
- si todas las partículas tienen la misma desviación de la densidad de $2.65\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$, se puede corregir el tiempo de sedimentación por la densidad real, medida por picnometría. En cambio, teniendo diferentes minerales, como silicatos, carbonatos, minerales pesados y coloides de materia orgánica en las fracciones finas, no se puede corregir el resultado con un factor promedio.
- oscilaciones de temperatura perturban la sedimentación monótona por convección; por eso se recomienda el uso de un baño de agua o un ambiente termoconstante.

1.6.2. Error analítico total

Es conveniente estimar el error analítico total del análisis granulométrico. Se comparan la masa total de suelo usado y la masa reencontrada en el análisis, según:

$$\epsilon_t = \frac{\sum_{i=1}^n m_i - m_s}{m_s} \times 100 \quad (1.20)$$

ϵ_t	error total del análisis (%)
m_i	masa de las diferentes fracciones (g)
m_s	masa total de suelo usado en el análisis (g)

De acuerdo a Schlichting et al. (1995), el error total para la combinación de tamizado y método de pipeta, no debería superar los 3 %.

1.7. Presentación de los resultados

Los resultados del análisis de textura (tamizado y análisis densimétrico) pueden ser representados en curvas acumulativas (fig. 1.3), anotando en la ordenada la proporción acumulada de las fracciones y en la abscisa logarítmica el diámetro de las partículas. Esta curva da una buena impresión de la composición granulométrica de la tierra fina. Se puede informar sobre la parte de cualquier fracción. Para una comparación cuantitativa de diferentes muestras hay que evaluar el área que está limitada por la curva: cuanto más grande el área, tanto más fina será la textura.

Conociendo las proporciones de las fracciones singulares, conviene también presentar los datos en el triángulo de textura (fig. 1.4), en el cual se anotan los resultados según los porcentajes de las tres fracciones arena, limo y arcilla. En el triángulo, se marcan las principales clases texturales, lo que facilita la interpretación de los resultados, dado que estas clases son suficientemente distintas como para que cada una refleje determinadas condiciones ecológicas y/o cierta edafogénesis.

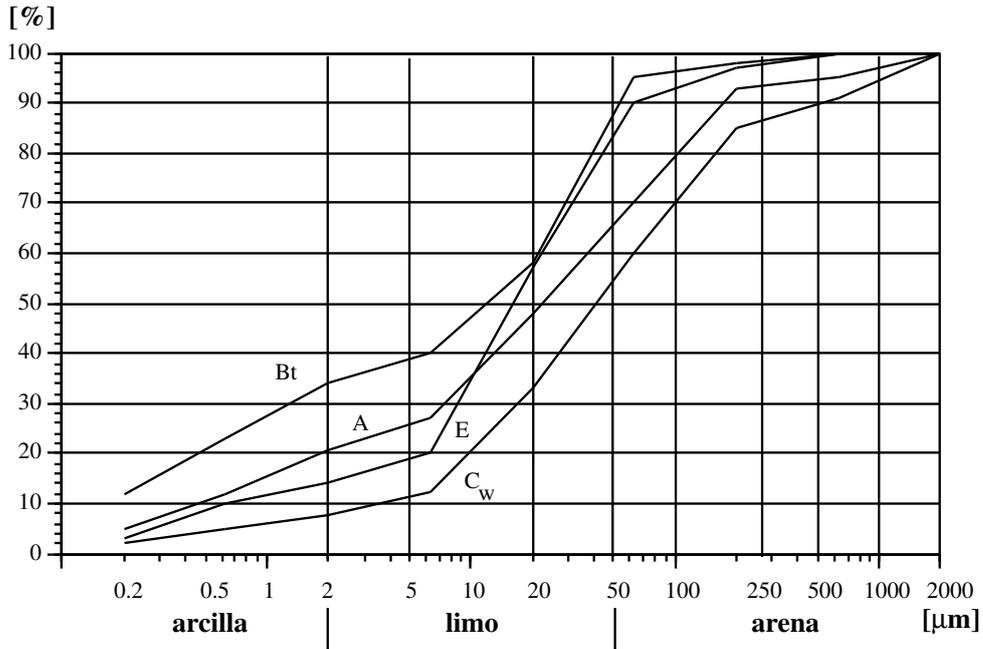


Figura 1.3: Curva acumulativa de la composición granulométrica, ejemplos de diferentes horizontes

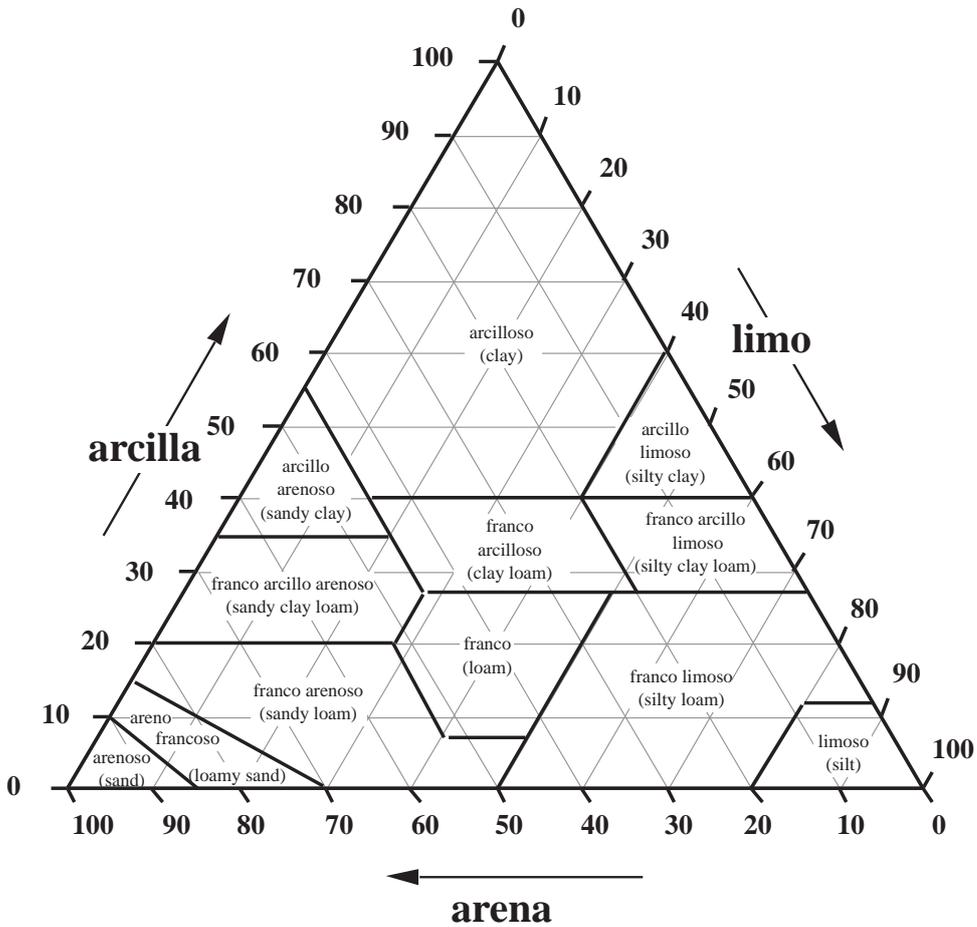


Figura 1.4: Triángulo de textura (clases según USDA)

Bibliografía

- Day, P. R. 1965. Particle Fractionation and Particle-Size Analysis. *En*: Black, C.A. (ed.), Methods of soil analysis. Part 1: Physical and mineralogical properties, including statistics of measurement and sampling, págs. 545–566. N^o 9 en Agronomy, ASA, Inc., Publisher, Madison, Wisconsin, USA.
- Gee, G.W. y Bauder, J.W. 1986. Particle-size analysis. *En*: Klute, A. (ed.), Methods of soil analysis. Part 1: Physical and mineralogical methods, págs. 383–411. N^o 9 en Agronomy, ASA, ASSA, Inc., Publisher, Madison, Wisconsin, USA.
- Klute, A. (ed.). 1986. Methods of soil analysis. Part 1: Physical and mineralogical methods. N^o 9 en Agronomy, ASA, ASSA, Inc., Publisher, Madison, Wisconsin, USA.
- Schlichting, E., Blume, H.-P. y Stahr, K. 1995. Bodenkundliches Praktikum. Eine Einführung in pedologisches Arbeiten für Ökologen, insbesondere Land- und Forstwirte, und für Geowissenschaftler. Blackwell Wissenschaftsverlag, Berlin, 295 págs.
- Soil Survey Division Staff. 1993. Soil survey manual. N^o 18 en Agriculture Handbook, United States Department of Agriculture, Washington, 437 págs.

2. Sistema poroso del suelo - curva de retención de agua

Resumido de acuerdo a Klute (1986); Schlichting et al. (1995)

2.1. Introducción

El suelo representa un sistema poroso que se caracteriza por tamaño, forma y proporción de los poros. Es de gran importancia ecológica, porque determina el almacenamiento y movimiento de agua y aire en el suelo y es el espacio físico para el desarrollo de los organismos del suelo y las raíces vegetales.

Las características del sistema poroso dependen de la textura, es decir de la distribución granulométrica de las partículas, y de la organización espacial de éstas últimas en unidades mayores, la estructura del suelo.

La descripción del sistema poroso se podría realizar con métodos micromorfológicos, mediante cortes delgados y microscopio. Sin embargo, esta metodología requiere de un equipamiento específico y de mucho tiempo. Por eso, se usan métodos indirectos que se basan en la retención de agua por los poros.

Los poros del suelo retienen agua debido a fuerzas capilares según (ver también fig. 2.1):

$$h = \frac{2\sigma \cdot \cos\alpha}{r \cdot \rho_{ag} \cdot g} \quad (2.1)$$

$$h = \text{const} \cdot \frac{1}{r} \quad (2.2)$$

$$h = \frac{0.15}{r} \quad (2.3)$$

h	altura de ascenso capilar (m)
σ	tensión superficial del agua (N/m)
α	ángulo de contacto entre superficie de agua y pared capilar
r	radio del capilar (m)
ρ_{ag}	densidad específica del agua (kg/m ³)
g	aceleración de gravedad (m/s ²)
const	constante dimensional (m ²)

El ascenso capilar h , inversamente proporcional al radio r del capilar, refleja la succión con la cual el capilar o poro retiene el agua. Corresponde a la presión hidroestática negativa de una columna de agua de la misma altura h . Para extraer agua del suelo, una planta tiene que superar la fuerza de retención de agua que posee el suelo en función de los tamaños de sus poros. Como esta succión representa un nivel energético, se la llama también potencial, y como el sistema de poros está formado por la fase sólida, la matriz del suelo, se denomina como potencial matricial (ψ). Otros términos que se usan para ello son retención, tensión o succión de agua.

El potencial, que representa una energía, se puede expresar en energía por volumen de agua, que resulta en unidades de presión, o, refiriendo la energía al peso de agua, resulta la dimensión de una distancia, correspondiendo a la altura de una columna de agua (cuadro 2.1). En la edafología es muy común el uso de la unidad pF , que es el logaritmo decimal de la succión en cm de columna de agua.

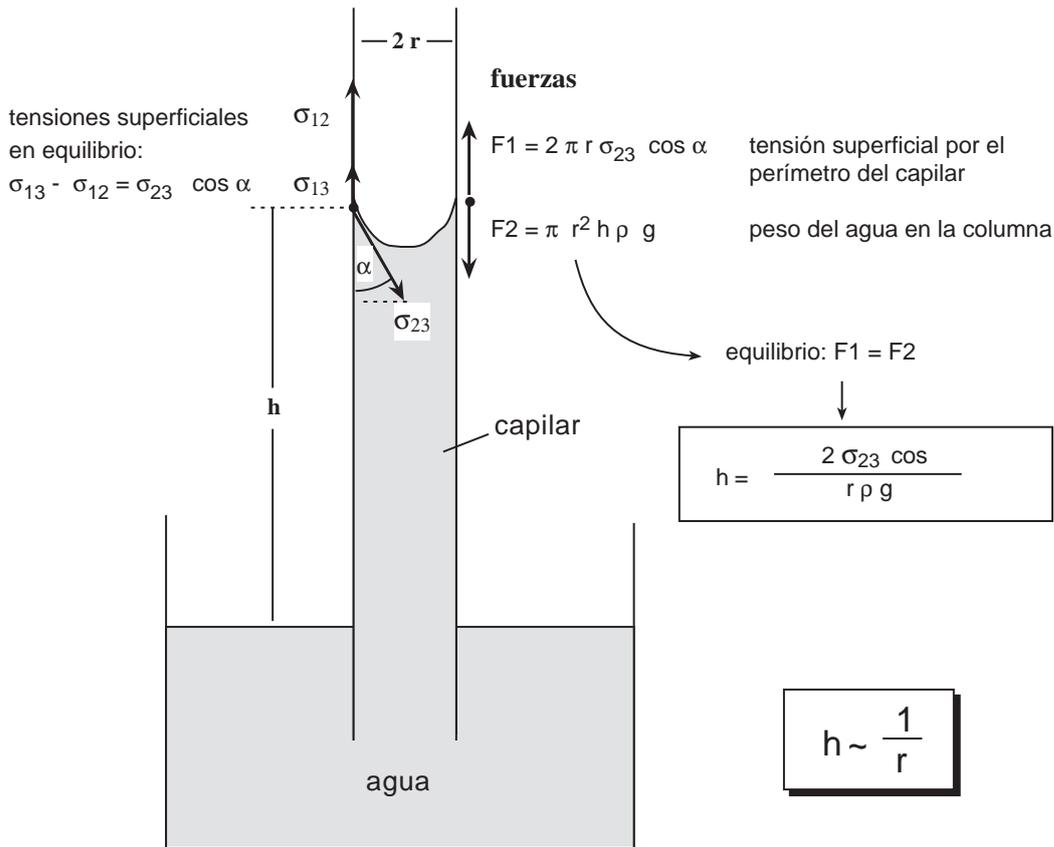


Figura 2.1: Equilibrio de fuerzas en el ascenso capilar. Ver leyenda de símbolos en el texto.

Cuadro 2.1: Magnitudes de referencia, dimensiones y unidades usadas para el potencial del agua del suelo ($\psi = m \cdot g \cdot l$)* (según Hartge, 1978, cambiado)

magnitud de referencia	dimensión	unidad	magnitud de medición
-	$\frac{M \cdot L \cdot L}{T^2}$	$\frac{\text{kg} \cdot \text{m} \cdot \text{m}}{\text{s}^2} = \text{Nm} = \text{J}$	energía
volumen (V)	$\frac{M \cdot L \cdot L}{L^3 \cdot T^2}$	$\frac{\text{N}}{\text{m}^2} = \text{Pa}$	presión
peso ($m \cdot g$)	$\frac{M \cdot L \cdot L \cdot T^2}{M \cdot L \cdot T^2}$	m	columna de agua

* m = masa del agua [M], g = aceleración de gravedad [$\frac{L}{T^2}$], l = altura de columna de agua [L]

La relación entre el potencial matricial (ψ) y el contenido de agua (θ), representada en una curva, es conocida como curva de retención de agua, característica del agua del suelo o relación $\psi - \theta$. Como la retención de agua por la matriz se debe a fuerzas capilares en el sistema poroso, la curva proporciona en el mismo tiempo la distribución de los tamaños de los poros (ver fig. 2.2).

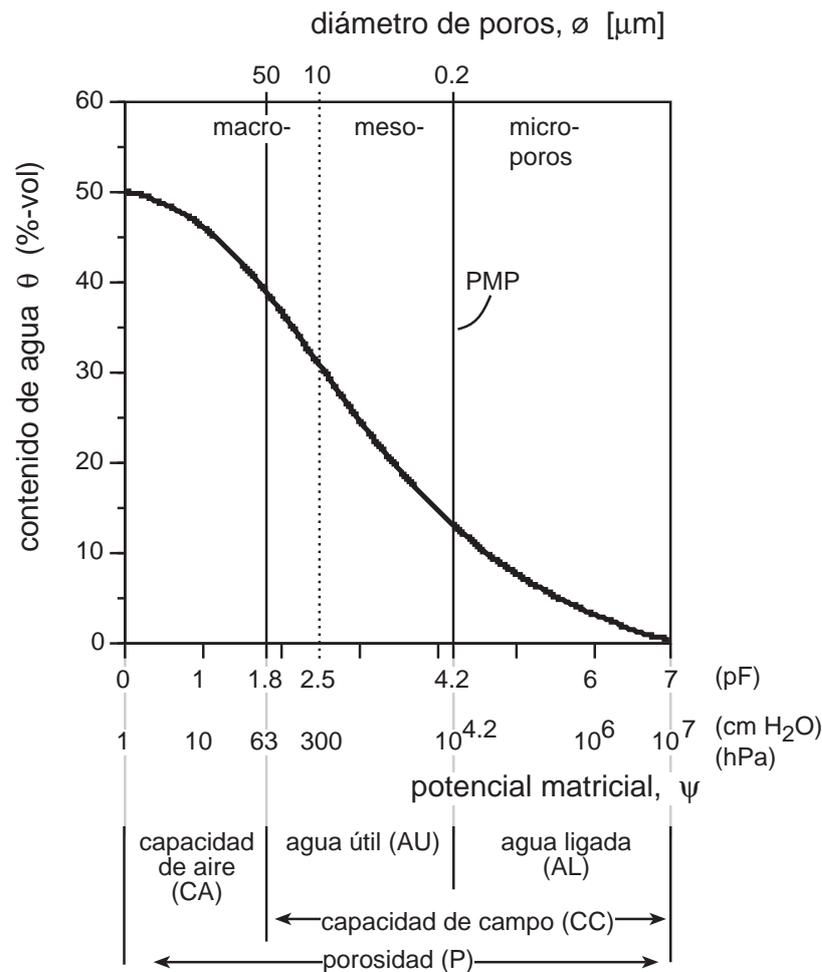


Figura 2.2: Curva de retención de agua y distribución de los tamaños de los poros, en dos diferentes representaciones. Fracciones de agua y poros marcadas. PMP = punto de marchitez permanente. Representación como $\theta = f(\psi)$

Según la intensidad con que el agua está fijada por la matriz del suelo, se distinguen diferentes fracciones de agua, que se caracterizan por su movilidad y su disponibilidad para las plantas. Las fracciones se pueden determinar mediante la curva de retención de agua (figs. 2.2 y 2.3), aunque las definiciones para ellas tienen su origen en la descripción de ciertas situaciones *in situ*.

porosidad (P, pF = 0): volumen total de poros; corresponde a la capacidad máxima de agua que cabe en el suelo;

capacidad de campo (CC; pF > 1.8; poros con $\phi < 50 \mu\text{m}$): ¹ la fracción de agua que retiene el suelo contra la gravedad después de haber estado saturado totalmente con agua. Es un estado de equilibrio *in situ*, regulado por el drenaje de los macroporos. Para la estimación de la capacidad de campo, se usa comúnmente la retención de agua en pF 1.8 (63hPa), correspondiendo a la proporción de poros con diámetro $< 50 \mu\text{m}$;

capacidad de aire (CA, pF 0-1.8, poros con $\phi > 50 \mu\text{m}$): fracción de macroporos que se drena rápidamente después de saturar el suelo con agua; corresponde al volumen de aire en la situación de la

¹Respecto a la capacidad de campo hay que aclarar que ésta representa un estado de equilibrio *in situ* regulado por el drenaje de los macroporos. El potencial correspondiente a esta situación toma valores entre pF 1.8 a 2.5, según las características de drenaje de los suelos. En la bibliografía norteamericana y francesa, se considera generalmente el pF 2.5 como límite de capacidad de campo, mientras que en este manual, de acuerdo a la escuela alemana, se usa el límite de pF 1.8;

2. Sistema poroso del suelo - curva de retención de agua

capacidad de campo; es el volumen de poros para la percolación rápida de agua y la circulación de aire;

agua ligada (AL, pF >4.2, poros con $\phi < 0.2 \mu\text{m}$): fracción no disponible para plantas (por definición), ligada con una succión mayor de pF 4.2 (15000hPa, 15bar) en los microporos del suelo; es la diferencia entre la porosidad y la capacidad de campo;

agua útil (AU, pF 1.8-4.2, poros con $\phi = 0.2 - 50 \mu\text{m}$): es la fracción de agua que retiene el suelo contra la gravedad y que es a su vez disponible para las plantas; corresponde a la proporción de macroporos finos y mesoporos; es la diferencia entre la capacidad de campo y el agua ligada;

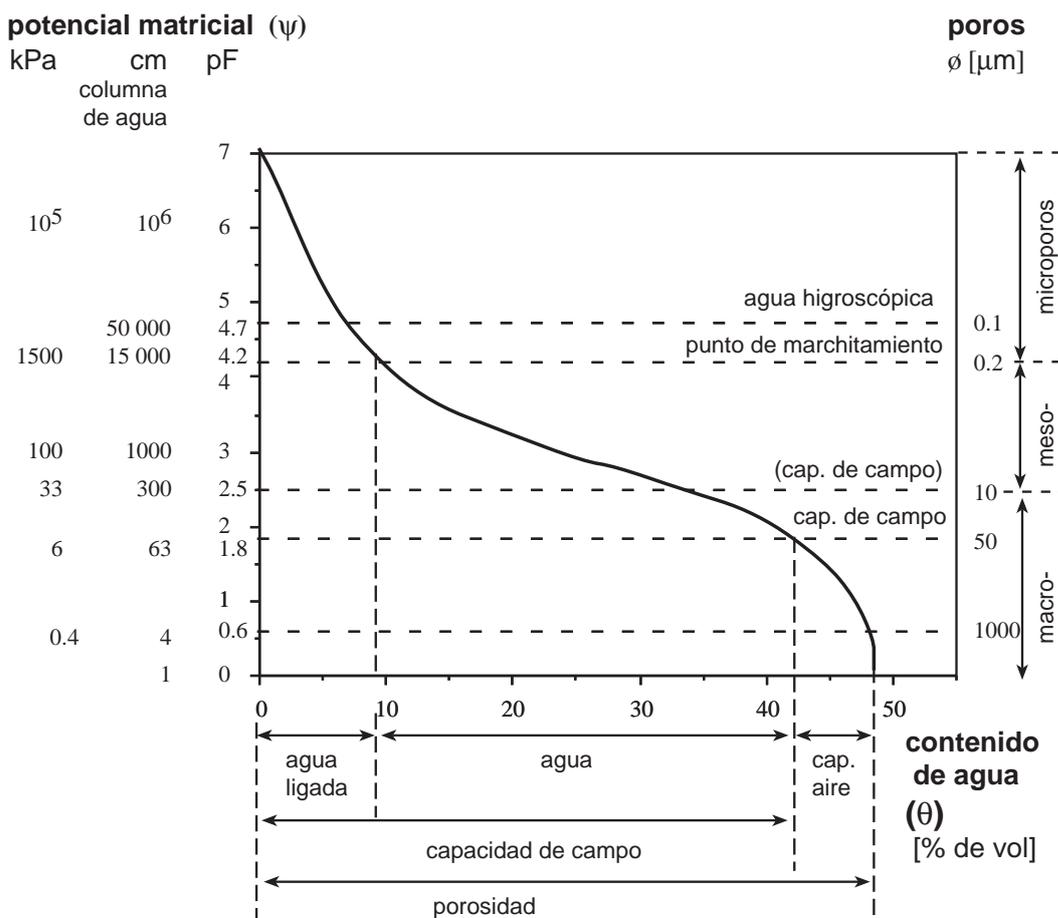


Figura 2.3: Curva de retención de agua y distribución de los tamaños de los poros. Fracciones de agua y límites descriptos en el texto se encuentran marcados. Representación como $\psi = f(\theta)$

punto de marchitez permanente (PMP, pF=4.2): potencial límite, a partir de que la planta sufre la marchitez permanente; el valor de pF=4.2 se estableció por definición, en base a ensayos con unas pocas especies vegetales de las zonas húmedas; cabe aclarar, que especies de ambientes naturales en zonas (semi)áridas pueden superar este potencial típicamente;

agua higroscópica (>pF 4.7): designa el agua de adsorción en la superficie de partículas; no existe agua capilar; como dice el nombre, es el contenido de agua adsorbida del suelo secado al aire, en equilibrio con la humedad atmosférica;

En base a las fracciones respectivamente rangos de poros establecidos, se definen las siguientes relaciones:

$$P = CA + CC \quad (2.4)$$

$$CC = AU + AL \quad (2.5)$$

$$CC = P - CA \quad (2.6)$$

$$AU = CC - AL \quad (2.7)$$

- P* porosidad, fracción volumétrica sin unidad, (%-vol)
CA capacidad de aire, “
CC capacidad de campo, “
AU agua útil, “
AL agua ligada, “

El sistema poroso se divide, según esta retención de agua, en macroporos (anchos y estrechos), mesoporos y microporos con las características presentadas en cuadro 2.2. Se desprenden de la tabla las funciones de los poros no sólo para el balance de agua y aire, sino también para el desarrollo de organismos.

Cuadro 2.2: Rangos de tamaños de poros y su importancia ecológica

tipo de poros	diámetro de poros (μm)	tensión de agua (pF)	importancia ecológica
macroporos, anchos	>50	0 - 1.8	aireación, drenaje rápido
macroporos, estrechos	50 - 10	1.8 - 2.5	drenaje lento, agua disponible, espacio para raíces de plantas y organismos del suelo
mesoporos	10 - 0.2	2.5 - 4.2	agua disponible, espacio para microorganismos
microporos	<0.2	>4.2	agua no disponible, espacio no accesible para la biota

2.2. Principio del método

Drenaje de un suelo a partir de saturación por agua vía una placa cerámica, aplicando potenciales definidos, y determinación gravimétrica del contenido de agua en el estado de equilibrio para cada potencial.

Como la retención de agua es inversamente proporcional al radio de los poros, la proporción de poros con un radio definido (r_d) se puede analizar al aplicar un potencial correspondiente (h_d) a un suelo saturado por agua y determinar el contenido de agua en la situación de equilibrio. Partiendo de un suelo saturado, éste se drena hasta que la fuerza de retención en los poros corresponde a la presión aplicada:

$$r_d \leq \frac{0.15}{h_d}; \quad \psi = h_d \quad (2.8)$$

El contenido de agua (θ = humedad volumétrica) del suelo en esta situación proporciona el volumen de poros con $r \leq r_d$, respectivamente la fracción de agua que es retenida con un potencial igual y mayor al establecido.

El potencial se aplica por succión o presión, colocando las muestras en una placa cerámica que permite el drenaje de agua a través de ella. Las placas cerámicas poseen un sistema poroso parecido al del suelo, pero con un rango de tamaños más pequeño. Por eso se usan distintos tipos de placas de acuerdo a la presión aplicada.

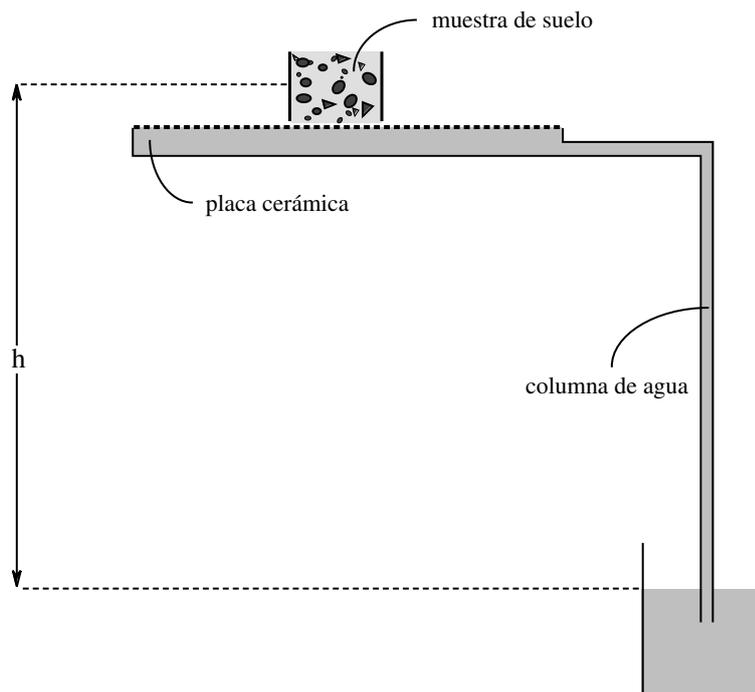


Figura 2.4: Esquema del drenaje de una muestra de suelo vía una placa cerámica a través de aplicación de succión (columna pendiente de agua)

Como la estructura determina marcadamente el sistema poroso en el rango de los meso y macroporos ($pF < 4.2$), se tienen que usar muestras no disturbadas del suelo, sacados en cilindros de metal de 100cm^3 . A diferencia, para la retención en microporos ($>15000\text{hPa}$, $pF > 4.2$), son solamente fuerzas de adsorción en la superficie de partículas primarias que determinan la retención, por eso se puede trabajar con material disturbado (tierra fina).

La saturación de suelos y de las placas cerámicas se realiza con una solución de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ con CaSO_4 y timol. El Ca sirve para mantener la estructuración del suelo, mientras que el timol inhibe el crecimiento de microorganismos que podrían tapan los poros del suelo y de las placas.

2.3. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- equipo de ollas de presión con fuente de aire comprimido, válvulas y manómetros de control;
- balanza analítica;
- estufa;
- filtros redondos ($\phi \approx 65\text{mm}$) de celulosa (filtros de café);
- bandeja con arena gruesa y malla mosquitera para la saturación de las muestras;
- placas cerámicas de 1000 y 15000hPa (1 y 15 bar);
- bomba de vacío p/ canilla de agua;

■ reactivos

- $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ desaireada, con 0.005mol/L de CaSO_4 y 0.2g/L de timol;

2.4. Procedimiento

2.4.1. Preparación de placas cerámicas y muestras

1. sumergir las placas cerámicas en $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ con CaSO_4 y timol; ≥ 48 horas antes de usar;
2. preparar una bandeja para la saturación de las muestras: poner una capa de gravilla de $\approx 2\text{cm}$ de espesor en la base de una fuente, bien nivelada y cubierta con una malla mosquitera de plástico;
3. poner los cilindros con las muestras no disturbadas (4 repeticiones) con un papel de filtro debajo en la bandeja preparada;
4. verter $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ con CaSO_4 y timol a la bandeja hasta un nivel de 1cm debajo del límite superior de los cilindros; dejar en reposo en este estado por 1-2 días;
5. verter $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ con CaSO_4 y timol hasta un nivel encima de los cilindros; dejar en reposo por 1-2 días;

2.4.2. Drenaje de muestras

Se realizan determinaciones para los potenciales pF 0.6, 1.8, 2.0, 2.5, 3.3 y 4.2; (4, 63, 330, 1960, 15000 hPa o cm de columna de agua)²;

a. pF 0.6 a 1.8

aplicación de succión mediante columna pendiente de agua;

- a.1 preparación de una placa cerámica de 1000hPa (1bar) de presión de entrada: sacar el aire atrapado en los poros para asegurar el funcionamiento correcto:
 - conectar la salida de la placa con una bomba de vacío de la canilla y aplicar succión mientras que la placa permanezca sumergida en agua;
 - cuando aparezcan muy pocas burbujas en la manguera de salida (después de 2-3 minutos), terminar el proceso: desconectar la manguera de la bomba debajo del agua, con el vacío todavía aplicado, para evitar que se retire aire nuevamente; cerrar la manguera de la placa con un tapón hasta iniciar el drenaje de las muestras;
- a.2 poner los cilindros con las muestras saturadas con el papel de filtro en la placa;
- a.3 colocar la placa con las muestras en una fuente y poner ésta en un estante; establecer una columna pendiente de agua de 4cm (pF 0.6), según fig. 2.4, cuya altura se mide entre la mitad de los cilindros y el espejo de agua donde termina la manguera; tapar la fuente para evitar evaporación;
- a.4 controlar y ajustar el nivel de agua en el recipiente de salida cada 12 a 24 horas;
- a.5 en estado de equilibrio, pesar las muestras (sin filtro) y anotar el valor;
- a.6 volver a colocar las muestras en la placa y realizar las mediciones para pF 1.8 = 63cm de columna de agua (63hPa);

b. pF 2.5

aplicación de presión en olla de presión, placa con presión de entrada de aire de 1000hPa (1bar);

- b.1 para la determinación en pF 2.5, colocar la placa con muestras en una olla de presión (ver fig. 2.5);
- b.2 verter una pequeña cantidad de agua en la placa (para asegurar una buena conexión entre placa y muestra);
- b.3 cerrar la olla de presión y aplicar una presión de pF 2.5 (330hPa = 0.33bar);

² 1cm de columna de agua = 0.981hPa

2. Sistema poroso del suelo - curva de retención de agua

- b.4 medir diariamente la cantidad de agua de drenaje para cada placa;
- b.5 en estado de equilibrio (drenaje cesa o tiene valores muy inferiores): pesar las muestras;

c. *pF* 3.3

en olla de presión, placa con presión de entrada de aire de 5000 ó 15000hPa (5 ó 15bar);

- c.1 cambiar la placa cerámica de 1000hPa por una de 15000hPa (15bar);
- c.2 colocar la placa con las muestras en la olla de presión y verter una pequeña cantidad de agua en la placa;
- c.3 cerrar la olla y aplicar una presión de *pF* 3.3 (1960hPa = 1.96bar);
- c.4 en estado de equilibrio: pesar las muestras;
- c.5 secar las muestras a 105°C y determinar masa seca (→ densidad aparente);

d. *pF* 4.2

olla de alta presión, material de suelo disturbado; placa con presión de entrada de aire de 15000hPa (15bar);

- d.1 colocar anillos de plástico (1cm de altura) en una placa de 15000hPa;
- d.2 llenar los anillos con tierra fina (tamizada a 2mm), 3 repeticiones por muestra;
- d.3 saturar las muestras con H_2O_{desion} (con $CaSO_4$ y timol) mediante piceta y dejar en reposo por 15 min; después completar la saturación;
- d.4 colocar la placa en la olla de alta presión;
- d.5 cerrar la olla y subir la presión lentamente a 15000hPa (15bar);
- d.6 medir la cantidad de H_2O de drenaje diariamente;
- d.7 en estado de equilibrio: poner las muestras en un vaso de precipitación tarado y determinar la masa húmeda del suelo;
- d.8 secar las muestras a 105°C y determinar masa seca;

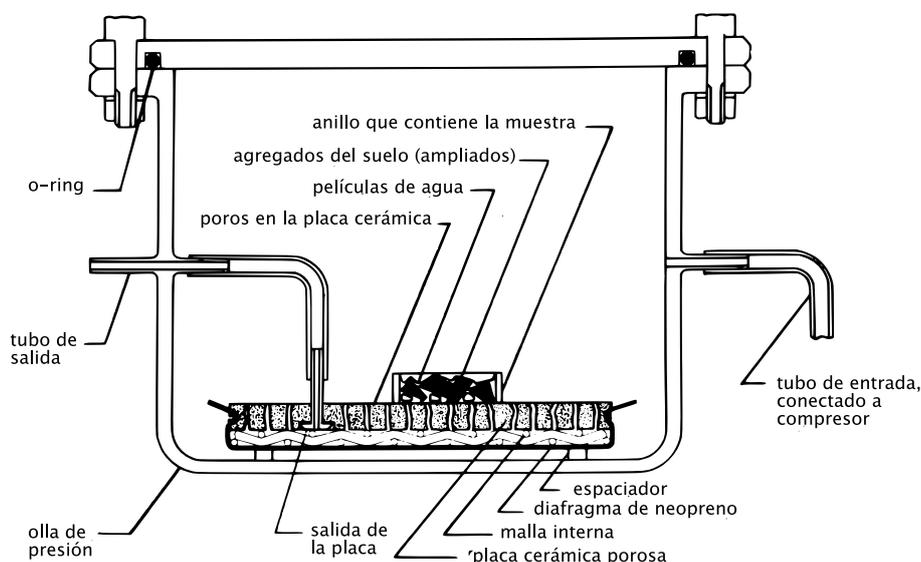


Figura 2.5: Sección transversal por una olla de presión con placa cerámica y muestra de suelo (según SoilMoisture, 2004)

2.5. Cálculos y presentación de los resultados

2.5.1. Humedad volumétrica, densidad aparente y porosidad

a. pF 0.6 a pF 3.3, muestras volumétricas:

$$\theta = \frac{m(\psi) - m_s}{\rho_{ag} \cdot V_{ap}} \quad (2.9)$$

θ	humedad volumétrica (%-vol)
$m(\psi)$	masa del suelo húmedo en un determinado nivel matricial ψ (g)
m_s	masa del suelo seco (g)
ρ_{ag}	densidad específica de agua ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)
V_{ap}	volumen aparente (cm^3)

Al tener $\rho_{ag} \approx 1\text{g/cm}^3$ y un volumen aparente $V_{ap} = 100\text{cm}^3$, se simplifica el cálculo a

$$\theta = m(\psi) - m_s; \quad \text{para } \rho_{ag} \approx 1; V_{ap} = 100\text{cm}^3; \quad (2.10)$$

b. densidad aparente y porosidad

De la masa seca de las muestras volumétricas se calculan la densidad aparente y porosidad total según:

$$D_{ap} = \frac{m_s}{V_{ap}} \quad (2.11)$$

$$P = \left(1 - \frac{D_{ap}}{D_r}\right) \times 100 \quad (2.12)$$

D_{ap}	densidad aparente (g/cm^3)
P	porosidad (%-vol)
D_r	densidad real (g/cm^3)

c. pF = 4.2, muestras disturbadas:

$$H_g = \frac{m_{ag}}{m_s} \cdot 100 \quad (2.13)$$

H_g	humedad gravimétrica (%-masa)
m_{ag}	masa de agua (g)

Para calcular la humedad volumétrica correspondiente, se aplican:

$$D_{ap} = \frac{m_s}{V_{ap}}; \quad \rho = \frac{m_{ag}}{V_{ag}} \quad (2.14)$$

$$\theta = \frac{V_{ag}}{V_{ap}} = \frac{m_{ag}}{\rho_{ag} \cdot V_{ap}} \quad (2.15)$$

$$V_{ap} = \frac{m_s}{D_{ap}} \quad (2.16)$$

$$\theta = \frac{m_{ag} \cdot D_{ap}}{\rho_{ag} \cdot m_s} = \frac{m_{ag}}{m_s} \cdot \frac{D_{ap}}{\rho_{ag}} \quad (2.17)$$

$$\theta = H_g \cdot \frac{D_{ap}}{\rho_{ag}} \quad (2.18)$$

D_{ap}	densidad aparente ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)
V_{ag}	volumen de agua (cm^{-3})

2.5.2. Cálculo de las fracciones de agua y presentación de la curva

Los pares de valores $\psi - \theta$ se grafican en un diagrama x-y con escala logarítmica en el eje del potencial (ver figs. 2.2 2.6). Se calculan las diferentes fracciones de agua de acuerdo a las definiciones.

Una descripción matemática de la curva de retención se obtiene a través de la parametrización según van Genuchten (1980), la que fue aplicada en las figuras (2.6 y 2.7) de este texto:

$$\theta = \theta_r + (\theta_s - \theta_r)[1 + (\alpha h)^n]^{-m} \quad (2.19)$$

θ contenido volumétrico de agua
 θ_s θ de saturación, parámetro de ajuste
 θ_r θ residual, parámetro de ajuste
 α, n, m parámetros de ajuste

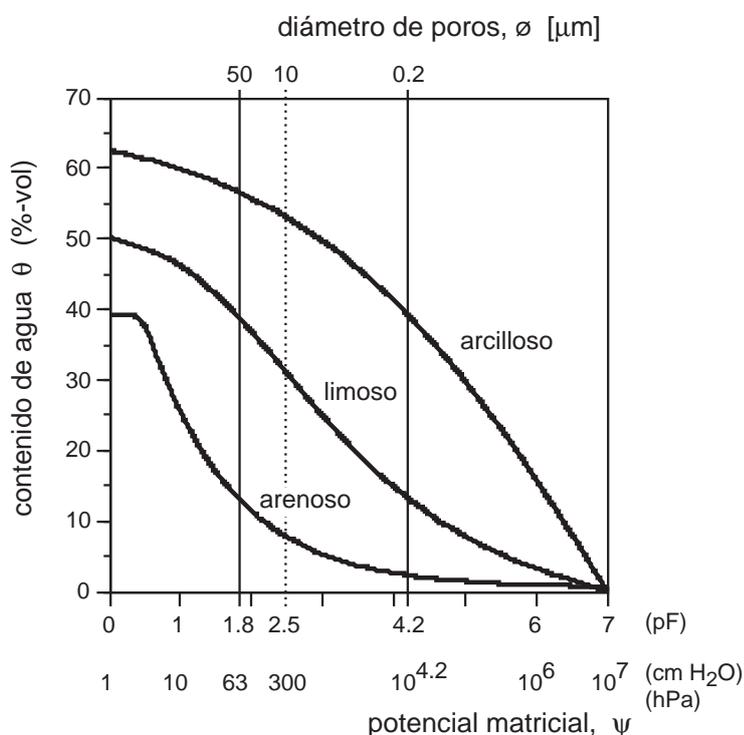


Figura 2.6: Curva de retención de agua (relación $\psi - \theta$) para suelos de diferentes texturas. Adaptación de las curvas según la ecuación de Van Genuchten

2.6. Observaciones

- la curva de retención de agua no es una relación fija, sino es diferente para humectación o secado; la curva de humectación demuestra valores inferiores de humedad para un potencial dado que la curva de drenaje; esta diferencia se llama histéresis de la curva de retención de agua (fig. 2.7); por eso, la curva determinada por drenaje generalmente sobreestima los valores reales;
- el valor para la capacidad de campo se define según una situación de equilibrio o cuasi-equilibrio in situ; para la determinación en laboratorio, se aproxima la capacidad de campo por la humedad en pF 1.8 ó 2.5, de acuerdo a las circunstancias encontradas in situ (ver definición capacidad de campo);

- el punto de marchitez también es un valor de definición, que fue establecido en base al comportamiento de dos diferentes especies vegetales; de acuerdo al ecosistema, puede haber especies que superan marcadamente esta capacidad de extraer agua;

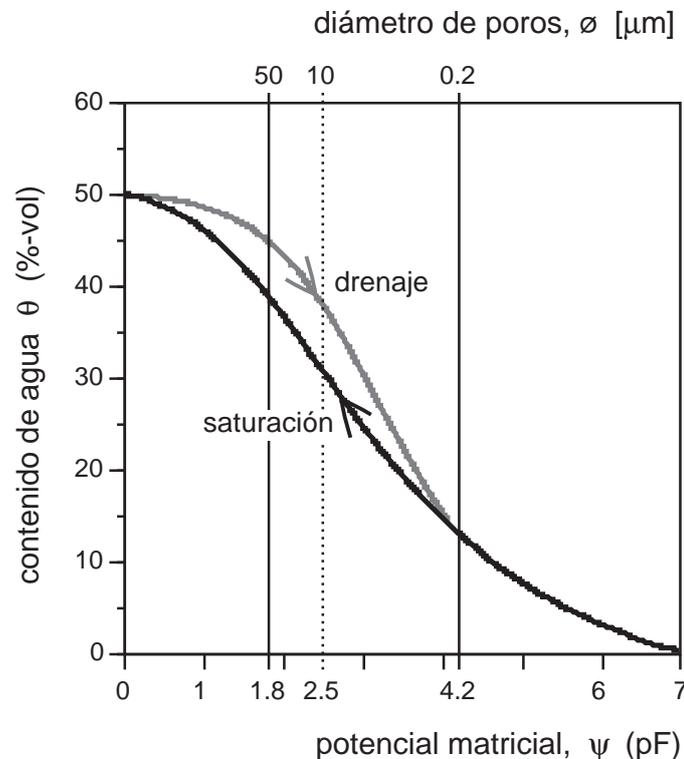


Figura 2.7: Histéresis de la curva de retención de agua: drenaje desde suelo saturado y saturación partiendo de suelo seco resultan en diferentes relaciones $\psi - \theta$

Bibliografía

- Hartge, K.H. 1978. Einführung in die Bodenphysik. Enke Verlag, Stuttgart.
- Klute, A. (ed.). 1986. Methods of soil analysis. Part 1: Physical and mineralogical methods. N^o 9 en Agronomy, ASA, ASSA, Inc., Publisher, Madison, Wisconsin, USA.
- Schlichting, E., Blume, H.-P. y Stahr, K. 1995. Bodenkundliches Praktikum. Eine Einführung in pedologisches Arbeiten für Ökologen, insbesondere Land- und Forstwirte, und für Geowissenschaftler. Blackwell Wissenschaftsverlag, Berlin, 295 págs.
- SoilMoisture. 2004. Operating instructions for the 5 bar pressure plate extractor. SoilMoisture Equipment Corp., Santa Barbara, Ca, USA. URL <http://www.soilmoisture.com/PDF%20Files/81600scan.pdf>.
- van Genuchten, M.T. 1980. A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils. Soil Sci. Soc. Am. J. 44:892–898.

3. Densidad real del suelo

3.1. Introducción

La densidad real designa la densidad específica de la fase sólida del suelo. Debido a que la mayor parte de esta fase se constituye de minerales silicáticos, la densidad real del suelo a menudo se encuentra cercana a la densidad del cuarzo, de 2.65g/cm^3 . Sin embargo, composiciones mineralógicas distintas y la presencia de componentes orgánicos resultan en valores diferentes de la densidad real del suelo.

La densidad real se requiere para una determinación exacta de la porosidad del suelo y para precisar la determinación granulométrica del suelo, dado que la densidad incide en la velocidad de sedimentación.

La medición de la densidad real se puede realizar a través del principio de la picnometría, en la cual se cuantifica el volumen de un cuerpo sólido a través del desplazamiento de un líquido o de un gas. La masa del cuerpo se determina por gravimetría.

Se presentan dos métodos estándar de picnometría.

3.2. Densidad real con picnómetro de aire

De acuerdo al manual técnico de un picnómetro de aire de acuerdo a Langer (Eijkelkamp, 1992) y la descripción metodológica detallada de Kretzschmar (1984) y Hartge y Horn (1989).

3.2.1. Principio

El volumen de un cuerpo sólido se determina mediante un picnómetro de aire. La medición se basa en el comportamiento de gases ideales (\rightarrow ley de los gases) y determina el cambio de presión de aire en un sistema definido por la reducción del volumen de aire por un cuerpo colocado adentro del mismo.

El método presentado aplica este principio en la manera siguiente: En una cámara de medición de volumen definido se produce un vacío por una columna pendiente de mercurio (Hg). La columna de Hg actúa a su vez como manómetro, reflejando su altura la presión en el sistema. Al introducir un cuerpo en la cámara de medición y aplicando las mismas condiciones marginales, se obtiene una presión distinta en el sistema, proporcional al volumen del cuerpo (ver ecuaciones abajo). La altura de la columna de Hg refleja la presión en el sistema (\rightarrow manómetro).

Utilizando una pieza de calibración con volumen conocido, el aparato se puede calibrar de tal manera, que las mediciones se toman directamente en las unidades de volumen.

$$\frac{V_1 \cdot p_1}{T_1} = \frac{V_2 \cdot p_2}{T_2} \quad \text{Ley de gases de Boyle-Mariotte Gay Lussac} \quad (3.1)$$

$$V_1 \cdot p_1 = V_2 \cdot p_2, \quad T_1 = T_2 = \text{const.} \quad (3.2)$$

$$V_2 = \frac{V_1 \cdot p_1}{p_2} \quad (3.3)$$

$$V_2 \propto \frac{1}{p_2}; \quad V_1, p_1 = \text{const.} \quad (3.4)$$

V_1, V_2 volumen del gas (situación 1, 2), (cm^3)

p_1, p_2 presión del gas (situación 1, 2), (Pa)

T_1, T_2 temperatura absoluta del gas (situación 1, 2), (K)

3.2.2. Aparatos y materiales

- balanza analítica;
- picnómetro de aire según Langer (ver esquema fig. 3.1);

- estufa;

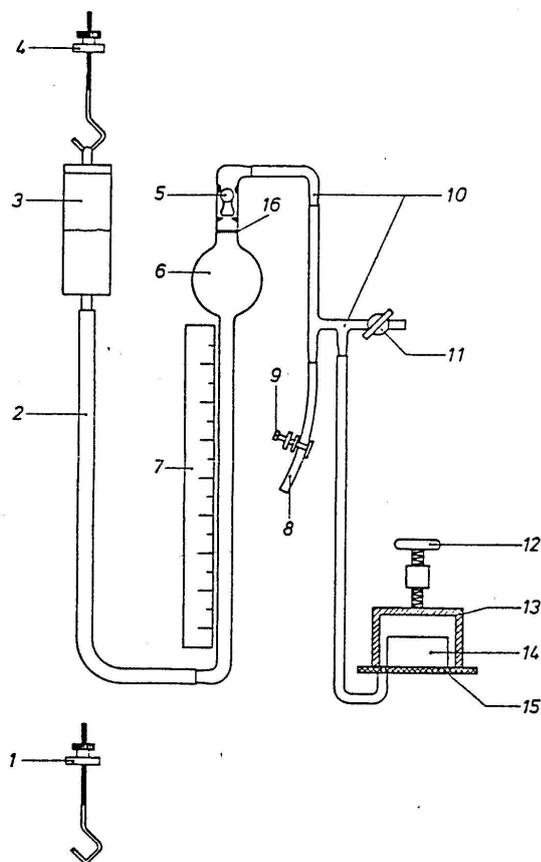


Figura 3.1: Dibujo técnico del picnómetro de aire según Langer (Eijkelkamp, 1992). 1 gancho inferior para colgar el reservorio de mercurio (3); 2 columna flexible; 4 gancho superior para colgar el reservorio (3); 5 válvula de seguridad; 6 expansión del tubo para almacenar Hg o aire; 7 escala para tomar lectura de nivel de la columna de Hg (manómetro), en unidades de volumen (cm^3); 8 tubo de acceso y válvula p/mantenimiento (9); 10 tubos de aire, comunicando la cámara de medición (13) con la columna de Hg; 11 válvula de operación para equilibrar el sistema con la presión atmosférica; 12 llave para cerrar la cámara de medición (13), 14 muestra, 15 base de la cámara de medición, 16 marca para nivelar la columna de Hg.

3.2.3. Procedimiento

preparación de las muestras

1. conviene usar una muestra que ocupe casi totalmente la cámara de medición, cuanto más ocupado el volumen, tanto menor el error del análisis;
2. para el equipo dado se usan muestras colocadas en cilindros de metal de 100cm^3 ;
3. las muestras deben estar con la humedad natural; muestras secadas a 105°C adsorben aire en la superficie de partículas que no está en comunicación con el aire del resto del sistema;
4. el uso de muestras húmedas requiere por lo tanto la determinación de la humedad luego de la medición picnométrica;
5. las muestras a analizar pueden ser disturbadas o no disturbadas;

ajuste de la columna de Hg

6. cerrar la cámara de medición (13);
7. poner la válvula (11) en posición 0 (horizontal) \rightarrow conexión del sistema con la atmósfera;

- ajustar el nivel de la columna de Hg en la marca roja del tubo de medición (16), variando la altura del reservorio de Hg (3) con la tuerca del gancho superior (4);

calibración

- colocar la pieza de calibración en la cámara de medición (13);
- cerrar la cámara de medición (13), teniendo en cuenta la posición de la tuerca de ajuste (12) para asegurar que el volumen de la cámara sea constante;
- poner válvula (11) en posición 1 (vertical); → sistema cerrado;
- bajar el reservorio de Hg (3) del gancho superior (4) lentamente y colocarlo en el gancho inferior (1);
- ajustar el nivel de la columna de Hg (7) al valor numérico que corresponde al volumen de la pieza de calibración, variando la altura del reservorio de Hg (3) en el gancho inferior (1);
- terminar la calibración colocando nuevamente el reservorio de Hg en el gancho superior; lentamente;
- poner la válvula (11) en posición 0 (horizontal);

medición

- cerciorarse que la válvula está en posición 0 (horizontal); → sistema abierto;
- colocar una muestra de suelo, dentro de un cilindro y con una tapa inferior, en la cámara de medición;
- cerrar la cámara de medición;
- poner la válvula en posición 1;
- bajar lentamente el reservorio de Hg del gancho superior al inferior;
- tomar la lectura del nivel en la escala del tubo de Hg (7) (→ $V_{sh.bruto}$);
- colocar nuevamente el reservorio de Hg en el gancho superior; con movimientos lentos;
- poner la válvula en posición 0 (horizontal); → sistema abierto;
- sacar la muestra de la cámara de medición;

determinación del volumen de cilindros vacíos y tapas

- colocar un cilindro vacío con la tapa y la pieza de calibración en la cámara de medición y proceder como descrito en el punto medición;

determinación de humedad y peso de la muestra

- pesar las muestras húmedas con cilindros;
- poner a secar a 105°C hasta constancia de peso;
- pesar las muestras secas con cilindro;
- determinar la tara del cilindro;

3.2.4. Cálculos

a. volumen neto de las muestras:

$$V_s = V_{sh.bruto} - V_{cil.tapa} - V_{ag} \quad (3.5)$$

$$V_{ag} = \frac{m_{ag}}{\rho_{ag}} \quad (3.6)$$

$$m_{ag} = m_{sh.bruta} - m_{s.bruta} \quad (3.7)$$

V_s	volumen del suelo seco (fase sólida) (cm ³)
$V_{sh.bruto}$	volumen bruto de la muestra de suelo, incluyendo vol. de cilindro, tapa y agua (cm ³)
$V_{cil.tapa}$	volumen de cilindro + tapa (cm ³)
V_{ag}	volumen de agua (cm ³)
m_{ag}	masa del agua (g)
ρ_{ag}	densidad específica del agua (g/cm ³)
$m_{s.bruta}$	masa bruta de suelo seco (a 105°C) (g)
$m_{sh.bruta}$	masa bruta de suelo húmedo (g)
m_{tara}	masa de tara (g)

b. densidad real del suelo (D_r):

$$D_r = \frac{m_s}{V_s} \quad (3.8)$$

$$m_s = m_{sh.bruta} - m_{tara} \quad (3.9)$$

c. porosidad (P), en caso de haber trabajado con muestras no disturbadas:

$$P = 1 - \frac{D_{ap}}{D_r} \times 100 \quad (3.10)$$

$$D_{ap} = \frac{m_s}{V_{ap}} \quad (3.11)$$

P	porosidad total (%)
D_{ap}	densidad aparente (g/cm ³)
V_{ap}	volumen aparente (cm ³)

3.3. Densidad real mediante picnómetro de líquido

De acuerdo a descripciones de Kretzschmar (1984) y Hartge y Horn (1989).

3.3.1. Principio

Cuantificación del volumen de un cuerpo sólido por del desplazamiento de un líquido (agua o xileno). Todas las mediciones son gravimétricas, con la derivación del volumen a través de la densidad específica del líquido usado.

3.3.2. Aparatos y materiales

- frascos de picnometría de borosilicato, con tapa esmerilada (= picnómetro);
- desecador con salida a bomba de vacío;

- bomba de vacío;
- balanza analítica;
- termómetro para temperatura de ambiente;
- estufa;

3.3.3. Procedimiento

¡Registrar las masas siempre con una exactitud de 0.001g! Ver también fig. 3.2;

pasos preparativos

1. preparar el agua a usar: hervir H_2O_{desion} por 10min para desgasificar; dejar enfriar;
2. secar el frasco de picnometría a 105°C y dejar enfriar en un desecador;
3. registrar la tara del picnómetro vacío con la tapa esmerilada del mismo; ($\rightarrow m_{p.v}$);
4. muestra de suelo: se deben usar muestras frescas (o secadas al aire), pero no secado a 105°C , porque material seco posee problemas de humectación debido a aire adsorbido;
 - usar una parte de la muestra (10-20g) para determinar la humedad de la tierra fina por secado a 105°C , dejar enfriar en el desecador medir la masa seca;
 - usar la tierra fina fresca para la medición de la densidad real;

medición - picnómetro con muestra

5. agregar, sobre la balanza, una cantidad de $\approx 10\text{g}$ de tierra fina seca en el picnómetro; registrar la masa total, incluyendo la tapa esmerilada del frasco; ($\rightarrow m_{p.s}$)
6. enrasar el picnómetro con H_2O_{desion} desgasificada;
7. colocar el picnómetro en un desecador y aplicar vacío, para forzar el escape de aire de la suspensión;
8. sacar el picnómetro del desecador y colocar la tapa esmerilada del frasco, teniendo en cuenta que no quede ninguna burbuja de aire dentro del picnómetro; secar cualquier humedad en las paredes del picnómetro;
9. medir la masa total del picnómetro lleno, tapado, en una balanza analítica, con una exactitud de 0.001g; ($\rightarrow m_{p.sa}$)

medición - picnómetro con agua

10. vaciar y limpiar completamente el picnómetro con H_2O_{desion} ; enjuagar con H_2O_{desion} desgasificada;
11. llenar el picnómetro con H_2O_{desion} desgasificada;
12. repetir los pasos 7 hasta 9 con el picnómetro lleno de agua; registrar la masa ($\rightarrow m_{p.a}$);
13. medir la temperatura del H_2O_{desion} usada en el análisis;

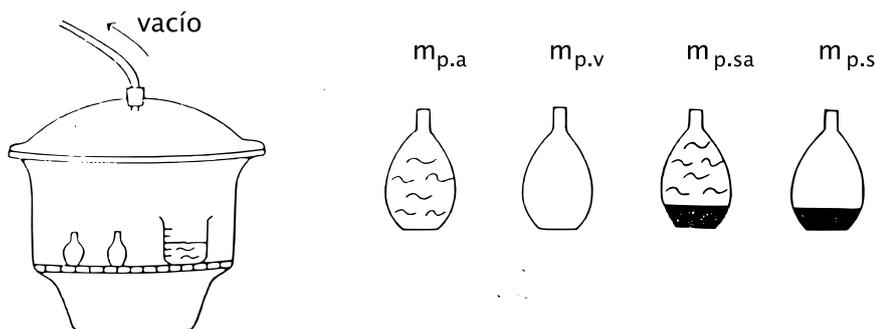


Figura 3.2: Diferentes pasos de la picnometría. Ver detalles en el texto

3.3.4. Cálculos

a. la densidad real se define como

$$D_r = \frac{m_s}{V_s} \quad (3.12)$$

b. para deducir la masa seca del suelo, se requiere de la humedad gravimétrica, según:

$$H_g = \frac{m_{ag}}{m_s} \quad (3.13)$$

$$m_{ag} = \frac{m_s}{H_g} \quad (3.14)$$

la masa húmeda del suelo se puede escribir como:

$$m_{sh} = m_s + m_{ag} \quad (3.15)$$

y, combinando las dos ecuaciones anteriores, da:

$$m_{sh} = m_s + \frac{m_s}{H_g} \quad (3.16)$$

$$= m_s \cdot \left(1 + \frac{1}{H_g}\right) \quad (3.17)$$

$$= m_s \cdot \left(\frac{1 + H_g}{H_g}\right) \quad (3.18)$$

$$m_s = m_{sh} \cdot \left(\frac{H_g}{1 + H_g}\right) \quad (3.19)$$

m_{sh} a su vez se obtiene por el análisis de picnometría:

$$m_{sh} = m_{p.sh} - m_{p.v} \quad (3.20)$$

entonces, resulta:

$$m_s = (m_{p.sh} - m_{p.v}) \cdot \frac{H_g}{1 + H_g} \quad (3.21)$$

c. finalmente, el volumen del suelo seco se obtiene con:

$$V_s = \frac{(m_{p.a} - m_{p.v}) - (m_{p.sa} - m_{p.v} - m_s)}{\rho_a} \quad (3.22)$$

D_r	densidad real de la fase sólida del suelo (g/cm^3)
m_s	masa del suelo seco a 105°C (g)
V_s	volumen del suelo (cm^3)
H_g	humedad gravimétrica (1)
m_{ag}	masa de agua del suelo (g)
m_{sh}	masa del suelo húmedo o fresco (g)
$m_{p.sh}$	masa del picnómetro con suelo fresco (g)
$m_{p.v}$	masa del picnómetro vacío (g)
$m_{p.a}$	masa del picnómetro con agua (g)
$m_{p.as}$	masa del picnómetro con agua y suelo (g)
ρ_a	densidad específica del agua (g/cm^3)

3.3.5. Errores analíticos

- no siempre se logra evacuar todo el aire que pueda estar adsorbido en la muestra, lo que lleva a una subestimación de la densidad real;
- dada la variación de la densidad de agua y la dilatación del vidrio del picnómetro con la temperatura, el método requiere termoconstancia a lo largo de la ejecución de los pasos;

Bibliografía

- Eijkelkamp. 1992. Manual of the air vacuum pycnometer according to Langer. Eijkelkamp Agrisearch Equipment, Giesbeek, The Netherlands.
- Hartge, K.H. y Horn, R. 1989. Die physikalische Untersuchung von Böden. Enke Verlag, Stuttgart, 175 págs.
- Kretzschmar, R.L. 1984. Kulturtechnisch- bodenkundliches Praktikum. Ausgewählte Laboratoriumsmethoden. Eine Anleitung zum selbständigen Arbeiten an Böden. 4 ed^{ón}. Institut für Wasserwirtschaft und Meliorationswesen, Christian-Albrechts-Universität Kiel, Kiel, 466 págs.

Parte II

Análisis químicos y biológicos de suelos

4. Reacción del suelo

Según Schlichting et al. (1995)

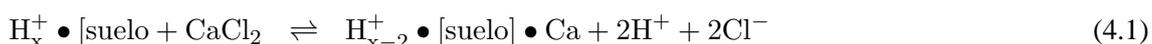
4.1. Introducción

La reacción del suelo se refiere a la concentración de protones¹ (H^+) en la solución del suelo, expresado como pH^2 . Se la conoce también como acidez real del suelo. El pH de suelos oscila entre 3 y 11, siendo sin embargo el rango de 4 a 8 el más común.

La reacción del suelo es una variable de mucha importancia ecológica, porque incide en la actividad de microorganismos, determina la movilidad y disponibilidad de muchos elementos y refleja el sistema buffer en el cual se encuentra el suelo actualmente. El pH es el resultado de los procesos pedogenéticos que toman lugar por la interacción de los diferentes factores ambientales, y a su vez condiciona los procesos actuales y futuros. Es por ello un parámetro indispensable tanto para la interpretación ecológica como genética del suelo.

El pH del suelo se puede medir mediante colorimetría con indicadores o mediante potenciometría con un pH-metro. La colorimetría con indicadores líquidos o sobre un soporte de papel pueden ser útiles para una estimación gruesa en el terreno, a una exactitud entre 0.2 a 1.0 unidades de pH, según tipo y combinación de indicadores. Sin embargo, la misma turbidez de la solución a medir respectivamente sustancias coloreadas del suelo pueden perjudicar este procedimiento. La medición con pH-metro es el método más preciso. Se mide la diferencia de un potencial eléctrico entre un electrodo sensitivo a H^+ , sumergido en la solución a medir, y un electrodo de referencia. El potencial que se mide es proporcional a la actividad de H^+ en la solución.

El pH del suelo se tendría que medir teóricamente en la solución del suelo, sin embargo, es muy difícil de extraerla del mismo. Por ello, se usa para la medición una suspensión del suelo, lo que, sin embargo modifica el pH por un efecto de dilución. Dado que en una suspensión con agua este efecto de dilución y la interferencia con la presión parcial de CO_2 son mayores que en una suspensión salina, se prefieren éstas últimas, usándose soluciones de 0.01M $CaCl_2$ o de 1M KCl . En la suspensión salina se logra una mayor actividad de H^+ , más cercana a la actividad real en la solución del suelo, que en la suspensión acuosa, debido a que parte de los H^+ del complejo adsorbente son intercambiados por los cationes de la solución de medición:



El pH medido en una suspensión salina se encuentra por ello por 0.5-1 unidades más baja que en una suspensión con agua.

4.1.1. Principios de la medición potenciométrica del pH

Resumido según Jander y Blasius (1990); Krienke (2005); Metrohm (1999)

En la potenciometría se comparan los potenciales eléctricos entre dos sistemas, en los cuales toman lugar reacciones redox. Los potenciales que se generan en los límites entre electrodo y medio circundante se describen según la ecuación de NERNST.

En un análisis, se determina el potencial desconocido de un electrodo sensitivo al ion a medir con el de un electrodo de referencia, de potencial conocido y constante. Los dos electrodos que se necesitan para realizar la medición potenciométrica se unen a menudo en un solo cuerpo, lo que facilita el manejo del instrumento y su portabilidad (fig. 4.1). Se habla entonces de un electrodo combinado.

¹ en la solución acuosa, los H^+ se encuentran hidratados a H_3O^+ , pero por razones de simplicidad se escribe siempre H^+ ;
² $pH = -\lg[H^+]$; $[H^+]$ en (mol/L);

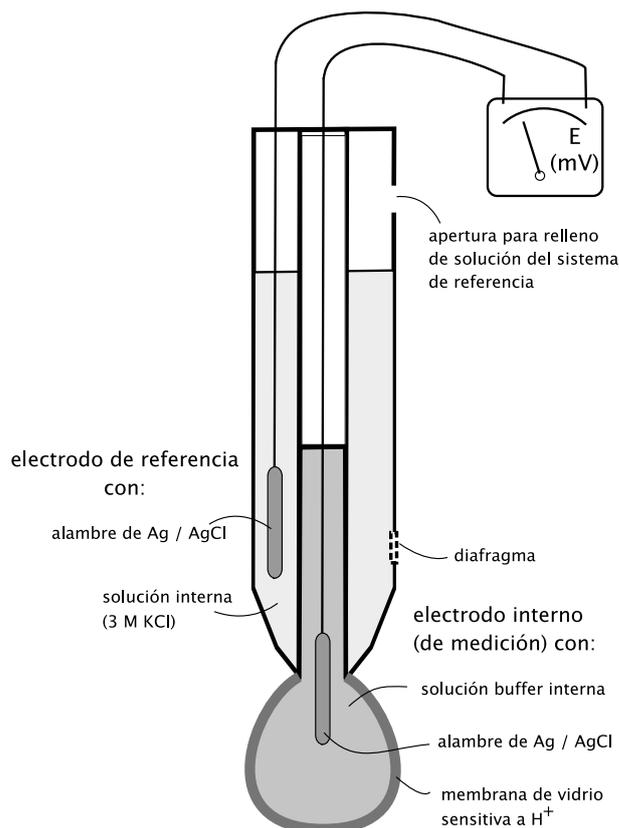


Figura 4.1: Componentes de un electrodo de vidrio combinado para la medición del pH

En el caso de la medición del pH, se requiere de un electrodo sensible a la concentración de H^+ en la solución. Un electrodo, que se usa comúnmente, es el electrodo de vidrio (ver fig. 4.1). indexpH-metro!electrodo Recibe su nombre debido a una membrana de vidrio especial, de tipo silicático alcalino, que es sensible al pH. La superficie de esta membrana, al entrar en contacto con una solución acuosa, sufre un cierto intercambio catiónico con los protones del agua, de la siguiente manera:



Así, se forma una capa con muchos grupos oxidrilos en la superficie de la membrana, según



es decir, se establece un equilibrio entre la membrana de vidrio y la solución, en función de la concentración de H^+ en la última.

En ambos lados de la membrana, dentro del electrodo y fuera, en el límite con la solución a medir, se establece un potencial en la superficie, y la diferencia de potencial que se genera, se describe, según la ecuación de NERNST:

$$E = \frac{R \cdot T}{z \cdot F} \cdot \ln \left(\frac{[H^+]_{ext}}{[H^+]_{int}} \right) \quad (4.4)$$

E	potencial eléctrico (mV)
R	constante de gas ($8.31441 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$)
T	temperatura termodinámica (K)
z	número de electrones intercambiados (Δ valencia) (1)
F	constante de Faraday ($96484.56 \text{ C mol}^{-1}$)
$[H^+]_{ext}$	concentración de H^+ en la solución externa (mol L^{-1})
$[H^+]_{int}$	concentración de H^+ en la solución interna del electrodo (mol L^{-1})

Como la concentración de $[H^+]_{int}$ dentro del electrodo se mantiene constante, la ecuación se simplifica a:

$$E = \frac{R \cdot T}{z \cdot F} \cdot \ln(10) \cdot \lg[H^+]_{ext} - \underbrace{\frac{R \cdot T}{z \cdot F} \cdot \ln(10) \cdot \lg[H^+]_{int}}_{const.} \quad (4.5)$$

$$E = \underbrace{\frac{R \cdot T}{z \cdot F} \cdot \ln(10)}_{const.} \cdot \lg[H^+]_{ext} + E_0 \quad (4.6)$$

Donde E_0 representa el potencial constante dentro del electrodo. Reemplazando $\lg[H^+]_{ext}$ por $-pH$, y viendo que el primer sumando de la ecuación forma una constante, resulta una relación lineal entre el potencial en el electrodo de medición (suponiendo temperatura constante:

$$E = E_0 - a \cdot pH \quad (4.7)$$

Al colocar los valores numéricos para los constantes de la ecuación anterior, para una temperatura de 25°C, se da la siguiente relación:

$$E = E_0 - 59.19 \frac{mV}{pH} \cdot pH \quad (4.8)$$

Como mencionado anteriormente, el potencial en el electrodo de medición se compara con el de un electrodo de referencia. Ello sin embargo, no cambia nada más la constante E_0 en la ecuación arriba, mientras que la pendiente permanece igual. El potencial E para un pH de 7 se define en cero: $E_{pH7} = 0$

De la ecuación de NERNST se desprende también, que la temperatura tiene mucha influencia en la medición de pH, cambiando la pendiente de la relación lineal entre pH y potencial.

4.2. Principio

Medición potenciométrica (electrométrica) del pH en una suspensión del suelo en 0.01M $CaCl_2$. La relación suelo a solución usada es de 1:2.5.

4.3. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- pH-metro con electrodo combinado de vidrio;
- balanza analítica;
- frascos cilíndricos con tapa, de 50mL de volumen;
- Voll-pipeta de 25mL;
- termómetro para temperatura de ambiente;

■ reactivos

- solución de 0.01M $CaCl_2$;
- soluciones buffer estandarizadas de pH 7, 4 y 9; (valores exactos de pH según el tipo y fabricante del buffer);

4.4. Procedimiento

4.4.1. Calibración del pH-metro

Antes de la medición, el pH-metro requiere una calibración mediante soluciones buffer de pH conocido. La calibración tiene como objetivo, captar y corregir desviaciones de la relación teórica de potencial-pH (fig. 4.2), debido diferentes factores (envejecimiento del electrodo, alteración del electrodo de referencia, efecto de temperatura, etc.). En este procedimiento, se registra respectivamente se corrige la desviación del potencial en el pH 7 (asimetría), y la pendiente de la relación potencial-pH. La calibración siempre se realiza entre dos valores de pH, de los cuales uno tiene que ser el pH 7. En cualquiera de los rangos que se elija (pH 4-7; pH 7-9), el primer valor que se mide, tiene que ser el pH 7.

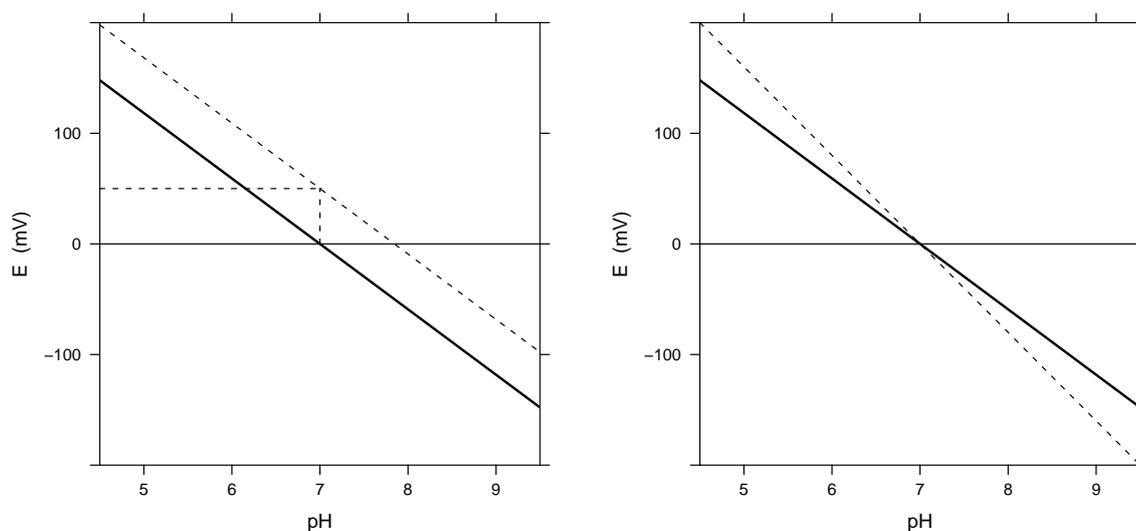


Figura 4.2: Posibles desviaciones de la relación E-pH del electrodo (recta cortada) de la función teórica (línea cerrada): diferencia en $E(\text{pH}=7)$ (\rightarrow “asimetría”; izquierda) y diferentes pendientes ($\Delta E/\Delta \text{pH}$; derecha). Desviaciones exageradas en los dibujos

Cabe destacar la importancia de la temperatura en las mediciones de pH. Si el pH-metro no posee un termómetro integrado o acoplado, se tiene que registrar la temperatura e introducir el valor en el pH-metro, para que las variaciones de las características de los electrodos puedan ser compensadas adecuadamente. Además, para que las mediciones posteriores de pH sean válidas, las soluciones de calibración y las soluciones a medir tienen que tener la misma temperatura.

1. verificar el buen estado y una buena hidratación de la membrana de vidrio del electrodo de pH; el electrodo tiene que haber estado guardado en una solución de 3M KCl; en caso necesario, acondicionar el electrodo de acuerdo a las instrucciones del fabricante;
2. elegir el rango de calibración, de acuerdo a las muestras a medir (pH 4-7 ó pH 7-9) y preparar una alícuota de $\approx 30\text{mL}$ de las soluciones buffer correspondientes; dejar equilibrar con la temperatura de ambiente;
3. medir la temperatura de ambiente en el laboratorio;
4. conectar el electrodo de vidrio con el pH-metro, encender el aparato y seleccionar la temperatura de ambiente medida con la perilla correspondiente (para compensación de las desviaciones de las características del electrodo, ver arriba);

5. lavar el electrodo con H_2O_{desion} ;
6. sumergir la parte terminal del electrodo en la solución buffer de pH 7, de tal manera, que el nivel del líquido en el electrodo siempre está encima del líquido a medir; mover suavemente el electrodo durante la medición (el modo de movimiento del electrodo respectivamente de la agitación de la suspensión siempre tiene que ser el mismo, tanto en la calibración como en la medición de muestras!!)
7. cuando la lectura queda estable, ajustar la asimetría con el selector correspondiente al valor exacto del buffer (el selector del aparato estará marcado con *pH7* o *asimetría*);
8. sacar el electrodo y lavarlo con H_2O_{desion} ;
9. sumergir la parte terminal del electrodo en la solución buffer de pH 4 (ó 9); mover suavemente el electrodo durante la medición;
10. cuando el valor queda estable, ajustar el valor de pendiente con el selector correspondiente al pH exacto del buffer; (el selector del aparato estará marcado con $(\Delta mV/\Delta pH)$); la desviación de la pendiente debería estar en un rango de 96-102 % del valor teórico (Metrohm, 1999);
11. sacar el electrodo y lavarlo con H_2O_{desion} ;
12. repetir los pasos 6 a 11, hasta que el pH-metro indique sólo, sin corrección, los valores exactos de las soluciones buffer;

4.4.2. Medición de pH del suelo

preparación de la suspensión

1. pesar 10g de suelo (*in situ*, fresco; en laboratorio: tierra fina secada al aire) en un frasco de 100mL;
2. agregar 25mL de solución de 0.01M $CaCl_2$;
3. tapar el frasco y agitar la suspensión;
4. dejar reaccionar $\geq 1h$, con el frasco tapado (evitar intercambio con CO_2 del aire), mezclando el frasco cada 20min;

medición

5. medición: introducir el electrodo de medición en el sobrenadante, de tal manera, que el nivel del líquido en el electrodo siempre está encima del líquido a medir; mantener un suave movimiento del electrodo durante la medición³, teniendo cuidado que la membrana del electrodo no raspe con el sedimento;
6. al estabilizarse el valor ($\Delta pH/\Delta t \leq 0.01 pH/min$)⁴, tomar la lectura de pH y registrar con una exactitud de 0.01;

³el modo de movimiento del electrodo respectivamente de la agitación de la suspensión siempre tiene que ser el mismo, tanto en la calibración como en la medición de muestras!!

⁴la estabilización en la suspensión del suelo lleva comúnmente más tiempo que en las soluciones buffer

4.5. Cálculos

El pH-metro da directamente el valor de pH, así que no se requiere de una transformación adicional.

Para fines de balances de elementos en el suelo, puede ser de interés de cuantificar los H^+ activos del suelo, según:

$$H^+ = \frac{[H^+] \cdot V_{ex} \cdot 100}{m_s} \quad \text{en} \quad \left(\frac{\text{cmol}_c H^+}{\text{g suelo}} \right) \quad (4.9)$$

Dado que

$$[H^+] = 10^{-pH} \quad \text{en} \quad \left(\frac{\text{mol}}{\text{L}} \right) \quad (4.10)$$

resulta:

$$H^+ = \frac{10^{-pH} \cdot V_{ex} \cdot 100}{m_s} \quad \text{en} \quad \left(\frac{\text{cmol}_c}{\text{g}} \right) \quad (4.11)$$

$[H^+]$	concentración molar de H^+ en el suelo ($\text{cmol}_c \cdot \text{g}^{-1}$)
$[H^+]$	concentración de H^+ en la solución del suelo ($\text{cmol}_c \cdot \text{L}^{-1}$)
V_{ex}	volumen del extracto (L)
m_s	masa de suelo seco (g)

4.6. Observaciones

- el pH medido en suelos calcáreos puede desviar del pH real en el suelo, dado que el pH del sistema de carbonato y bicarbonato de Ca varía marcadamente con la presión parcial del CO_2 (condiciones de laboratorio), teniendo un rango de pH 5.8 a 8.2;

Bibliografía

- Jander, G. y Blasius, E. 1990. Einführung in das anorganisch-chemische Praktikum, tomo neu bearbeitete Auflage von Strähle, J. und Schweda, E. 13 ed^{ón}. Hirzel Verlag, Stuttgart, 565 págs.
- Krienke, H. 2005. Physikalische Chemie - Fortgeschrittenenpraktikum. Pufferlösungen. Institut für Institut für Physikalische und Theoretische Chemie, Universität Regensburg, Regensburg, 4 págs. URL http://www.uni-regensburg.de/Fakultaeten/nat_Fak_IV/Physikalische_Chemie/Krienke/lehre_pdf/fprakt/pufferl/pufferl.pdf.
- Metrohm. 1999. The background of pH measurement and hints for your daily work. Metrohm Ltd., Herisau, Switzerland, 1 ed^{ón}. URL <http://www.ph-measurement.com/background.pdf>.
- Schlichting, E., Blume, H.-P. y Stahr, K. 1995. Bodenkundliches Praktikum. Eine Einführung in pedologisches Arbeiten für Ökologen, insbesondere Land- und Forstwirte, und für Geowissenschaftler. Blackwell Wissenschaftsverlag, Berlin, 295 págs.

5. Salinidad del suelo

5.1. Introducción

Elevadas concentraciones de sales en la solución del suelo pueden provocar presiones osmóticas tan altas, que los vegetales tienen problemas de extracción de agua y nutrientes del suelo, y por ende de su desarrollo en general. Suelos con estas características se llaman suelos salinos y forman parte de ecosistemas muy característicos, con una vegetación llamada halofítica, adaptada a la presencia de concentraciones altas de sales. Debido a su importancia ecológica, suelos salinos se encuentran discriminados en muchos sistemas de clasificación como taxones en los primeros niveles jerárquicos.

Suelos salinos son propios de zonas (semi)áridas, donde no hay una lixiviación neta de sales del suelo, de tal manera que éstas permanecen en el solum del mismo. Únicamente en estas condiciones, sales solubles pueden llegar a tener concentraciones elevadas que producen los fenómenos de salinidad. El análisis de la solución del suelo respecto al contenido de sales fácilmente solubles es por ello un paso elemental en la caracterización de suelos en zonas áridas y semiáridas. Las principales sales que se encuentran en la solución del suelo y cuya solubilidad se desprenden de cuadro 5.1.

Respecto a los procedimientos analíticos, existen 3 vías diferentes de determinación de las sales en la solución del suelo: (i) mediante desecación y gravimetría, (ii) a través de la conductividad eléctrica y (iii) mediante el análisis específico de los cationes y aniones solubles.

Aparte de ello, los métodos varían en la relación suelo:agua que se usa para la extracción de las sales. La medición en el contenido de humedad actual del suelo sería lo ideal, pero difícil de realizar. Por ello, se usan (i) situaciones definidas, como la saturación completa o la capacidad de campo, o (ii) suspensiones con relaciones suelo:agua entre 1:1 a 1:5.

La saturación completa o la capacidad de campo son estados naturales de humedad del suelo, y la concentración de sales medidas en estas condiciones proporcionarían valores reales de salinidad. A su vez son valores mínimos, dado que los suelos se empiezan a secar a partir de su saturación completa, concentrándose de esta manera las sales. A nivel de laboratorio, la solución equilibrada del suelo a un nivel de saturación completa se trata de aproximar a través del llamado *extracto de saturación*, obtenida de una muestra del suelo saturada con agua, mediante aplicación de vacío. El análisis del extracto de saturación proporciona los valores más reales de la solución del suelo, sin embargo, requiere de cierta infraestructura y tiempo. Es el método estándar que se usa comúnmente para la descripción de suelos salinos y sódicos.

Ecológicamente más interesante que la saturación completa del suelo es el estado de capacidad de campo, que ocurre con mucho más frecuencia en suelos *in situ*. Técnicamente, la capacidad de campo no se usa en el procedimiento de extracción, sin embargo, se puede usar como volumen de referencia, es decir para expresar la salinidad en la situación de capacidad de campo. Por ello, en cualquiera de los métodos de este capítulo, se presentan cálculos correspondientes para estimar la salinidad en este estado de equilibrio.

La medición en suspensiones puede dar muy buenos resultados, equivalentes a los del método del extracto de saturación, siempre cuando no haya sales de baja solubilidad, como el yeso. En este caso, la dilución en la suspensión fomenta la solubilización de sales difícilmente solubles y llevará a la sobre-

Cuadro 5.1: Sales más comunes en la solución del suelo y su solubilidad en agua a T=20°C en g/L (según Schlichting et al., 1995, p. 143)

sal	solubilidad	sal	solubilidad	sal	solubilidad
CaSO ₄ · 2H ₂ O	2.6	KNO ₃	315	MgCl ₂	543
NaHCO ₃	96	KCl	344	CaCl ₂	745
Na ₂ SO ₄	191	MgSO ₄	356	NaNO ₃	880
Na ₂ CO ₃	216	NaCl	359	Ca(NO ₃) ₂	1270

estimación de la salinidad. El análisis de una suspensión es sumamente sencillo y rápido, por ello se lo recomienda para una primera caracterización del suelo. En caso de que exista salinidad, los análisis se podrán repetir y profundizar, usando el extracto de saturación del suelo.

El principal parámetro para medir y clasificar el grado de salinidad es la conductividad eléctrica en la solución del suelo (CE), dada su fácil y rápida mediación mediante un conductímetro. La conductividad eléctrica de una solución salina aumenta proporcionalmente con la concentración de iones, de las sales en solución ($\text{conc}(\text{sal})_{\text{sol}}$ en $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$). Ambas variables se relacionan linealmente con la presión osmótica (π) en la solución del suelo. Las relaciones funcionales se describen según:

$$CE = \frac{\text{conc}(\text{sal})_{\text{sol}}}{640} \quad \text{en} \quad \left(\frac{\text{dS}}{\text{m}}\right) \quad \text{ó} \quad \left(\frac{\text{mS}}{\text{cm}}\right) \quad (5.1)$$

$$\pi = 36.5 \times CE \quad \text{en} \quad (\text{kPa}) \quad (5.2)$$

donde los factores constantes son empíricos, con un cierto margen de variación, de acuerdo a la composición específica de sales presentes.

Las clases de salinidad establecidas se describen en cuadro 5.2.

Cuadro 5.2: Evaluación de la conductividad eléctrica (CE, estandarizada a 25°C) en la solución del suelo (extracto de saturación respectivamente situación de capacidad de campo) (Soil Survey Division Staff, 1993)

CE (dS/m)	evaluación	descripción
0 - 2	no salino	libre de influencia, no existen limitaciones a los cultivos
2 - 4	muy ligeramente salino	casi libre de influencia, algunos cultivos muy sensibles muestran afectaciones
4 - 8	ligeramente salino	cultivos afectados, pero no impedidos
8 - 15	moderadamente salino	cultivos muy afectados, incluso impedidos, excepto los resistentes
>15	fuertemente salino	todos los cultivos impedidos; sólo vegetación halófila natural

En los siguientes apartados, se presentan tres diferentes métodos simples de caracterización de la salinidad en general, es decir midiendo únicamente el contenido total de sales solubles o la conductividad eléctrica. Para una mayor diferenciación de los aniones y cationes, véase las obras de Richards (1954, 1980); Schlichting et al. (1995); Sparks (1996).

5.2. Determinación gravimétrica de las sales solubles

Según Schlichting et al. (1995).

5.2.1. Principio

Extracción de las sales en una suspensión suelo:agua de 1:2.5. Filtración y determinación gravimétrica de las sales en el filtrado, previa destrucción de materia orgánica soluble y desecación a 105°C.

5.2.2. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- botellas de 250mL, con tapa;
- probeta de 100mL;

- agitador;
- filtros finos;
- matraces Erlenmeyer de 250mL;
- vasos de precipitación de 100mL;
- Voll-pipeta de 50mL;
- estufa;
- desecador;
- balanza analítica;

■ **reactivos**

- agua oxigenada (H₂O₂) de 30 %;

5.2.3. Procedimiento

1. pesar 40g de tierra fina, secada al aire, en una botella de 250mL;
2. agregar 100mL de H₂O_{desion};
3. tapar las botellas y agitar la suspensión durante 1h en un agitador;
4. filtrar la suspensión a través de un filtro fino en un matraz Erlenmeyer;
5. pipetear una alícuota de 50mL del filtrado a un vaso de precipitación de 100mL, previamente tarado ($\rightarrow m_t$);
6. agregar 5mL de agua oxigenada (H₂O₂) de 30 % a la solución y homogeneizar;
7. secar la solución en un baño de arena a T \approx 105°C;
8. dejar enfriar en un desecador;
9. pesar el vaso de precipitación con las sales cristalizadas con una exactitud de 0.001g ($\rightarrow m_{sal.b}$);

5.2.4. Cálculos

La cantidad de sales extraídas se calcula según:

$$cant(sal) = (m_{sal.b} - m_t) \times fac.dil \quad \text{en (g)} \quad (5.3)$$

$$fac.dil = \frac{V_{ex}}{V_{ali}} \quad (5.4)$$

La concentración de sales en el suelo se da por:

$$conc(sal) = \frac{cant(sal)}{m_s} \times 1000 \quad \text{en} \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}} \right) \quad (5.5)$$

Sin embargo, de más fácil interpretación es la concentración de sales en la solución del suelo a capacidad de campo (CC, conc(sales)_{cc}), que se puede estimar mediante un valor de CC y la densidad aparente (D_{ap}):

$$conc(sal)_{cc} = \frac{conc(sal) \cdot D_{ap}}{CC} \times 1000 \quad \text{en} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) \quad (5.6)$$

De la concentración de sales, se pueden derivar la conductividad eléctrica (CE) y la presión osmótica (π) en la solución del suelo según:

$$\hat{C}E_{cc} = \frac{\text{conc}(\text{sal})_{cc}}{640} \quad \text{en} \quad \left(\frac{\text{dS}}{\text{m}} \right) \quad (5.7)$$

$$\pi = 36.5 \times \hat{C}E_{cc} \quad \text{en} \quad (\text{kPa}) \quad (5.8)$$

$m_{sal.b}$	masa bruta de sales (g)
m_t	masa de tara (g)
$\text{cant}(\text{sal})$	cantidad de sales extraídas (g)
V_{ex}	volumen del extracto (mL)
V_{ali}	volumen de la alícuota (mL)
$\text{conc}(\text{sal})$	concentración de sales en el suelo ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
$\text{conc}(\text{sal})_{cc}$	concentración de sales en la solución del suelo a capacidad de campo ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)
m_s	masa de suelo seco (g)
D_{ap}	densidad aparente del suelo ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)
CC	capacidad de campo, fracción volumétrica (1)
$\hat{C}E_{cc}$	conductividad eléctrica estimada en la solución del suelo a capacidad de campo ($\text{dS} \cdot \text{m}^{-1}$)
π	presión osmótica en la solución del suelo (kPa)

5.2.5. Observaciones

- en caso de presencia de sales difícilmente solubles (\leq soluble que yeso) el método proporciona valores erróneos (sobre-estimación); se recomienda entonces el análisis del extracto de saturación;

5.3. Conductividad eléctrica en un extracto 1:2.5

Según Schlichting et al. (1995).

5.3.1. Principio

Medición de la conductividad eléctrica en una suspensión suelo:agua de 1:2.5. La conductividad eléctrica se registra para una temperatura de referencia de 25°C, lo que requiere la medición simultánea de la temperatura de la solución. En conductímetros modernos, esta compensación se realiza en forma automática.

5.3.2. Aparatos y materiales

- frascos de 100mL, con tapa;
- balanza analítica;
- probeta de 25mL;
- conductímetro con termómetro y compensación automática de CE a una temperatura de 25°C;

5.3.3. Procedimiento

1. pesar 10g de tierra fina, secada al aire, en una botella de 100mL;
2. agregar 25mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$;

3. tapar las botellas y agitar varias veces la suspensión;
4. dejar en en reposo durante 10min;
5. medir la conductividad eléctrica en el sobrenadante y registrar el valor de CE referido a una temperatura de 25°C;

5.3.4. Cálculos

Dada la dilución de la solución de suelo en la suspensión, la conductividad eléctrica medida en la suspensión se tiene que corregir según la siguiente ecuación, usando el volumen de agua en capacidad de campo (CC) como referencia:

$$\hat{C}E_{cc} = \frac{CE_{2.5} \cdot rel(ag : suelo) \cdot D_{ap}}{CC} \quad \text{en} \quad \left(\frac{dS}{m} \right) \quad (5.9)$$

Colocando el valor 2.5 usado de la relación agua:suelo y suponiendo, para fines de estimación, un valor de $1g/cm^3$ para la D_{ap} , se simplifica la ecuación a:

$$\hat{C}E_{cc} = \frac{CE_{2.5} \times 2.5}{CC} \quad \text{en} \quad \left(\frac{dS}{m} \right) \quad (5.10)$$

$\hat{C}E_{cc}$	conductividad eléctrica estimada para la solución del suelo a capacidad de campo ($dS \cdot m^{-1}$)
$CE_{2.5}$	conductividad eléctrica en el extracto 1:2.5 ($dS \cdot m^{-1}$)
$rel(ag : suelo)$	relación agua : suelo ($cm^3 \cdot g^{-1}$)
D_{ap}	densidad aparente del suelo ($g \cdot cm^{-3}$)
CC	capacidad de campo, fracción volumétrica (1)

5.3.5. Observaciones

- en caso de presencia de sales difícilmente solubles (\leq soluble que yeso) el método proporciona valores erróneos (sobre-estimación); se recomienda entonces el análisis del extracto de saturación;

5.4. Extracto de saturación del suelo

Según FAO (1984), también en Richards (1954, 1980).

5.4.1. Principio

Saturación completa de una muestra disturbada de suelo, formando una pasta. Extracción de la solución del suelo mediante aplicación de vacío. El extracto de saturación se puede analizar posteriormente respecto a conductividad eléctrica, tipo de cationes y aniones solubles y pH.

La humedad de saturación del suelo oscila entre 20 a 80 % de masa, en función de la textura, alcanzándose los valores máximos en suelos arcillosos o turbosos.

5.4.2. Aparatos y materiales

- balanza analítica;
- vasos de plástico, de $\approx 500\text{mL}$;
- vidrios de reloj;
- espátula gruesa o herramienta similar;
- estufa;
- embudos Buechner con frasco colector;
- filtros de papel del diámetro de los embudos Buechner;
- bomba de vacío con trampa de agua y válvulas de regulación en la línea;
- conductímetro con termómetro y compensación automática de CE a una temperatura de 25°C ;
- pH-metro;

5.4.3. Procedimiento

1. colocar aproximadamente 100-500g de tierra fina¹, secada la aire, en un vaso de precipitación;
2. agregar $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ y mezclar con una espátula, hasta que se forme una pasta saturada; el punto de saturación se aprecia a través de las siguientes características: la pasta se desliza lentamente sobre superficies inclinadas; al formar una pequeña depresión en la superficie de la pasta, no se debe formar agua libre, y la depresión desaparece al poco tiempo, al nivelarse la superficie de la pasta por la gravedad;
3. dejar la pasta en reposo durante 1h, con el vaso de precipitación tapado;
4. controlar la consistencia de la pasta de acuerdo a los criterios mencionados arriba; en caso necesario, ajustar la consistencia mediante agregado de tierra fina o $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$;
5. una vez obtenido el estado de equilibrio, sacar una alícuota de $\approx 30\text{g}$ de la pasta en un vaso de precipitación previamente tarado, para la determinación de la humedad por gravimetría;
6. colocar un embudo Buechner en la boca del frasco colector;
7. poner un filtro de papel en el embudo Buechner y humedecerlo con unas pocas gotas de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$;
8. traspasar toda la pasta restante de saturación al embudo Buechner;

¹de acuerdo a la textura y la cantidad de extracto que se requiere para los análisis

9. aplicar vacío al frasco colector con el embudo Buechner para extraer la solución de suelo; si necesario, regular el vacío para evitar daños en el equipo;
10. terminada la extracción, dejar que el extracto alcance temperatura de ambiente (enfriamiento durante al extracción);
11. medir y registrar la conductividad eléctrica en el extracto de saturación, referida a una temperatura de 25°C (CE_s);
12. medir y registrar el pH del extracto de saturación (pH_s);

5.4.4. Cálculos

La conductividad eléctrica (CE_s) y el pH (pH_s) no requieren transformación alguna. Mediante el subíndice, o en una observación aparte, se indica que se trata de mediciones en el extracto de saturación.

La humedad en el estado de saturación es un dato importante para poder referir los valores medidos a otras situaciones de humedad. Se calcula:

$$H_{g.s} = \frac{m_{sh} - m_s}{m_s} \quad \text{en (1)} \quad (5.11)$$

La conductividad se puede referir entonces a una situación de capacidad de campo, que es ecológicamente más interesante, de la siguiente manera:

$$\hat{CE}_{cc} = \frac{CE_s \cdot H_{g.s} \cdot D_{ap}}{\rho_{ag} \cdot CC} \quad \text{en} \quad \left(\frac{\text{dS}}{\text{m}} \right) \quad (5.12)$$

$H_{g.s}$	humedad gravimétrica de saturación (1)
m_{sh}	masa neta de suelo húmedo (g)
m_s	masa neta de suelo secado a 105°C (g)
\hat{CE}_{cc}	conductividad eléctrica estimada para la solución del suelo a capacidad de campo ($\text{dS} \cdot \text{m}^{-1}$)
$CE_{2.5}$	conductividad eléctrica en el extracto 1:2.5 ($\text{dS} \cdot \text{m}^{-1}$)
D_{ap}	densidad aparente del suelo ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)
ρ_{ag}	densidad específica del agua ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)
CC	capacidad de campo, fracción volumétrica (1)

5.4.5. Observaciones

- si se obtienen extractos turbios, filtrarlos a través de la misma pasta, aplicando vacío;

Bibliografía

- FAO. 1984. Métodos físicos y químicos de análisis de suelos y aguas. N° 10 en Boletín de suelos de FAO, FAO, Roma.
- Richards, L.A. (ed.). 1954. Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. N° 60 en Agriculture Handbook, US Department of Agriculture, Washington D.C.
- Richards, L.A. (ed.). 1980. Diagnóstico y rehabilitación de suelos salinos y sódicos. Departamento de Agricultura de los EEUU, Laboratorio de Salinidad. Editorial Limusa S.A., México., 172 págs.
- Schlichting, E., Blume, H.-P. y Stahr, K. 1995. Bodenkundliches Praktikum. Eine Einführung in pedologisches Arbeiten für Ökologen, insbesondere Land- und Forstwirte, und für Geowissenschaftler. Blackwell Wissenschaftsverlag, Berlin, 295 págs.

Soil Survey Division Staff. 1993. Soil survey manual. N^o 18 en Agriculture Handbook, United States Department of Agriculture, Washington, 437 págs.

Sparks, D.L. (ed.). 1996. Methods of soil analysis. Part 3: Chemical methods. SSSA Book Series, Soil Science Society of America, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.

6. Carbonatos de calcio y magnesio

Según Schlichting et al. (1995)

6.1. Introducción

Carbonatos ocurren en suelos predominantemente como calcita (CaCO_3) y dolomita ($\text{MgCa}(\text{CO}_3)_2$). Pueden ser formados y/o acumulados por procesos pedogenéticos (carbonatos secundarios y pedogénicos) o heredados de la roca madre (rocas carbonáticas, carbonatos litógenos). Forman un importante sistema buffer, manteniendo el pH en un rango de levemente ácido a levemente alcalino. Su presencia / ausencia proporciona información importante sobre la actividad (micro)biológica y la disponibilidad de nutrientes en el suelo.

Los carbonatos de Ca y Mg sufren procesos de disolución, transporte y reprecipitación a escala de suelos y paisaje, siendo por ello la observación de carbonatos en suelos muy importantes para comprender los suelos y los paisajes en las cuales se encuentran insertos. Así, p.ej., en las zonas semiáridas, en suelos derivados de sedimentos loésicos, la profundidad de descarbonatación de los suelos es un indicador de la humedad climática.

6.2. Principio

Los carbonatos presentes en una muestra del suelo se destruyen por una reacción con un ácido, liberando dióxido de carbono según la reacción siguiente:



Me catión metálico (bivalente)
HAc ácido

El dióxido de carbono se determina por volumetría, titulación, gravimetría o conductimetría. Por esta reacción son afectados todos los carbonatos del suelo, pero, al ser el carbonato de calcio el más común, el contenido de carbonatos se expresa en equivalentes de carbonato de calcio.

En el método presentado, se destruyen los carbonatos con ácido clorhídrico (HCl) en un sistema cerrado. La cantidad de CO_2 liberado se estima volumétricamente, respetando la presión atmosférica y la temperatura actual en el ambiente durante la medición.

6.3. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- calcímetro de Scheibler (véase fig. 6.1): sistema comunicado con un tubo en U, calibrado para medir volúmenes de gases;
- balanza analítica;
- matraz aforado de 1000ml;

■ reactivos

- ácido clorhídrico (HCl) de 10 %: 270mL de HCl_{conc} (37 %) se disuelven en 500mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ en un matraz aforado de 1000mL, luego se enrasa con $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ a 1000mL;

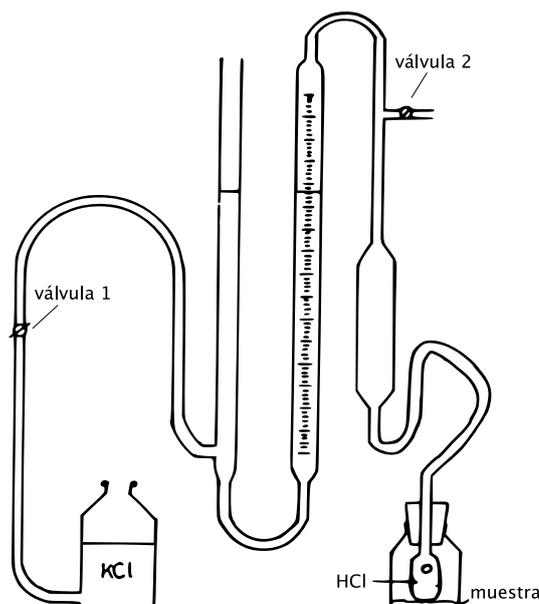


Figura 6.1: Calcímetro según Scheibler para la determinación volumétrica de carbonatos (fig. de Schlichting et al., 1995)

6.4. Procedimiento

preparación del calcímetro

1. en caso necesario, preparar 1L de solución de 1 % de KCl para el llenado del reservorio de líquido del calcímetro¹;
2. llenar el tubo de U con líquido: con válvulas 1 y 2 abiertas, elevar el reservorio de solución de KCl, destapado, al nivel superior de la escala del tubo de U; una vez lleno, cerrar válvula 1, colocar el reservorio de vuelta en la base del calcímetro y tapanlo;

medición

3. pesar 1-5g de tierra fina, secada al aire, en el botella de reacción del calcímetro y anotar la masa usada; la cantidad de muestra se basa en la estimación previa del contenido de carbonatos según la efervescencia con HCl;
4. pipetear 10mL de HCl de 10 % al frasquito del tapón de la botella del calcímetro (ver fig. 6.1);
5. tapar el frasco de reacción;
6. nivelar el líquido en el tubo en U con que se mide el volumen del gas liberado, con válvula 2;
7. tomar la primera lectura (A) del nivel del líquido en el tubo de U calibrado;
8. inclinar el frasco de reacción de tal manera, que se vuelque el HCl del frasquito y se ponga en contacto con la muestra;
9. mover suavemente el frasco con la suspensión para obtener una reacción completa entre ácido y muestra, respetando que la botella de reacción no se deba calentar por la mano; el CO₂ liberado es atrapado en el tubo en U;
10. a medida en que se desprenda el CO₂, nivelar el líquido en el tubo en U mediante válvula 1 para mantener aproximadamente la presión atmosférica en el sistema ;
11. cuando se termine la producción de CO₂ (el líquido nivelado queda en equilibrio, tiempo mínimo 5min), tomar la lectura final (B) del nivel del líquido en el tubo en U;

¹se usa solución de KCl en lugar de agua pura, para evitar el crecimiento de microorganismos

6.5. Cálculos

El volumen de CO₂ liberado se obtiene por la diferencia de las dos lecturas:

$$V(\text{CO}_2) = B - A \quad (6.2)$$

$V(\text{CO}_2)$ volumen de CO₂ liberado (cm³)
 A, B lectura inicial y final (cm³)

El número de moles de CO₂ se calcula a través de la ley de los gases ideales, respetando la temperatura y la presión atmosférica actual:

$$n \cdot R \cdot T = p \cdot V \quad (6.3)$$

$$n = \frac{p \cdot V}{T \cdot R} \cdot 10^{-4} \quad (6.4)$$

n número de moles
 R constante de gases (8.31 J · K⁻¹ mol⁻¹)
 T temperatura (K)
 p presión atmosférica (hPa)
 V volumen (cm³)

Para expresar el contenido de carbonatos en equivalentes de CaCO₃, se considera:

$$1 \text{ mol CO}_2 \equiv 1 \text{ mol CaCO}_3 = 100.08 \text{ g de CaCO}_3 \quad (6.5)$$

$$\text{cant}(\text{CaCO}_3) = n \cdot p_m \quad (6.6)$$

$$\text{cant}(\text{CaCO}_3) = \frac{p \cdot V}{T \cdot R} \cdot 10^{-4} \cdot 100.08 \text{ g} \quad (6.7)$$

$\text{cant}(\text{CaCO}_3)$ cantidad de CaCO₃ (g)
 n número de moles
 p_m peso molecular (g)

Refiriendo la cantidad de CaCO₃ a la cantidad de suelo (m_s) usado en el análisis, se obtiene el contenido de carbonato en el suelo, expresado en equivalentes de CaCO₃ (CaCO_3 en %):

$$\text{CaCO}_3 = \frac{\text{cant}(\text{CaCO}_3)}{m_s} \cdot 100 \quad (6.8)$$

y, resumiendo las ecuaciones anteriores e incorporando los valores constantes, resulta:

$$\text{CaCO}_3 = \frac{p \cdot V \cdot p_m}{T \cdot R \cdot m_s} \cdot 10^{-4} \cdot 100 \quad (6.9)$$

$$\text{CaCO}_3 = \frac{p \cdot V}{T \cdot m_s} \cdot 0.1207 \quad (6.10)$$

CaCO_3 concentración de CaCO₃ en el suelo (%)
 p presión atmosférica (hPa)
 V volumen de CO₂ medido (cm³)
 T temperatura (K)
 m_s masa de suelo seco usado (g)

6.6. Observaciones

- en el cálculo se supone, que los carbonatos ocurren predominantemente en forma de CaCO_3 ; si hay otros carbonatos en cantidades considerables, resulta un error cualitativo y cuantitativo;
- si hay dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$), se puede subestimar el contenido de carbonato debido a la reacción débil de la dolomita con el ácido clorhídrico; se minimiza el error moliendo la muestra finamente para aumentar la superficie específica de la muestra → reacción más intensa;
- carbonatos de elementos alcalinos se pueden eliminar antes de la determinación por lavado con agua;
- sulfuros disturban el análisis por producción de ácido sulfhídrico (H_2S);
- en suelos que contienen óxidos de manganeso (MnO_2), se puede producir CO_2 por oxidación de la materia orgánica por el Mn^{4+} , a su vez liberado por el ácido clorhídrico; esta reacción se evita al agregar un reductor a la muestra; estas precauciones son necesarias sólo cuando el suelo contenga mucho MnO_2 ;

Bibliografía

Schlichting, E., Blume, H.-P. y Stahr, K. 1995. Bodenkundliches Praktikum. Eine Einführung in pedologisches Arbeiten für Ökologen, insbesondere Land- und Forstwirte, und für Geowissenschaftler. Blackwell Wissenschaftsverlag, Berlin, 295 págs.

7. Materia orgánica del suelo

7.1. Introducción

La materia orgánica del suelo (MOS) comprende todo tejido animal y vegetal postmortal y sus productos orgánicos de su transformación en y encima del suelo. Incide marcadamente en la actividad biológica del suelo, al ser fuente de energía y de carbono para microorganismos. Posee gran importancia en la formación de la estructura del suelo, influyendo por ello en el balance de agua y aire, y en los ciclos de los elementos, por ser adsorbente y reservorio. Por sus características químicas, es un buffer de acidez muy efectivo. Aparte de estas calidades ecológicas, participa en muchos procesos pedogenéticos. El conocimiento de cantidad y calidad de la MOS es por lo tanto necesario para la interpretación funcional y genética del suelo.

Dada la variedad de materiales primarios de la MOS y de los procesos de transformación, la MOS es conjunto de diferentes *pools* de sustancias, que se caracterizan por su tiempo de permanencia en el suelo y la función que cumplen (cuadro 7.1).

Cuadro 7.1: Valores estimados de cantidades y tiempos de reciclado de diferentes tipos de materia orgánica almacenados en suelos bajo agricultura, (según Jastrow y Miller (1997), en Batjes (1999))

tipo de materia orgánica	proporción de total MO total (%)	tiempo de reciclado (años)	pool de C
biomasa microbiana	2 - 5	0.1 - 0.4	lábil
hojarasca	-	1 - 3	rápido
MO particulada	18 - 40	5 - 20	moderado
fracción liviana	10 - 30	1 - 15	moderado
inter-microagregados ^(a)	20 - 35	5 - 50	moderado a lento
intra-microagregados ^(b)			
físicamente secuestrado	20 - 40	50 - 1000	pasivo
químicamente secuestrado	20 - 40	1000 - 3000	pasivo

(a) dentro de macro-agregados, pero externo a micro-agregados, incluyendo MO particulada, fracción liviana y C microbiano;

(b) dentro de micro-agregados, incluyendo fracción liviana secuestrada y C derivado de microorganismos;

La discriminación analítica de algunas de las fracciones de cuadro 7.1 nos ayudan entonces a comprender mejor la dinámica de la materia orgánica del suelo. Por ello, se proponen en este capítulo como métodos básicos para la caracterización de la materia orgánica, el análisis de la materia orgánica total y un fraccionamiento en materia orgánica particulada y asociada a la fase mineral. Estos métodos se complementan por (i) la determinación del nitrógeno orgánico (ver cap. 9, pág. 75), que permite caracterizar en forma sencilla el tipo de humus a través de la relación C/N, y (ii) el análisis de la mineralización de carbono (ver cap. 8.1, pág. 69), un parámetro que refleja en forma integral la descomponibilidad de la MOS y la actividad microbiana.

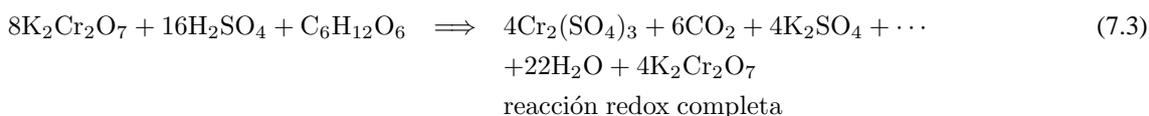
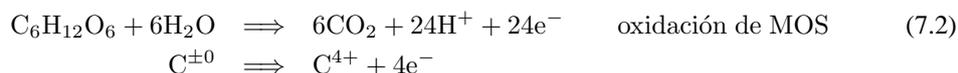
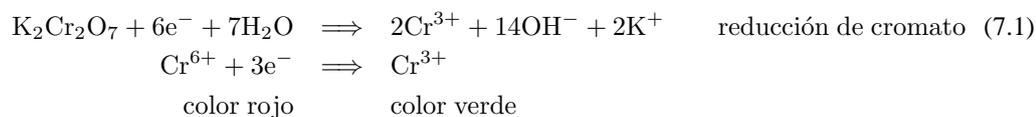
7.2. Materia orgánica total

De acuerdo a Schlichting et al. (1995).

7.2.1. Principio del método

Oxidación en húmedo del carbono orgánico de la MOS, mediante dicromato de potasio en solución ácida, bajo aplicación de calor, y cuantificación espectrofotométrica del Cr reducido.

La materia orgánica del suelo (MOS) se oxida con dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) en solución de ácido sulfúrico. El elemento oxidado es el carbono orgánico (C_{org}) de la MOS. El dicromato de potasio en solución ácida es un oxidante fuerte:



En la reacción redox, Cr^{6+} es reducido a Cr^{3+} , el OH^- liberado es neutralizado por H_2SO_4 . La cantidad de Cr^{3+} formada es equivalente a la del carbono oxidado en la reacción. La concentración del Cr^{3+} de color verde es medida por espectrofotometría y el contenido de C correspondiente es sacado de una curva de calibración. Se supone un nivel de oxidación de C en la materia orgánica de ± 0 y un contenido de C_{org} en la MOS de 58 % ($MOS = C_{org} \cdot 1.724$).

7.2.2. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- matraces aforados de 50mL;
- pipetas de 7.5mL y de 5mL;
- estufa;
- centrífuga y tubos de centrífuga de 12mL;
- espectrofotómetro de luz;

■ reactivos

- solución de 2N $K_2Cr_2O_7$ (dicromato de potasio) con ácido sulfúrico (H_2SO_4): disolver 98.07g de $K_2Cr_2O_7$ en unos 200mL de H_2O_{desion} , agregar 100mL de H_2SO_4 conc. ($\approx 97\%$) y completar con H_2O_{desion} hasta 1L;
- ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4 , $\approx 97\%$)
- oxalato de sodio ($Na_2C_2H_2O_4$) o tartrato de sodio ($Na_2C_4H_4O_6$)

7.2.3. Procedimiento

7.2.3.1. Muestras

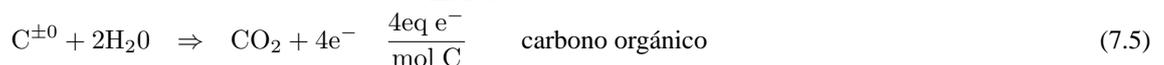
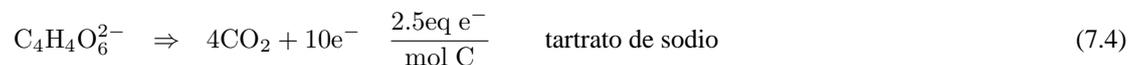
1. muestras: tierra fina, secadas al aire; tamizadas a $\phi=1mm$, recomendado $\phi \leq 0.5mm$); determinar humedad de la muestra aparte por secado a $105^\circ C$;
2. pesar 0.1-1g tierra fina (no conteniendo más que 20mg de C) en un matraz aforado de 50mL ;
3. preparar un blanco de la misma manera , pero sin tierra;
4. agregar 7.5mL de H_2SO_4 conc.;
5. agregar 5mL de solución de 2N $K_2Cr_2O_7$ y agitar cuidadosamente;

6. poner las muestras en una estufa a 120°C por 90min; agitar los matraces cada 30min;
7. sacar los matraces aforados de la estufa, añadir H₂O_{desion} casi hasta el comienzo del cuello y dejar enfriar;
8. enrasar el matraz y homogeneizar la suspensión, dejar decantar;
9. transferir una alícuota de ≈6mL a un tubo de centrífuga y centrifugarla por 10min a 3000 revoluciones/min;
10. medir la absorción de la solución a λ=578nm con el espectrofotómetro;

7.2.3.2. Curva de calibración

La calibración es necesaria para establecer una relación entre la absorción medida y la concentración correspondiente de carbono. Para tal fin, se mide la coloración (por absorción espectral) que se produce por la oxidación de una sustancia orgánica con concentración definida de carbono. La solución estándar usada contiene una sustancia orgánica, cuyo contenido y nivel de oxidación del C son conocidos. Se prepara una serie de diluciones (→ diferentes concentraciones) y se procede con el análisis como descrito para las muestras. La absorción medida se grafica en función de la concentración de Corg y se expresa la relación entre ambas por una línea de regresión.

La calibración se realiza con un estándar de tartrato de sodio (Na₂C₄H₄O₆). Un mol de tartrato de sodio (pm=230.08) contiene 48g de C. Como el nivel de oxidación del carbono del tartrato de sodio es de 1.5+, en la oxidación se liberan solamente 2.5 equivalentes de electrones por mol de C, mientras que en la oxidación de C con carga ±0 a CO₂ se ganan 4 equivalentes de electrones por mol de C. Respecto a la oxidación, un mol de C del tartrato de sodio equivale solamente a 2.5/4=62.5 % mol C de la materia orgánica, supuesto que el nivel de oxidación de ésta última está en 0. Una solución de 1mol de tartrato de sodio contiene por eso 48g x 62.5 %=30g/mol de C oxidable de 0 a 4+.



- preparar una solución patrón: 11.50g de tartrato de sodio (=0.05M) se disuelven en 1L de H₂O_{desion}; 1mL de ésta solución equivale a 1.5mg de C oxidable (= 1500ppm).
- preparar soluciones con concentraciones de C de 0, 15, 30, 75, 150, 225, 300 mg/L; (ver anexo C, 119) en matraces aforados de 50mL;
- seguir como ya se describió en el procedimiento con las muestras;

7.2.4. Cálculos

7.2.4.1. Curva de calibración

La absorción espectral (abs) medida en la solución está relacionada linealmente con la concentración de Cr³⁺, que a su vez es proporcional a la concentración de C oxidada de 0 a 4+:

$$\text{abs} = f(\text{conc}(C)) \quad (7.6)$$

$$y = a \cdot x + b \quad \text{línea de regresión} \quad (7.7)$$

$$\text{abs} = a \cdot \text{conc}(C) + b \quad (7.8)$$

Se procede de la siguiente manera:

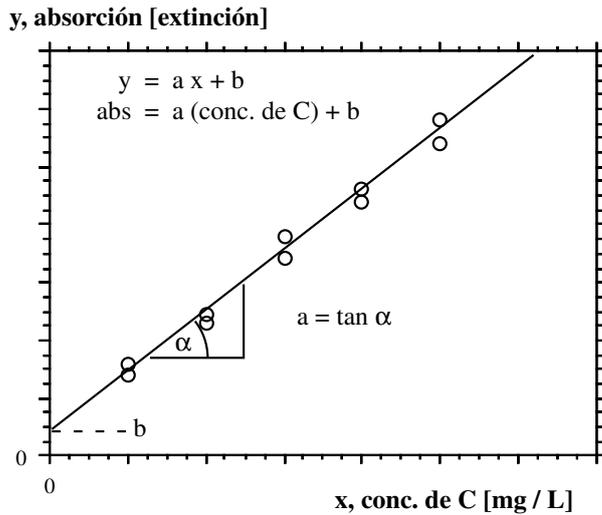


Figura 7.1: Regresión lineal entre concentración de C y absorción espectral medida

- restar de todos los valores de absorción el valor del blanco respectivamente de 0ppm C, para que la línea de regresión pase por el origen;
- calcular la regresión según la ecuación arriba;

7.2.4.2. Contenido de C_{org} en el suelo

a. calcular la concentración bruta de C en los extractos de la muestra (*conc(C)_{ex.b}*):

$$conc(C)_{ex.b} = \frac{abs - b}{a} \tag{7.9}$$

para el cálculo de la concentración neta en el extracto de la muestra (*conc(C)_{ex}*), hay que restar el valor del blanco, para considerar así todos los efectos (absorción o ruido de fondo) que se dan por la matriz usada, errores sistemáticos etc. . . .:

$$conc(C)_{ex} = \frac{abs_{muestra} - b}{a} - \frac{abs_{blanco} - b}{a} = \frac{abs_{muestra} - abs_{blanco}}{a} \tag{7.10}$$

b. cantidad de C en el extracto respectivamente en la muestra (*cant(C)*):

$$cant(C) = conc(C)_{ex} \cdot V_{ex} \tag{7.11}$$

c. contenido de C_{org} en el suelo:

$$C_{org} = \frac{cant(C)}{m_s} = \frac{conc(C)_{ex} \cdot V_{ex}}{m_s} \quad \text{en } (mg \cdot g^{-1}) \tag{7.12}$$

d. contenido de materia orgánica del suelo (MOS):

$$MOS = C_{org} \cdot \frac{1.724}{10} \quad \text{en } (\%) \tag{7.13}$$

<i>abs</i>	absorción fotométrica (1)
<i>b</i>	ordenada de la línea de regresión (1)
<i>a</i>	pendiente de la línea de regresión (L · mg ⁻¹ · C ⁻¹)
<i>conc(C)_{ex.b}</i>	concentración bruta de C _{org} en el extracto (mg · L ⁻¹)
<i>conc(C)_{ex}</i>	concentración neta de C _{org} en el extracto (mg · L ⁻¹)
<i>cant(C)</i>	cantidad de C _{org} en el extracto (mg)
<i>V_{ex}</i>	volumen del extracto (L)
<i>C_{org}</i>	contenido de C _{org} en el suelo (mg · g ⁻¹)
<i>m_s</i>	masa de suelo seco (g)
<i>MOS</i>	materia orgánica del suelo (%)

7.2.5. Errores

- el método supone un nivel de oxidación del C en la materia orgánica de ± 0 ;
- se supone, que sólo el carbono está afectado por oxidación; si se encuentran otros componentes oxidables o reducibles, resulta el consumo de dicromato también por éstas sustancias;

7.3. Materia orgánica particulada según Cambardella y Elliott

Según Cambardella y Elliott (1992).

7.3.1. Introducción

La materia orgánica del suelo (MOS) desempeña un papel importante como fuente de nutrientes y como agente cementante en la formación de agregados. Sin embargo, la MOS representa una mezcla heterogénea de sustancias orgánicas, que difieren en sus características físico-químicas y su grado de enlace con la fracción mineral del suelo. Ellos determinan también su resistencia contra la descomposición microbiana, es decir su tiempo de permanencia en el suelo.

La diferenciación de la materia orgánica en diferentes grupos funcionales permitirá un mejor conocimiento de la dinámica de la MOS, tanto en ecosistemas naturales como en manejados, y una evaluación de los efectos de sistemas de uso de la tierra en la composición de la misma, que define en gran proporción la calidad del suelo. Se presenta un método sencillo que combina la dispersión físico-química del suelo y la siguiente separación física en base al tamaño de partículas, fácilmente a estandarizar. El método discrimina una fracción de materia orgánica en partículas, o particulada (MO_{pa}), de la materia orgánica asociada a la fase mineral (MO_{as}).

La materia orgánica particulada pertenece al pool de la materia orgánica lentamente descomponible (Cambardella y Elliott, 1992), ver también cuadro 7.1). Corresponde al grupo de sustancias transitorias según Oades (1984); Tisdall y Oades (1982), que supuestamente padece alteraciones por la cultivación del suelo (Elliott, 1986).

La fracción asociada, sin embargo, cuenta con una elevada estabilidad, tratándose principalmente de sustancias húmicas en complejos organo-minerales (Tisdall y Oades, 1982). Es por ello una fracción pasiva, de tiempos de reciclado muy largos.

7.3.2. Principio

Dispersión físico-química del suelo mediante hexametáfosfato de sodio y consiguiente separación física de dos fracciones a través de un tamizado a $53\mu m$: (i) materia orgánica en partículas (MO_{pa}), con un diámetro $>53\mu m$, y (ii) materia orgánica asociada a la fracción mineral (MO_{as}), con un diámetro $<53\mu m$. Por razones de una mayor exactitud analítica, se analiza la materia orgánica asociada a la fracción mineral (y MO soluble) que pasa por el tamiz de $53\mu m$ (MO_{as}), y se obtiene la MO_{pa} por diferencia con la MO total (MO_t) en una muestra no fraccionada. Analíticamente, se determina, como en el caso de materia orgánica total, el carbono orgánico en las muestras, suponiendo una proporción fija (58 %) de éste en la MO.

7.3.3. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- balanza analítica;
- frascos de 100mL con tapa de rosca para agitar la suspensión;
- agitador recíproco;
- tamiz con apertura de $53\mu m$;
- vasos de precipitación de 500mL;
- estufa;
- todos los aparatos y materiales para el análisis de carbono orgánico mediante oxidación con dicromato de potasio (ver 7, p. 59);

- *opcionalmente*: en caso que se desee analizar también N_{org} , ver guía específica en capítulo 9, pág. 75;

■ **reactivos**

- solución de hexametáfosfato de sodio, 5g/L: colocar aproximadamente 700mL de H_2O_{desion} en un matraz aforado de 1L y disolver 5g de hexametáfosfato de sodio ($[Na_2(PO_3)]_n$); enrasar a 1L y homogeneizar;
- todos los reactivos para el análisis de carbono orgánico mediante oxidación con dicromato de potasio (ver apartado 7, pág. 59);
- *opcionalmente*: en caso de querer analizar N_{org} , reactivos en capítulo 9, pág. 75;

7.3.4. Procedimiento

dispersión

1. pesar 10g de tierra fina (<2mm, materia orgánica gruesa eliminada), secada al aire, en un frasco de 100mL p/ agitar;
2. agregar 30mL de solución de hexametáfosfato de sodio;
3. agitar 15h en un agitador recíproco;

fraccionamiento

4. verter la suspensión dispersada por un tamiz de $53\mu m$ y recolectar la suspensión que pasa por el tamiz en un vaso de precipitación de 500mL; hacer pasar todo el material más fino que $53\mu m$ mediante una piceta con H_2O_{desion} , no gastando más que 450mL de agua;
 - la suspensión recolectada, que contiene la MO_{as} ($\phi < 53\mu m$), se procesará para el análisis de C y/o N orgánico;
 - el material que queda en el tamiz corresponde a la MO_{pa} ($\phi > 53\mu m$) y no se requiere para el análisis de C y N, pero se podría guardar para estudios cualitativos sobre morfología y origen del material;

procesamiento de la fracción <53 μm

5. agregar 1-2 mL¹ de solución de 1N $CaCl_2$ a la suspensión pasada por el tamiz (material <53 μm) para acelerar la floculación y sedimentación; dejar sedimentar 6-8 horas²;
6. succionar cuidadosamente el sobrenadante claro con una bomba de vacío³;
7. secar la suspensión restante a 50°C en una estufa con ventilación activa;
8. homogeneizar el material secado en un mortero con pistil; análisis de C orgánico en la fracción <53 μm y en la muestra completa;
9. análisis del material <53 μm , secado y homogeneizado, por C orgánico (y N orgánico; ver guías específicas); se recomienda considerar lo siguiente:
 - el hexametáfosfato de sodio no interfiere en los análisis de dichos elementos con los métodos indicados;

¹adaptar cantidad según el caso

²modificación al método original, para acelerar el procedimiento y reducir gastos de energía; en el método original, toda la suspensión se seca a estufa;

³modificación al método original, ídem anterior

- elevadas concentraciones de Cl^- pueden interferir en el análisis de C_{org} con dicromato (Nelson y Sommers, 1996); debido al uso de CaCl_2 como floculante, hay que calcular la concentración final de Cl^- en la muestra y, si necesario, corregir la interferencia a través de la adaptación de la matriz de las soluciones para la calibración (Nelson y Sommers, 1996);

10. análisis de las muestras correspondientes sin fraccionamiento para determinar C orgánico total (C_t) (y N orgánico total (N_t));

7.3.5. Cálculos

La diferencia del contenido entre la materia orgánica total (MO_t), determinada en una muestra no dispersada, y la fracción asociada con la fase mineral $<53\mu\text{m}$ (MO_{as}) es considerada igual a la materia orgánica retenida en el tamiz, que corresponde a la materia orgánica en partículas (MO_{pa}).

$$\text{MO}_{\text{pa}} = \text{MO}_t - \text{MO}_{\text{as}} \quad (7.14)$$

Los cálculos primarios se refieren al carbono orgánico y sus respectivas fracciones:

$$C_{\text{pa}} = C_t - C_{\text{as}} \quad (7.15)$$

$$C_{\text{as}} = \frac{C_{\text{org}53} \cdot m_{53}}{M_t} \quad (7.16)$$

C_{pa}	C_{org} en materia orgánica particulada ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
C_t	C_{org} total de la muestra no fraccionada ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
C_{as}	C_{org} asociado a la fracción mineral con $\phi < 53\mu\text{m}$ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$) (referido al total de la muestra)
m_{53}	masa del material con $\phi < 53\mu\text{m}$ (g)
$C_{\text{org}53}$	C_{org} en el material de la fracción $< 53\mu\text{m}$ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
m_t	masa total del suelo usada para el fraccionamiento (g)

Los valores se expresan en materia orgánica a través de la relación:

$$\text{MO} = C \cdot 1.724 \quad (7.17)$$

7.3.6. Observaciones

- el paso más crítico en este método es la separación mecánica de las fracciones sobre el tamiz, dado que el manejo específico de cada persona puede introducir allí errores sistemáticos;
- se recomienda trabajar con mínimamente 3 repeticiones analíticas por muestra;

Bibliografía

- Batjes, N.H. 1999. Management options for reducing CO_2 -concentrations in the atmosphere by increasing carbon sequestration in the soil. Report 410-200-031, Dutch National Research Programme on Global Air Pollution and Climate Change & Technical Paper 30, Wageningen.
- Cambardella, C.A. y Elliott, E.F. 1992. Particulate organic matter changes across a grassland cultivation sequence. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 56:777-783.
- Elliott, E.F. 1986. Aggregate structure and carbon, nitrogen, and phosphorous in native and cultivated soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 50:627-633.

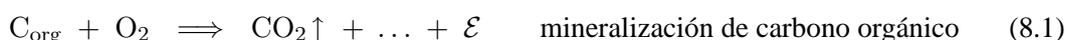
- Jastrow, J.D. y Miller, R.M. 1997. Soil aggregate stabilization and carbon sequestration: feedbacks through organomineral associations. *En*: Lal, R., Kimble, J.M., Follet, R.F. y Stewart, B.A. (eds.), Soil processes and the carbon cycle, págs. 207–223. CRC Press, Boca Raton.
- Nelson, D.W. y Sommers, L.E. 1996. Total carbon, organic carbon, and organic matter. *En*: Sparks, D.L. (ed.), Methods of soil analysis. Part 3: Chemical methods, 3 ed^{ón}., págs. 961–1010. N^o 5 en SSSA Book Series, Soil Science Society of America, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.
- Oades, J.M. 1984. Soil organic matter and structural stability. *Plant and Soil* 76:319–337.
- Schlichting, E., Blume, H.-P. y Stahr, K. 1995. *Bodenkundliches Praktikum. Eine Einführung in pedologisches Arbeiten für Ökologen, insbesondere Land- und Forstwirte, und für Geowissenschaftler.* Blackwell Wissenschaftsverlag, Berlin, 295 págs.
- Tisdall, J.M. y Oades, J.M. 1982. Organic matter and water-stable aggregates in soils. *J. Soil Sci.* 33:141–163.

8. Mineralización del carbono del suelo / respiración edáfica

8.1. Introducción

Resumido según Schinner et al. (1996); Schlichting et al. (1995); Zibilske (1994)

La oxidación biológica de carbono orgánico en suelos es uno de los procesos claves en el ciclo global de carbono, permitiendo el retorno del carbono fijado en los ecosistemas terrestres a la atmósfera, en forma de CO_2 . El término mineralización designa en general la transformación de un elemento en forma orgánica a una inorgánica (Alexander, 1977; Paul y Clark, 1989). Respecto al ciclo de carbono, la mineralización de carbono designa la liberación de CO_2 debido a la actividad metabólica de organismos. Un concepto comparable es la de la respiración edáfica, definida (i) como la suma de todas las actividades metabólicas del suelo que producen CO_2 (Lundegårdh, 1927), o (ii) que resultan en la toma de O_2 o la liberación de CO_2 por organismos del suelo metabólicamente activos (Anderson y Ineson, 1982).



La mineralización de carbono orgánico, o respiración edáfica, refleja entonces, en términos generales, la actividad (micro)biológica del suelo. Su medición bajo condiciones optimizadas de temperatura y humedad, proporciona un valor potencial de mineralización o respiración, parámetro que se incorpora en la lista de descriptores esenciales de la calidad de suelos (Doran y Parkin, 1994).

La medición de la respiración edáfica se puede realizar *in situ* o en laboratorio, según los objetivos del estudio.

- Mediciones *in situ* se ofrecen para la descripción de la actividad metabólica actual, en suelos no disturbados y en las condiciones ambientales del sitio. Sin embargo, cuentan con la desventaja de no poder discriminar entre CO_2 liberado por la actividad microbiana o por organismos superiores (fauna, raíces vegetales). La variabilidad espacial de suelos requiere generalmente de un número elevado de repeticiones de la medición.
- El ensayo de incubación en el laboratorio permite la cuantificación específica de la mineralización microbiana, bajo condiciones controladas. La incubación en el laboratorio se usa comúnmente para analizar el potencial de mineralización, efectos de temperatura y humedad, etc. Una desventaja es el pretratamiento del suelo (tamizado, secado, congelamiento, etc.), que representa una perturbancia que altera la actividad microbiana en comparación al suelo no disturbado.

En resumen, la medición de la mineralización de carbono orgánico del suelo puede proporcionar información acerca de

- la actividad microbiana actual o potencial del suelo (Isermeyer, 1952; Jäggi, 1976; Schlichting et al., 1995), representando un importante indicador de la calidad del suelo;
- el flujo de carbono en ecosistemas debido a la actividad microbiana;
- efectos ambientales, como temperatura, humedad, o de perturbancias, como el laboreo, en la degradación de la materia orgánica del suelo;
- la descomponibilidad de la materia orgánica en sí o de sustratos definidos (Anderson y Gray, 1991);
- diferentes fracciones (*pools*) de la materia orgánica del suelo de acuerdo a su descomponibilidad (Lorenz, 1992; Molina et al., 1994; Nordmeyer et al., 1982);
- el efecto de biocidas en la actividad microbiana (Anderson et al., 1990);

8.2. Método de incubación aeróbica con titulación del CO₂ liberado

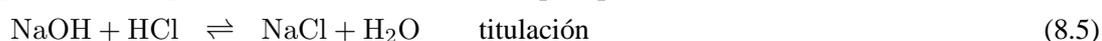
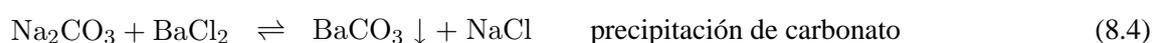
Según Isermeyer (1952), modificado por Jäggi (1976), en Schlichting et al. (1995); Schinner et al. (1996);

8.2.1. Principio

El suelo se incuba bajo condiciones óptimas de temperatura y humedad en un sistema cerrado, con reservas suficientes de O₂ (ver fig. 8.1). Debido a la actividad de los microorganismos, descomponiendo la materia orgánica, se consume O₂ y se libera CO₂. El CO₂ formado se capta en una solución alcalina, según



y se determina cuantitativamente el álcali no consumido a través de una titulación con ácido, previa precipitación del carbonato mediante cloruro de bario:



La titulación se realiza a intervalos de tiempo definidos, y puede abarcar un tiempo total de incubación de un solo día hasta semanas. El resultado da valores acumulativos de la respiración edáfica o mineralización de carbono orgánico.

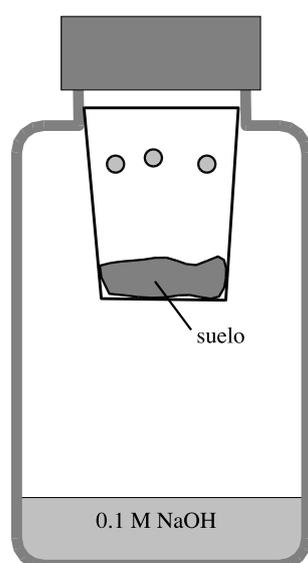


Figura 8.1: Frasco de incubación para la determinación de la respiración edáfica

8.2.2. Aparatos, materiales y reactivos

■ Aparatos y materiales

- frascos de vidrio de boca ancha, con tapa; tapa debe cerrar herméticamente; volumen $\geq 350\text{cm}^3$ (ver fig. 8.1);
- vasos descartables (forma cónica), con diámetro \geq diámetro de la boca del frasco de vidrio a usar para la incubación; prepararlos de la siguiente forma:
 - cortar los vasos descartables a una altura, donde el diámetro es levemente superior al diámetro de la boca del frasco de incubación;
 - poner aperturas de ventilación en la parte superior del vaso con un soldador de estaño (ver fig. 8.1);

- Voll-pipeta de 25ml;
- micropipeta de 1-5ml;
- bureta de 25ml con gradación de 0.1ml;
- estufa con ventilación activa, incubadora o gabinete termoconstante;
- termómetro para temperatura de ambiente;
- balanza analítica;
- matraces aforados de 1L, 500mL y 250mL para preparar soluciones;

■ **reactivos**

- solución de 0.1M NaOH (preparada con H₂O_{desion} libre de CO₂);
- solución de 0.1M HCl (preparada con H₂O_{desion} libre de CO₂), para la titulación;
- solución de 0.5M BaCl₂;
- indicador fenolftaleína;

8.2.3. Procedimiento

*pretratamiento del suelo y mediciones auxiliares*¹

1. suelo fresco, con la humedad que tenía *in situ* en el momento del muestreo; tamizado secuencial a 5mm y posteriormente a 2mm, eliminando restos orgánicos gruesos;
2. determinar capacidad máxima de agua:
 - a) 10 - 60g de suelo secado aire se colocan en un cono de papel de filtro y se registra la masa exacta del suelo;
 - b) el cono con la muestra de suelo se coloca en un baño de arena, con un espesor de arena de aproximadamente 4cm sobre un espejo de agua libre (→ pF 0.6);
 - c) saturar el suelo con H₂O y dejar reposar 5min; repetir 2 veces más este paso;
 - d) a partir de la última saturación, dejar equilibrar 1 hora, con la muestra protegida contra evaporación;
 - e) determinar la masa del suelo húmedo; (también por separado masa del filtro saturado);

incubación

3. colocar 20g de tierra fina en un vaso descartable preparado para el frasco de incubación; se usan 3 o más repeticiones por muestra;
4. preparar el mismo numero de frascos para el análisis de blancos (testigos, igual tratamiento, pero sin muestra);
5. humedecer con H₂O_{desion} a un 60 % de la capacidad máxima de retención de agua del suelo;
6. enjuagar un frasco de vidrio para la incubación con H₂O_{desion} y pipetear 25ml de 0.1M NaOH en éste mismo;
7. colocar inmediatamente el vaso con el suelo humedecido y cerrar el frasco de vidrio, cerciorándose de que la tapa cierre herméticamente;

¹el pretratamiento del suelo (tamizado, secado, congelamiento etc.) puede afectar la actividad biológica positiva o negativamente, por lo que conviene definir un modo de tratamiento, dentro del marco infraestructural dado, que minimice en lo posible la alteración de la muestra (ver Schinner et al., 1996; Wollum, 1994);

8. poner los frascos de incubación en una incubadora o en un ambiente termoconstante, a una temperatura definida (p.ej. 30°C), por un intervalo de tiempo de 24h (otros intervalos posibles, ver observaciones);

titulación

9. abrir el frasco de incubación y sacar el vaso con la muestra de suelo;
10. agregar 3 gotas de indicador fenolftaleína a la solución alcalina del frasco de incubación;
11. agregar 2.5ml de 0.5M BaCl₂ a la solución, para precipitar el carbonato;
12. titular la solución alcalina con 0.1M HCl hasta el punto de viraje del indicador y registrar el volumen de HCl consumido ($V_{HCl.m}$);
13. realizar los mismo pasos para la titulación con los blancos y registrar el volumen de HCl consumido para el blanco ($V_{HCl.b}$);
14. en caso de seguir con la incubación, enjuagar el frasco con H₂O_{desion.}, colocar de vuelta 25ml de 0.1M NaOH y la muestra de suelo, previo ajuste de la humedad de la misma;

8.2.4. Cálculos

■ *equivalencias*

$$1 \text{ mol NaOH} \equiv 1 \text{ mol HCl} \equiv 0.5 \text{ mol CO}_2 \quad (8.6)$$

$$1 \text{ mol CO}_2 - \text{C} = 12 \text{ g CO}_2 - \text{C} \quad (8.7)$$

$$1 \text{ ml } 0.1\text{M HCl} \equiv 0.05 \text{ mmol CO}_2 - \text{C} = 0.6 \text{ mg CO}_2 - \text{C} \quad (8.8)$$

resulta como equivalencia para la 0.01M HCl que se usa para la titulación:²

$$equiv(HCl) = 0.6 \frac{\text{mg CO}_2 - \text{C}}{\text{mL HCl}} \quad (8.9)$$

■ cantidad de CO₂-C mineralizada:

$$cant(\text{CO}_2 - \text{C}) = (V_{HCl.b} - V_{HCl.m}) \cdot equiv(HCl) \quad \text{en (mg)} \quad (8.10)$$

■ cantidad de CO₂-C mineralizada por masa de suelo:

$$C_{min} = \frac{cant(\text{CO}_2 - \text{C})}{m_s} \quad \text{en} \quad \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}}\right) \quad \text{ó} \quad (\%) \quad (8.11)$$

■ proporción de CO₂-C mineralizada en relación a la reserva de C_{org}:

$$\frac{C_{min}}{C_{org}} = \frac{cant(\text{CO}_2 - \text{C})}{m_s \cdot C_{org}} \times 1000 \quad \text{en} \quad \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}}\right) \quad \text{ó} \quad (\%) \quad (8.12)$$

²se supone que la 0.01M HCl se realiza con la máxima precisión, usando soluciones estandarizadas; en caso contrario, realizar una valoración de la concentración exacta del ácido;

- tasa de mineralización de carbono:

$$tasa(C_{min}) = \frac{C_{min}}{t} \times 1000 \quad \text{en} \quad \left(\frac{\mu\text{g}}{\text{g} \cdot \text{d}} \right) \quad (8.13)$$

$equiv(HCl)$	equivalencia del HCl usado para la titulación ($\text{mg CO}_2\text{-C} \cdot \text{mL}^{-1}$)
$cant(\text{CO}_2\text{-C})$	cantidad de $\text{CO}_2\text{-C}$ mineralizado (mg)
$V_{HCl.b}$	volumen de HCl titulado para el blanco (mL)
$V_{HCl.m}$	volumen de HCl titulado para la muestra (mL)
C_{min}	carbono mineralizado ($\text{CO}_2\text{-C}$) por masa de suelo ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
m_s	masa de suelo seco (g)
C_{org}	carbono orgánico del suelo ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
t	unidad de tiempo del intervalo de incubación (d)

8.2.5. Observaciones

- en este método se supone, que la liberación de CO_2 es equivalente a la actividad microbiana; sin embargo, no es así en caso de que se formen otros productos metabólicos (descomposición incompleta) o de que CO_2 es fijado dentro de la muestra en forma de carbonatos o por organismos autótrofos;
- en suelos con carbonatos o con un elevado tenor de humus y una reacción alcalina, se puede producir la liberación abiológica de CO_2 ; en este caso, se debería dar preferencia a un método que cuantifique el consumo de O_2 en lugar de la liberación de CO_2 ;
- el ensayo de incubación se puede llevar a cabo para diferentes situaciones de temperatura y humedad, así como para diferentes tiempos totales de incubación; los intervalos individuales hay que definir de tal manera, que no se puedan producir situaciones de deficiencia de O_2 ($\leq 50\%$ de la presión parcial normal) en el recipiente de incubación;

Bibliografía

- Alexander, M. 1977. Introduction to soil microbiology. John Wiley and Sons, New York.
- Anderson, J.M. y Ineson, P. 1982. A soil microcosm system and its application to measurements of respiration and nutrient leaching. *Soil Biol. Biochem.* 14:415–416.
- Anderson, J.P.E., Castle, E., Ehle, D., Laermann, H.T., Maas, G. y Malkolmes, H.P. 1990. Richtlinien für die amtliche Prüfung von Pflanzenschutzmitteln. 2 ed^{ón}. Pigge Letter Shop, Braunschweig.
- Anderson, T.H. y Gray, T.R.G. 1991. The influence of soil organic carbon on microbial growth and survival. *En: Wilson, W.S. (ed.), Advances in soil organic matter research: the impact on agriculture and the environment*, pág. 253. Redwood Press, Mekshom, Wiltshire, UK.
- Doran, J.W. y Parkin, T.B. 1994. Defining and assessing soil quality. *En: Doran, J.W., Coleman, D.C., Bezdiek, D.F. y Stewart, B.A. (eds.), Defining soil quality for a sustainable environment*, págs. 1–21. N^o 35 en SSSA Special Publication, Soil Science Society of America, Inc., Madison, Wisconsin, USA.
- Isermeyer, H. 1952. Eine einfache Methode zur Bestimmung der Bodenatmung und der Karbonate im Boden. *Z. Pflanzenernähr. Bodenkd.* 56:27–39.
- Jäggi, W. 1976. Die Bestimmung der CO_2 -Bildung als Mass der bodenbiologischen Aktivität. *Schw. Landw. Forsch.* 15:371–380.

- Lorenz, G. 1992. Stickstoff-Dynamik in Catenen einer erosionsgeprägten Lösslandschaft. Ph.d. thesis, Universität Hohenheim, Stuttgart, Germany.
- Lundegårdh, M. 1927. Carbon dioxide evolution of soil and crop growth. *Soil Science* 23:417–453.
- Molina, J.A.E., Cheng, H.H., Nicolardot, B., Chaussaut, R. y Houout, S. 1994. Biologically active soil organics: A case of double identity. *En: Doran, J.W., Coleman, D.F., Bezdicek, D.F. y Stewart, B.A. (eds.), Defining soil quality for a sustainable environment*, págs. 169–177. N^o 35 en SSSA Special Publication, Soil Science Society of America, Madison, WI, USA.
- Nordmeyer, H., Nuske, A. y Richter, J. 1982. Stickstoffmineralisation in Lössböden. *Mitteilgn. Dtsch. Bodenkundl. Gesellsch.* 34:97–34.
- Paul, E.A. y Clark, F.E. 1989. *Soil microbiology and biochemistry*. Academic Press, San Diego.
- Schinner, F., Öhlinger, R., Kandeler, E. y Margesin, R. (eds.). 1996. *Methods in soil biology*. Springer-Verlag, Heidelberg, New York.
- Schlichting, E., Blume, H.-P. y Stahr, K. 1995. *Bodenkundliches Praktikum. Eine Einführung in pedologisches Arbeiten für Ökologen, insbesondere Land- und Forstwirte, und für Geowissenschaftler*. Blackwell Wissenschaftsverlag, Berlin, 295 págs.
- Wollum, A.G. 1994. Soil sampling for microbiological analysis. *En: Weaver, R.W., Angle, J.S. y Bottomley, P.S. (eds.), Methods of soil analysis. Part 2 – Microbiological and biochemical properties*, págs. 1–14. N^o 5 en SSSA Book Series, Soil Science Society of America, Madison, WI, USA.
- Zibilske, L.M. 1994. Carbon mineralization. *En: Weaver, R.W., Angle, J.S. y Bottomley, P.S. (eds.), Methods of soil analysis. Part 2 – Microbiological and biochemical properties*, págs. 835–863. N^o 5 en SSSA Book Series, Soil Science Society of America, Madison, WI, USA.

9. Nitrógeno total del suelo según el método de KJELDAHL

Según (Schlichting et al., 1995, modificado), descripciones similares en FAO (1984); Page et al. (1982)

9.1. Introducción

El nitrógeno ocupa un rol especial en los ecosistemas terrestres, dada su importancia como macronutriente principal y considerando los efectos ambientales negativos que pueden provocar algunas formas del nitrógeno.

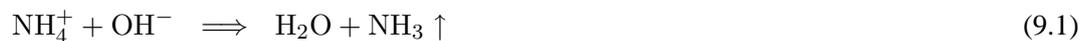
En el suelo, más que el 95 % del nitrógeno se encuentra en forma orgánica (N_{org}), formando parte de la materia orgánica del suelo. Una muy pequeña proporción es constituida por las formas minerales, amonio (NH_4^+) y nitrato (NO_3^-). La reserva orgánica de N se considera entonces prácticamente como equivalente del nitrógeno total (N_t).

El N_t ($\approx N_{org}$) es un parámetro básico en la descripción analítica del suelo. Circunscribe la reserva de N, a partir de la cual se libera N disponible para la planta (NO_3^- , NH_4^+), a través de la mineralización microbiana de la materia orgánica. A su vez, la relación C/N de la materia orgánica del suelo proporciona información ecológicamente muy valiosa sobre la forma de humus y la dinámica del mismo.

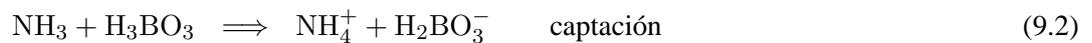
9.2. Principio

Destrucción oxidativa de la materia orgánica del suelo mediante ácido sulfúrico concentrado y calor, liberando nitrógeno en forma de amonio, y cuantificación del amonio mediante titulación. Se detallan:

- oxidación de la materia orgánica con ácido sulfúrico (H_2SO_4 , conc.) aplicando alta temperatura y usando catalizadores, liberando nitrógeno en forma de NH_4^+ ;
- aislación de NH_3 por destilación con vapor de agua después de alcalinización con hidróxido de sodio (NaOH):



- captación del NH_3 liberado con ácido bórico y titulación de la cantidad de ácido bórico consumido por NH_3 :



9.3. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- aparato de digestión (con aspiración del vapor del ácido sulfúrico o bajo campana);
- balones de digestión;
- destilador de vapor de agua (con balones con dos cuellos para colocar en el destilador);
- pipetas de 4 y 10mL;
- vasos de precipitación;
- bureta de 10mL con escala de 1/100mL (o titulador/bureta electrónica);
- matraces aforados de 250mL, 500mL y 1L, para la preparación de soluciones;

- balanza analítica;

■ reactivos

- sulfato de potasio (K_2SO_4) → sirve para elevar la temperatura de la suspensión durante la digestión;
- mezcla reactiva de selenio → catalizador de oxidación;
- ácido sulfúrico (H_2SO_4), concentrado ($\geq 98\%$); (para incluir el nitrato en el análisis, agregar ácido salicílico (25g/l H_2SO_4) para que el nitrato sea cambiado en combinaciones aminos en presencia de tiosulfato de sodio (Na_2SO_3) o polvo de zinc (Zn));
- hidróxido de sodio (NaOH), concentrado (=40%); → se disuelven paulatinamente 400g de hidróxido de sodio en 800mL de H_2O_{desion} , agitando suavemente para que la solución no absorba mucho CO_2 , consumiendo el hidróxido de sodio ($NaOH + CO_2 \rightarrow NaHCO_3$); dejar enfriar la solución y agregarle H_2O_{desion} hasta 1L;
- solución de ácido bórico (H_3BO_3), 4 %, con indicador mixto: disolver 40g de ácido bórico en 800mL H_2O_{desion} , calentando y agitando la solución; dejar enfriar y agregar 20mL de indicador mixto (formado de 0.099g de bromocresol verde más 0.066g de metil rojo disueltos en 100mL de etanol) y homogeneizar; enrasar a 1L;
- ácido clorhídrico (HCl), 0.01 N (TITRISOL);
- *opcionalmente*: tiosulfato de sodio (Na_2SO_3); solamente necesario, si el nitrato debe ser incluido en el análisis;

9.4. Procedimiento

digestión

1. poner una muestra de suelo, seco al aire y pasado por un tamiz de 2mm (mejor $\phi < 1mm$, ver errores), de 0.25 hasta 2.5g, no conteniendo más de $\approx 1mg$ de nitrógeno orgánico, en un balón de digestión;
2. el procedimiento siguiente se realiza también con un blanco;
3. agregar $\approx 0.5g$ de mezcla de reactivo de selenio y $\approx 1g$ de sulfato de potasio (K_2SO_4); (0.22-0.33mg $K_2SO_4/mL H_2SO_4$); (cantidades aproximadas → medir con espátula);
4. añadir 5mL de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4 , conc.) y agitar el balón suavemente;
5. colocar el balón en el aparato de digestión, teniendo en cuenta la posición correcta del condensador de vapor del ácido sulfúrico; (si el equipo lo permite, los cuellos de los balones deben estar en un ángulo de $< 45^\circ$ de la horizontal)
6. conectar el condensador del digestor con una bomba de vacío para sacar el vapor del ácido sulfúrico que sale de los balones; si una bomba no está disponible, el digestor debe estar por lo menos en una campana;
7. calentar el balón, empezando suavemente con el termostato puesto en posición 1;
8. después de que la suspensión termine de espumar ($\approx 1/2$ h), aumentar la temperatura hasta la posición ≈ 2 del termostato hasta que hierva suavemente ($\approx 380^\circ C$); ajustar la temperatura de tal manera, que el vapor del ácido sulfúrico se condense en el tercio inferior del cuello del balón;
9. la digestión está terminada cuando el suelo y el líquido estén claros, significando que todo el humus está destruido (4-5h de digestión);

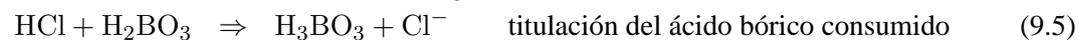
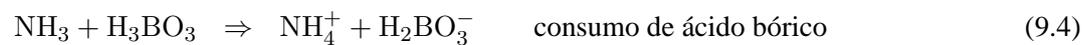
10. dejar enfriar la muestra;

destilación

11. traspasar cuantitativamente la suspensión de digestión a un balón de destilación con dos cuellos, agregando cuidadosamente agua destilada en el balón de digestión, agitándolo, después transferir la suspensión; estos pasos son llevados a cabo por lo menos tres veces;
12. colocar el balón de destilación en el destilador de vapor de agua;
13. poner un vaso de precipitación de 100ml con 10ml de solución de ácido bórico (H_3BO_3) debajo de la salida del destilador; la manguera de salida no debe entrar en el ácido bórico;
14. agregar con cuidado 25ml de hidróxido de sodio (NaOH, 40 %) a la solución por el segundo cuello y cerrar este último inmediatamente (de vez en cuando averiguar si el pH de la suspensión después de la destilación esté arriba de 8);
15. empezar la destilación y continuarla hasta que se encuentren aproximadamente 50ml del producto destilado en el vaso de precipitación;

titulación

16. titulación del ácido bórico consumido con 0.01 N HCl:



9.5. Cálculos

■ **equivalencias**

$$1\text{ml } 0.01 \text{ N HCl} \equiv 0.01\text{meq HCl} \equiv 0.01\text{meq N} \equiv 0.14\text{mg N} \quad (9.6)$$

$$\text{equiv}(HCl) = 0.14 \frac{\text{mg N}}{\text{mL HCl}} \quad (9.7)$$

■ **contenido de N_t**

$$\text{cant}(N_t) = (V_{HCl.m} - V_{HCl.b}) \cdot \text{equiv}(HCl) \quad (9.8)$$

$$N_t = \frac{\text{cant}(N_t)}{m_s} = \frac{(V_{HCl.m} - V_{HCl.b}) \cdot \text{equiv}(HCl)}{m_s} \quad (9.9)$$

$\text{equiv}(HCl)$	equivalencia del HCl usado para la titulación ($\text{mg N} \cdot \text{mL}^{-1}$)
$\text{cant}(N_t)$	cantidad de N en el extracto (mg)
$V_{HCl.m}$	volumen de HCl titulado para la muestra (mL)
$V_{HCl.b}$	volumen de HCl titulado para el blanco (mL)
N_t	contenido de nitrógeno total (N_t) en el suelo ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
m_s	masa de suelo seco (g)

9.6. Observaciones

- para obtener resultados bien reproducibles, es necesario tamizar y homogeneizar con cuidado la muestra; dependiendo del contenido de nitrógeno orgánico, conviene realizar la siguiente preparación de la muestra:

contenido de N	tamiz
<0.5 %	0.50mm
<1.0 %	0.26mm
>1.0 %	0.14mm

- con este método, se determina no sólo el nitrógeno orgánico, sino también parte de amonio fijado en las láminas de minerales de arcilla; en muestras arcillosas con bajo contenido de nitrógeno orgánico puede resultar por lo tanto un error remarcable;

Bibliografía

FAO. 1984. Métodos físicos y químicos de análisis de suelos y aguas. N^o 10 en Boletín de suelos de FAO, FAO, Roma.

Page, A.L., Miller, R.H. y Keeney, D.R. (eds.). 1982. Methods of soil analysis. Part 2: Chemical and microbiological properties. N^o 9 en Agronomy, ASA, SSSA, Madison, Wisconsin, USA.

Schlichting, E., Blume, H.-P. y Stahr, K. 1995. Bodenkundliches Praktikum. Eine Einführung in pedologisches Arbeiten für Ökologen, insbesondere Land- und Forstwirte, und für Geowissenschaftler. Blackwell Wissenschaftsverlag, Berlin, 295 págs.

10. Fósforo

10.1. Introducción

El fósforo (P) del suelo se encuentra distribuido en formas inorgánicas y orgánicas, en cantidades aproximadamente equivalentes. La dinámica y biodisponibilidad del P inorgánico (P_{inorg}) depende principalmente de la forma química y de la mineralogía del suelo, mostrando una clara dependencia del pH. A su vez, el P orgánico (P_{org}) es transformado por procesos microbianos y tiene mucha importancia en suelos y/o condiciones, en los cuales el P_{inorg} es de baja disponibilidad.

Se distinguen muchas fracciones, o *pools*, de fósforo, que difieren en su facilidad de movilización, en un rango que abarca desde el P soluble en agua hasta el P prácticamente inerte. Existen por ello muchos métodos analíticos diferentes, que tratan de discriminar diferentes grados de biodisponibilidad de P, considerando a su vez condiciones específicas (p.ej. mineralogía, acidez) del suelo. Aquí se presentan 2 métodos, que diferencian 3 fracciones que nos permiten aproximar la reserva y disponibilidad de P en el suelo:

- el primer método (P soluble en bicarbonato de sodio), trata de aproximar el P disponible para plantas, en suelos de reacción neutra a alcalina, situación típica de zonas (semi)áridas;
- el segundo método diferencia el P orgánico y una fracción de reserva del P inorgánico, es decir dos *pools* que representan gran parte de la reserva de P, con formas y procesos de movilización totalmente diferentes;

La diferencia de los métodos consiste en el modo de tratamiento de la muestra respectiva en el medio de extracción, mientras que la determinación analítica siempre se constituye en el análisis del orto-fosfato.

La detección del orto-fosfato se basa en la formación del complejo molibdeno azul, que se determina mediante espectrofotometría. La reacción es muy sensitiva, y por eso se usa esta metodología ampliamente para determinar el P en concentraciones inferiores. Principio de la reacción: el orto-fosfato forma un complejo de molibdato de P en una solución ácida de molibdato; al ser reducido por ácido ascórbico o $SnCl_2$, el complejo formado desarrolla un color azul, con un máximo de absorción a $\lambda=882nm$. La intensidad del color es proporcional a la concentración del P. La reacción depende también de otros factores, tales como la acidez, presencia de arsenatos o sustancias que influyen en reacciones redox.

10.2. Fósforo soluble en bicarbonato de sodio

Método de Olsen et al. (1954), descrito en Page et al. (1982)

10.2.1. Principio del método

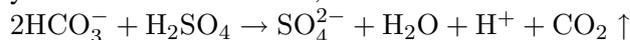
Extracción del P del suelo con una solución de bicarbonato de sodio ($NaHCO_3$) a pH 8.5 y cuantificación analítica del orto-fosfato mediante formación del complejo molibdeno azul y su medición colorimétrica a $\lambda=882nm$ (660nm).

En suelos calcáreos, alcalinos y neutros, que contienen Ca en la solución del suelo, esta solución extractante de bicarbonato de sodio disminuye la concentración de Ca por precipitación de $CaCO_3$, aumentando por eso la concentración de fósforo en la misma.

El extractante elegido tiene dos inconvenientes:

- tiende a disolver materia orgánica, produciendo extractos coloreados; por eso, se precisa a veces aplicar carbono activado para absorber sustancias orgánicas disueltas; sin embargo, en el método con ácido ascórbico, la materia orgánica no afecta tanto la medición;

- se necesita acidificar la suspensión para que se pueda formar el complejo del molibdeno azul; al agregar ácido, se produce CO_2 por el bicarbonato que está presente, perturbando en la preparación y la medición del extracto;



10.2.2. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- botellas de polietileno de 250mL, con tapa a rosca;
- matraces Erlenmeyer de 250mL;
- filtros de papel;
- pipetas de 2, 4, 5, 10, 20mL y 50mL; micro-pipetas de 1-5 y 1-10mL;
- matraces aforados de 50mL;
- matraces aforados de 100ml, 250ml, 500ml, 1L, 2L;
- espectrofotómetro de luz (si posible con rango hasta UV);

■ reactivos

- solución de 0.5M NaHCO_3 (bicarbonato de sodio) con pH 8.5: disolver 42.01g de NaHCO_3 en unos 700mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$, agitando suavemente y no muy prolongado para evitar que haya reacción entre el NaHCO_3 y el CO_2 del aire. Ajustar el pH con NaOH de $\approx 4\%$ a pH 8.5 y traspasar la solución a un matraz de 1L. Enrasar la solución con $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$. La solución se guarda en una botella de polietileno y hay que evitar que la solución tenga contacto con el aire (se puede agregar aceite para sellar la superficie); antes de usarla, se necesita controlar el pH;
- solución de 5N H_2SO_4 (ácido sulfúrico): agregar 141mL de H_2SO_4 conc. a unos 800mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$, en un matraz aforado de 1L; después de haberse enfriado, enrasar con $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ a 1L;
- indicador: p-nitrofenol, 0.25 % (masa/vol, solución en $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$); rango de pH 5.2-7.6; punto de viraje en pH 7.18, color de incoloro a amarillo;
- reactivo A: solución de heptamolibdato de amonio ($[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$):
A1: disolver 12.0g de $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ en 250mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$;
A2: disolver 0.299g (0.9mmol) de tartrato de antimonio y potasio hidrato ($[\text{KSbO} \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}]$) en 100mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$;
A: las dos soluciones A1 y A2 se agregan a 1 litro de 5N H_2SO_4 (véase arriba, solución enfriada), en un matraz aforado de 2L; después de homogeneizar, enrasar a 2L; la solución se guarda en una botella de vidrio oscuro en un lugar oscuro y frío;
- reactivo B: solución de ácido ascórbico: disolver 1.320g de ácido ascórbico en 250mL del reactivo A; esta solución se debe hacer de acuerdo a las necesidades, porque tiene estabilidad de solamente 24h;
- solución estándar de KH_2PO_4 (fosfato dihidrógeno de potasio) de 0.1mg P/mL: disolver 0.4393g de KH_2PO_4 en unos 500mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ en un matraz de 1L; agregar 5 gotas de tolueno para disminuir la actividad microbiana y enrasar con $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ a 1L; solución patrón final: diluir por el factor de 1:20 (50mL en 1L) para obtener una solución de 5 μg P/mL; agregar también 5 gotas de tolueno;

10.2.3. Procedimiento

10.2.3.1. Análisis de muestras

1. pesar 5g de tierra fina, secada al aire, en una botella de polietileno de 250mL;
2. agregar 100mL de la solución extractante (0.5M NaHCO₃) y agitar durante 30min con un agitador;
3. filtrar las suspensiones en matraces Erlenmeyer de 250mL; inmediatamente antes de filtrar hay que homogeneizar la suspensión; para obtener filtrados claros, a veces es necesario agregar carbono activado (eliminación de materia orgánica soluble, véase observaciones);
4. preparar un blanco de la misma manera, pero sin tierra;
5. pipetear una alícuota de 10mL (o 20mL, de acuerdo a la concentración de P esperada) del filtrado en un matraz de 50mL;
6. agregar 5 gotas de indicador de nitrofenol y acidificar la solución con 5N H₂SO₄¹, hasta que la solución pase del color amarillento a incoloro (pH 5²);
7. el paso anterior de acidificación lleva a la liberación de CO₂, cuya salida hay que forzar: sacudir los matraces varias veces durante una hora para que pueda escaparse el CO₂ formado; no hay que tapar los matraces;
8. agregar H₂O_{desion} hasta un volumen de 30mL, añadir 8mL del reactivo B y enrasar a 50mL con H₂O_{desion};
9. el color azul que se forma es estable por 24h, su intensidad máxima se obtiene después de 10min;
10. medir la absorción de la solución con un espectrofotómetro a $\lambda=882\text{nm}$; (si no está disponible un espectrofotómetro con unidad UV, se puede medir también a $\lambda=660\text{nm}$);

10.2.3.2. Curva de calibración

Se prepara una curva de calibración, analizando diluciones de una solución estándar de KH₂PO₄, con concentraciones conocidas entre 0.1 y 1 $\mu\text{g P/mL}$ (ver también anexo, C, pág.119):

1. preparar soluciones estándar de 0.1 hasta 1.0 $\mu\text{g P/mL}$, con matriz adaptada a la solución de extracción, a partir de la solución patrón de KH₂PO₄ de 5.0 $\mu\text{g P/mL}$:

dado: conc(patrn) = 5.0 $\mu\text{g P/mL}$, vol(sol.dil): 50mL (volumen de los matraces usados)

conc(sol.dil) ^a ($\mu\text{g P/mL}$)	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
fac.dil ^b	50	25	12.5	8.3	6.25	5
vol(patrn) ^c (mL)	1	2	4	6	8	10

^aconcentración final deseada

^bfactor de dilución

^cvolumen a pipetear

2. seguir como ya se describió en el procedimiento con las muestras (acidificar, agregar H₂O_{desion} y el reactivo B; medir absorbancia);

¹se requerirán, dependiente de la influencia de la muestra, aproximadamente 1mL de 5N H₂SO₄ para 10mL de extractante 0.5M NaHCO₃

²la cantidad de ácido necesaria se puede determinar anteriormente con una alícuota de la solución extractante con muestra, midiendo el pH (pH-metro o indicador p-nitrofenol)

10.2.4. Cálculos

10.2.4.1. Curva de calibración

La absorción espectral (*abs*) medida en la solución está relacionada linealmente con la concentración de fósforo (complejo de molibdeno azul con orto-fosfato). Mediante las mediciones de la absorción en las diluciones de la solución estándar, se establece una curva de calibración (fig. 10.1):

$$abs = f(conc(P)) \quad (10.1)$$

$$y = a \cdot x + b \quad \text{línea de regresión} \quad (10.2)$$

$$abs = a \cdot conc(P) + b \quad (10.3)$$

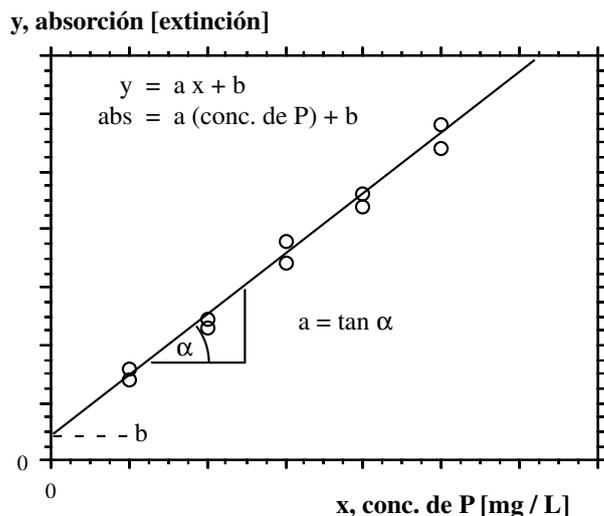


Figura 10.1: Regresión lineal entre concentración de P y absorción espectral medida

Se procede de la siguiente manera:

- calcular la regresión según la ecuación arriba, usando las concentraciones conocidas (*x*) de las soluciones para la calibración y la absorción espectral correspondiente (*y*);

10.2.4.2. Cálculo de la concentración de P en el suelo

a. concentración de P en la solución de medición ($conc(P)_{med}$):

$$conc(P)_{med} = f(abs) \quad (10.4)$$

$$conc(P)_{med} = \frac{abs - a}{b} \quad (10.5)$$

b. concentración de P en el extracto y en el blanco ($\mu\text{g}/\text{mL}$):

durante el procedimiento del método, se realizó una dilución del extracto a medir (factor de dilución $\rightarrow fac.dil$), por ello, hay que calcular la concentración bruta en el extracto ($conc(P)_{ex.b}$) y la concentración del blanco ($conc(P)_{blanco}$) según:

$$conc(P)_{ex.b} = conc(P)_{med} \cdot fac.dil \quad (10.6)$$

$$conc(P)_{blanco} = conc(P)_{med} \cdot fac.dil \quad (10.7)$$

$$fac.dil = \frac{V_{matraz}}{V_{ali}} \quad (10.8)$$

c. la concentración neta de P ($conc(P)_{ex}$) en el extracto del suelo:

dado que las muestras y el blanco puedan diferir en el factor de dilución, la corrección del valor del extracto por el del blanco se realiza recién a este nivel;

$$conc(P)_{ex} = conc(P)_{ex.b} - conc(P)_{blanco} \quad \left(\frac{\mu\text{g}}{\text{L}}\right) \quad (10.9)$$

d. cantidad de P en el extracto, corregida por el blanco:

$$cant(P) = conc(P)_{ex} \cdot V_{ex} \quad (\mu\text{g}) \quad (10.10)$$

e. contenido de P en el suelo:

$$P_{NaHCO_3} = \frac{cant(P)}{m_s} \quad \text{en} \quad \left(\frac{\mu\text{g}}{\text{g}}\right) \quad \text{o} \quad (\text{ppm}) \quad (10.11)$$

abs	absorción fotométrica (1)
b	ordenada de la línea de regresión (1)
a	pendiente de la línea de regresión ($\text{L} \cdot \mu\text{g}^{-1}$)
$conc(P)_{med}$	concentración bruta de P en la solución de medición ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
$conc(P)_{ex.b}$	concentración bruta de P en el extracto ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
$conc(P)_{blanco}$	concentración de P en el blanco ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
$fac.dil$	factor de dilución (1)
V_{matraz}	volumen del matraz usado para la reacción (mL)
V_{ali}	volumen de la alícuota de extracto (mL)
$cant(P)$	cantidad de P en el extracto (μg)
$conc(P)_{ex}$	concentración neta de P en el extracto ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
V_{ex}	volumen del extracto (L)
P_{NaHCO_3}	contenido de P en el suelo ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)
	subíndice según el extractante o fracción;
m_s	masa de suelo seco (g)

10.2.5. observaciones

- si se usa carbono activado para eliminar sustancias orgánicas disueltas de las suspensiones, hay que purificar el carbono, porque a menudo contiene fósforo en cantidades apreciables; se propone una lixiviación repetida con 6N HCl;

10.3. Fósforo orgánico por el método de ignición

Según Saunders y Williams (1955), modificado por Walker y Adams (1958), descrito en Olsen y Sommers (1982)

El método que se presenta, no sólo proporciona una fracción de fósforo orgánico, sino también otra inorgánica, la de P soluble en 1N H₂SO₄.

10.3.1. Principios

La estimación del fósforo orgánico se realiza a través de procedimientos indirectos, generalmente se usan métodos de extracción o de ignición. Métodos de extracción implican el tratamiento de la muestra con ácidos, bases, o ambos, seguido por la determinación de orto-fosfato (OF) en el extracto antes y después de la oxidación de la materia orgánica. La fracción del fósforo orgánico se obtiene según.

$$P_{org} = P_t - P_{inorg} \quad (10.12)$$

Métodos de ignición utilizan incineración a baja o a alta temperatura para oxidar la materia orgánica antes de la extracción del OF total con ácido. Paralelamente se procesa una muestra no-incinerada con ácido para determinar el P inorgánico. El P orgánico se calcula por diferencia según.

$$P_{org} = P_{inc} - P_{no.inc} \quad (10.13)$$

Básicamente todos los métodos actualmente usados para la determinación del P orgánico en suelos involucran uno de los dos principios descriptos.

En esta guía, se describe el método de ignición, en el cual el P orgánico se estima por diferencia entre el P extractable por 1N H₂SO₄ en una muestra de suelo incinerada a 550°C y del de otra no incinerada.

La detección analítica del fósforo (orto-fosfato) se basa en la formación del complejo molibdeno azul, que se determina cuantitativamente mediante espectrofotometría.

10.3.2. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- horno mufla para la ignición de muestras a 550°C;
- agitador;
- espectrofotómetro de luz (si posible, con rango UV);
- frascos de polietileno (PE) de 250mL (con tapa a rosca, p/ agitar);
- tubos de centrífuga de 15mL;
- cápsulas de porcelana;
- papel de filtro;
- pipetas, varias; micropipetas de 1-5 y 1-10mL;
- matraces aforados de 50mL;
- matraces aforados de 1L y 2L;

■ reactivos

- solución extractante: ácido sulfúrico (H₂SO₄), 1N: 28.2mL de H₂SO₄ se agregan a unos 800mL de H₂O_{desion} en un matraz aforado de 1L; después de haberse enfriado, se enrasa con H₂O_{desion} a 1L;

- solución de 5N H₂SO₄ (ácido sulfúrico): agregar 141mL de H₂SO₄ conc. a unos 800mL de H₂O_{desion}, en un matraz aforado de 1L; después de haberse enfriado, enrasar con H₂O_{desion} a 1L;
- hidróxido de sodio (NaOH), 5N: 200g NaOH se disuelven en 800mL de H₂O_{desion} en un matraz aforado de 1L; después de haberse enfriado, enrasar a 1L;
- indicador: p-nitrofenol, 0.25 % (masa/vol, solución en H₂O_{desion}); rango de pH 5.2-7.6; punto de viraje en pH 7.18, color de incoloro a amarillo;
- reactivo A: solución de heptamolibdato de amonio ($[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$):
A1: disolver 12.0g de $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ en 250mL de H₂O_{desion};
A2: disolver 0.299g (0.9mmol) de tartrato de antimonio y potasio hídrico ($[\text{KSbO} \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}]$) en 100mL de H₂O_{desion};
A: las dos soluciones A1 y A2 se agregan a 1 litro de 5N H₂SO₄ (véase arriba, solución enfriada), en un matraz aforado de 2L; después de homogeneizar, enrasar a 2L; la solución se guarda en una botella de vidrio oscuro en un lugar oscuro y frío;
- reactivo B: solución de ácido ascórbico: disolver 1.320g de ácido ascórbico en 250mL del reactivo A; esta solución se debe preparar de acuerdo a las necesidades, porque tiene estabilidad de solamente 24h;
- solución estándar de KH₂PO₄ (fosfato dihidrógeno de potasio) de 0.1mg/mL de P: disolver 0.4393g de KH₂PO₄ en unos 500mL de H₂O_{desion} en un matraz de 1L; agregar 5 gotas de tolueno para disminuir la actividad microbiana y enrasar con H₂O_{desion} a 1L; solución patrón final: diluir por el factor de 1:20 (50mL en 1L) para obtener una solución de 5μg/mL de P; agregar también 5 gotas de tolueno;

10.3.3. Procedimiento

10.3.3.1. Análisis de muestras

1. poner 1g de suelo en una cápsula de porcelana y colocarla en un horno mufla a temperatura de ambiente; levantar lentamente (durante 2 horas) la temperatura del horno mufla a 550°C; mantener la temperatura de 550°C durante 1 hora; dejar enfriar las muestras incineradas y transferirlas a frascos de PE de 250mL;
2. en otro frasco de PE, poner 1g de tierra fina de la misma muestra, pero no incinerada;
3. agregar 50mL de 1N H₂SO₄ a ambas muestras, colocar los frascos en un agitador y agitarlas durante 16 horas;
4. pipetear 10mL del extracto a un tubo de centrífuga de 15mL;
5. centrifugar la suspensión a $1500 \times g$ (3200 rev/min, centrífuga Rolco 3080) durante 20min; en caso de que el sobrenadante no quedara claro, se requiere filtración, usando un papel de filtro resistente a ácidos;
6. pipetear una alícuota del centrifugado, que no contenga más de μg de P, en un matraz aforado de 50mL;
7. agregar 5 gotas de indicador de nitrofenol (0.25 %), y neutralizar mediante 5N NaOH, hasta que la solución tome color amarillo;
8. preparar un blanco con 10mL 1N H₂SO₄;
9. agregar H₂O_{desion} hasta ≈35mL, después añadir 8mL del reactivo B, enrasar a 50mL y homogeneizar;

10. el color azul que se produce es estable por 24h, con una intensidad máxima después de 10min;
11. medir la absorción de la solución con un espectrofotómetro a $\lambda=882\text{nm}$; (si no está disponible un espectrofotómetro con unidad UV, se puede medir también a $\lambda=660\text{nm}$);

10.3.3.2. Curva de calibración

Se prepara una curva de calibración, analizando diluciones de una solución estándar de KH_2PO_4 , con concentraciones entre 0.1 y $1\mu\text{g P/mL}$:

1. preparar soluciones estándar de 0.1 hasta $1.0\mu\text{g P/mL}$, a partir de la solución patrón de $5\mu\text{g P/mL}$ (ver apartado 10.2.3.2, pág. 81) y también anexo, C, pág.119); adaptar la matriz de acuerdo al extracto usado;
2. procesar las soluciones exactamente como los extractos de las muestras: ajustar el pH, agregar $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ y el reactivo B, enrasar, homogeneizar y medir absorbancia;

10.3.4. Cálculos

10.3.4.1. Curva de calibración

La absorción espectral (*abs*) medida en la solución está relacionada linealmente con la concentración de fósforo (complejo de molibdeno azul con orto-fosfato). Mediante las mediciones de la absorción en las diluciones de la solución estándar, se establece una curva de calibración (fig. 10.1):

$$abs = f(conc(P)) \quad (10.14)$$

$$y = a \cdot x + b \quad \text{línea de regresión} \quad (10.15)$$

$$abs = a \cdot conc(P) + b \quad (10.16)$$

Se procede de la siguiente manera:

- calcular la regresión según la ecuación arriba, usando las concentraciones conocidas (*x*) de las soluciones para la calibración y la absorción espectral correspondiente (*y*);

10.3.4.2. Cálculo genérico de la concentración de P en el suelo

a. concentración de P en la solución de medición ($conc(P)_{med}$):

$$conc(P)_{med} = f(abs) \quad (10.17)$$

$$conc(P)_{med} = \frac{abs - a}{b} \quad (10.18)$$

b. concentración de P en el extracto y en el blanco ($\mu\text{g/mL}$):

durante el procedimiento del método, se realizó una dilución del extracto a medir (factor de dilución $\rightarrow fac.dil$), por ello, hay que calcular la concentración bruta en el extracto ($conc(P)_{ex.b}$) y la concentración del blanco ($conc(P)_{blanco}$) según:

$$conc(P)_{ex.b} = conc(P)_{med} \cdot fac.dil \quad (10.19)$$

$$conc(P)_{blanco} = conc(P)_{med} \cdot fac.dil \quad (10.20)$$

$$fac.dil = \frac{V_{matraz}}{V_{ali}} \quad (10.21)$$

- c. la concentración neta de P ($conc(P)_{ex}$) en el extracto del suelo:
 dado que las muestras y el blanco puedan diferir en el factor de dilución, la corrección del valor del extracto por el del blanco se realiza recién a este nivel;

$$conc(P)_{ex} = conc(P)_{ex.b} - conc(P)_{blanco} \quad \left(\frac{\mu g}{L}\right) \quad (10.22)$$

- d. cantidad de P en el extracto, corregida por el blanco:

$$cant(P) = conc(P)_{ex} \cdot V_{ex} \quad (\mu g) \quad (10.23)$$

- e. contenido de P en el suelo:

$$P_{xy} = \frac{cant(P)}{m_s} \quad \left(\frac{\mu g}{g}\right) \text{ o } (ppm) \quad (10.24)$$

abs	absorción fotométrica (1)
b	ordenada de la línea de regresión (1)
a	pendiente de la línea de regresión ($L \cdot \mu g^{-1}$)
$conc(P)_{med}$	concentración bruta de P en la solución de medición ($\mu g \cdot L^{-1}$)
$conc(P)_{ex.b}$	concentración bruta de P en el extracto ($\mu g \cdot L^{-1}$)
$conc(P)_{blanco}$	concentración de P en el blanco ($\mu g \cdot L^{-1}$)
$fac.dil$	factor de dilución (1)
V_{matraz}	volumen del matraz usado para la reacción (mL)
V_{ali}	volumen de la alícuota de extracto (mL)
$cant(P)$	cantidad de P en el extracto (μg)
$conc(P)_{ex}$	concentración neta de P en el extracto ($\mu g \cdot L^{-1}$)
V_{ex}	volumen del extracto (L)
P_{xy}	contenido de P en el suelo ($\mu g \cdot g^{-1}$)
	subíndice (xy) según el extractante o fracción;
m_s	masa de suelo seco (g)

10.3.4.3. Cálculo las fracciones de P_{org} y $P_{H_2SO_4}$

Aparte del fósforo orgánico (P_{org}), que es la fracción de principal interés de este método, se proporciona también una fracción inorgánica $P_{H_2SO_4}$, que puede ser de interés para interpretaciones ecológicas del suelo.

$$P_{org} = P_{inc} - P_{no.inc} \quad \text{en} \quad \left(\frac{\mu g}{g}\right) \quad (10.25)$$

$$P_{H_2SO_4} = P_{no.inc} \quad \text{en} \quad \left(\frac{\mu g}{g}\right) \quad (10.26)$$

10.3.5. Observaciones

El procedimiento de ignición es más simple, menos trabajoso y más exacto que el método de extracción para estimar el P orgánico en suelos. Sin embargo, este método es sujeto a un número más grande de errores que aquel de extracción, que resulta en sobre o subestimación del P orgánico, dependiendo de las propiedades del suelo analizado. Para muchos suelos, se obtienen valores similares de P orgánico con los dos métodos. Se reportan los siguientes errores:

- subestimación del P orgánico debida a un hidrólisis ácido durante el tratamiento de la muestra no incinerada;

- subestimación del P orgánico por volatilización a temperaturas >400°C, observada para suelos orgánicos, pero no para suelos minerales con temperaturas hasta 550°C;
- sub o sobreestimación por cambios en la extractabilidad, producidos por el tratamiento con altas temperaturas;

Para mayor información, ver Olsen y Sommers (1982).

Bibliografía

- Olsen, S.R., Cole, C.V., Watanabe, F.S. y Dean, L.A. 1954. Estimation of available phosphorus in soils by extraction with sodium bicarbonate. Inf. téc., US Dep. of Agric.
- Olsen, S.R. y Sommers, L.E. 1982. Phosphorus. En: Page, A.L., Miller, R.H. y Keeney, D.R. (eds.), Methods of soil analysis. Part 2: Chemical and microbiological properties, 2 ed^{ón}., págs. 403–430. Soil Science Society of America, Madison, WI, USA.
- Page, A.L., Miller, R.H. y Keeney, D.R. (eds.). 1982. Methods of soil analysis. Part 2: Chemical and microbiological properties. N^o 9 en Agronomy, ASA, SSSA, Madison, Wisconsin, USA.
- Saunders, W.M.H. y Williams, E.G. 1955. Observations on the determination of total organic phosphorus in soil. J. Soil Sci. 6:254–267.
- Walker, T.W. y Adams, A.F.R. 1958. Studies on soil organic matter: 1. Influence of phosphorus content of parent materials on accumulation of carbon, nitrogen, sulfur and organic phosphorus in grassland soils. Soil Sci. 85:307–318.

11. Complejo adsorbente

11.1. Introducción

Los constituyentes del suelo que tienen propiedades de adsorción e intercambio de cationes se llaman en conjunto complejo adsorbente o complejo de intercambio y consisten en su mayor parte de minerales arcillosos y materia orgánica. Con la expresión complejo adsorbente se denomina al conjunto de los coloides (en sentido amplio del término compuestos húmicos y arcilla) dotados de cargas negativas y por eso capaces de retener los cationes en la forma llamada de intercambio, es decir que pueden ser reemplazados por otros cationes en determinadas condiciones.

En la caracterización analítica del complejo adsorbente, hay que considerar el aspecto cuantitativo, es decir la capacidad de intercambio de cationes (CIC) tiene el suelo, y el aspecto cualitativo, que se refiere a la composición catiónica en el intercambiador (cationes intercambiables).

11.1.1. Capacidad de intercambio catiónico (CIC)

La CIC expresa la cantidad máxima de cationes adsorbidos por el suelo que pueden ser intercambiados. La CIC depende principalmente de contenido y tipo de los minerales de arcilla y de la materia orgánica, y varía parcialmente en función del pH.

El resultado del análisis depende del tamaño del ión usado para el reemplazo, del principio del método (percolación, agitado) y del pH de la solución aplicada. Por lo tanto, al presentar un valor de la CIC, siempre hay que especificar el método aplicado o por lo menos el pH del medio de extracción. Se distingue el valor de la CIC potencial (CIC_{pot}), que se determina con una solución tamponada con una reacción neutra o alcalina, y el de la CIC efectiva (CIC_{ef}), llevado a cabo en la reacción que corresponde a aquella del suelo *in situ*.

El valor obtenido a menudo no da demasiada información ecológica cuando las condiciones en que se realizan las extracciones no coinciden con las características del suelo (p.ej. CIC_{pot} para suelos ácidos), o como en el caso de la agregación del suelo (menor intercambio *in situ*). Esto significa, que para distintos objetivos, se deben usar métodos que responden a cada uno de ellos.

La capacidad de intercambio catiónico del suelo se determina tradicionalmente por un proceso básico en dos fases. El complejo coloidal del suelo se satura primero con cationes seleccionados (catión saturante), eliminándose en este tratamiento todos los cationes intercambiables originalmente adsorbidos en el complejo. En segundo lugar, se desplaza el catión saturante cuantitativamente por otro catión seleccionado (catión de reemplazamiento) y la cantidad desplazada se determina y se expresa en capacidad e intercambio, en ($meq \cdot kg^{-1}suelo^{-1}$) o ($cmol_c \cdot kg^{-1}suelo^{-1}$)¹. Internacionalmente se ha aceptado como estándar el método del agitado con acetato de amonio y de sodio (Bower et al., 1952) para determinar la CIC potencial.

11.1.2. Cationes intercambiables

La descripción cualitativa del complejo adsorbente se realiza al determinar los diferentes cationes adsorbidos. El principio del método se basa en el intercambio completo de los cationes adsorbidos por un catión seleccionado que no ocurre en suelos, y se determinan los cationes lavados en el percolado.

Según la composición catiónica del adsorbente, se precisa adaptar el procedimiento del análisis. Como la solución del suelo está relacionado estrechamente con la composición de los cationes intercambiables, al conocer el sistema buffer en que se encuentra el suelo y su salinidad, se deducen el tipo de cationes que se pueden esperar en el adsorbente y otros errores que resultan de la disolución de sales. Por lo tanto, antes de llevar a cabo el análisis, se debe conocer el pH de la muestra:

- **pH<7:** aparte de los cationes básicos, Na^+ , K^+ , Mg^{2+} y Ca^{2+} , se encuentran los iones ácidos, H^+ y Al^{3+} , en el complejo adsorbente;

¹meq = miliequivalente; $cmol_c$ céntimol de carga; se prefiere hoy el uso de esta última unidad;

■ **pH>7:**

- como cationes se esperan sólo Na^+ , K^+ , Mg^{2+} y Ca^{2+} ; la presencia de carbonatos perturba el análisis: los carbonatos son atacados por el acetato de amonio (más que por el acetato de sodio), así que en presencia de carbonato de calcio se está sobreestimando el contenido de calcio intercambiable; si existe dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$), se sobreestima además el magnesio intercambiable. Se requiere un procedimiento del análisis adaptado;
- si se presume la existencia de sales se debe medir la conductividad eléctrica en una suspensión de 1:2.5 (medido después de 2 horas, 1mS/cm equivale a 2-4cmol_c de cationes por kg de suelo);
si se presentan valores de >1mS/cm en suelos francos y arcillosos y >0.5mS/cm en suelos arenosos y limosos, hay que determinar los cationes en solución porque son integrados también en la evaluación de los cationes intercambiables.

11.2. Determinación de la capacidad de intercambio catiónico potencial (CIC_{pot})

Según Bower et al. (1952).

11.2.1. Principio

Saturación completa del complejo adsorbente por un catión seleccionado (Na^+) en un medio tamponado a pH 8.2, intercambiando de esta manera todos los cationes sorbidos originalmente. Después de lavar todos los iones de Na restantes en la solución del suelo con alcohol, reemplazo del Na sorbido por otro catión seleccionado (NH_4^+) y determinación de Na^+ en este percolado.

Se presentan 2 variantes del método, una usando la percolación y la otra el agitado y la centrifugación para producir el intercambio de cationes. El método se elige según la infraestructura existente.

11.2.2. Aparatos, materiales y reactivos

11.2.2.1. Método de percolación

■ *aparatos y materiales*

- botellas de polietileno de 250mL;
- agitador horizontal;
- matraces aforados de 250mL;
- matraces Erlenmeyer de 250mL;
- embudos y filtros de papel
- pH-metro;
- conductímetro;
- vidrio de reloj;
- fotómetro de llama;
- pipetas de diferentes volúmenes (para diluciones);

■ *reactivos*

- solución de acetato de sodio, 1N: se disuelven 136.08g de $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ en 1L de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ y se ajusta el pH en 8.2 mediante solución de hidróxido de sodio (NaOH) o ácido acético (CH_3COOH);

- alcohol etílico, 95 %;
- solución de acetato de amonio, 1N: se disuelven 77.08g de CH_3COONH_4 en un litro de H_2O_{desion} (o bien se mezclan 57mL de ácido acético concentrado y 68mL de hidróxido de amonio concentrado en 1l de H_2O_{desion}) y se ajusta el pH en 7 mediante solución de hidróxido de amonio (NH_4OH , 25 %) o ácido acético (CH_3COOH).
- solución estándar de sodio en una matriz de acetato de amonio (10 % de 1 N CH_3COONH_4);

11.2.2.2. Método de centrifugación

■ aparatos y materiales

- tubos de centrifuga de 50mL;
- agitador horizontal;
- centrifuga;
- matraces aforados de 100mL;
- embudos y filtros de papel;
- pH-metro;
- conductímetro;
- fotómetro de llama;
- pipetas de diferentes volúmenes (para diluciones);

■ reactivos

- ídem método de percolación, ver arriba;

11.2.3. Procedimiento

11.2.3.1. Método de percolación

ver fig. 11.1

intercambio de los cationes por Na

1. pesar 4g de tierra fina secada al aire (en caso de suelo arenoso, 6g) en una botella de 250mL para agitar;
2. agregar 30mL de solución de acetato de sodio, colocar la botella en el agitador y agitar 5min;
3. dejar reposar unos 10 minutos y decantar el sobrenadante vía un filtro colocado en un matraz aforado de 250mL
4. agregar otros 30mL de solución de acetato de sodio, agitar y transferir ahora toda la suspensión en el filtro colocado en el matraz y dejar escurrir (conviene tapar el filtro con vidrio de reloj para evitar la evaporación);
5. volver a lavar el suelo en el filtro 3 veces más con otros 30mL de acetato de sodio cada vez y dejar escurrir cada porción antes del próximo lavado;
6. en caso de presencia de magnesio hay que guardar todo el producto del lavado y enrasar a 250mL para su determinación en el titulador electrónico; en caso de no haber magnesio se descarta el producto del lavado;

11. Complejo adsorbente

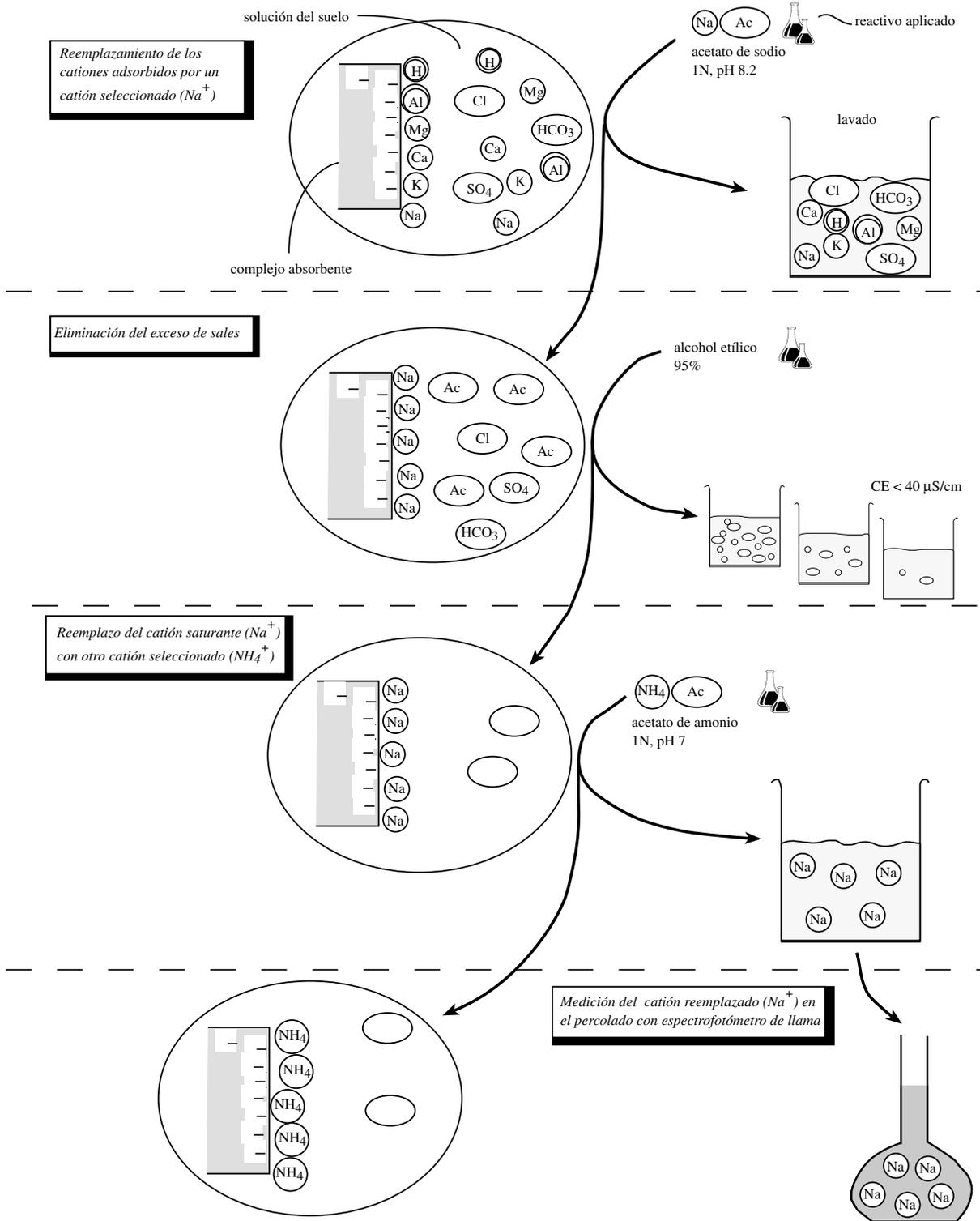


Figura 11.1: Esquema del procedimiento para determinar la CIC_{pot} del suelo

eliminación del exceso de sales en la solución del suelo

7. luego, colocar el embudo con el material en un Erlenmeyer y lavar con alcohol etílico en pasos de 30mL hasta que la solución percolada tenga una conductividad inferior a $40\mu\text{S}/\text{cm}$;

reemplazo del Na adsorbido por NH_4^+

8. el embudo con la muestra se coloca en un matraz aforado de 250mL y se percola la muestra con 30mL de acetato de amonio;
9. repetir el paso anterior 5 veces más, juntando en el líquido percolado en el matraz aforado de 250mL;

medición de Na en el percolado

10. enrasar la solución de acetato de amonio hasta 250mL y medir la concentración del sodio con fotómetro de llama (soluciones estandar con acetato de amonio como matriz);

11.2.3.2. Método de centrifugación

intercambio de los cationes por Na

1. pesar 4g de tierra fina secada al aire (en caso de suelo arenoso, 6g) en un tubo de centrífuga de 50mL;
2. agregar 30mL de solución de acetato de sodio, tapar el tubo, colocar en el agitador y agitar 5min;
3. centrifugar a 2500rev/min por 5min (cargar centrífuga simétricamente, destapar tubos, lavar tapones, balancear tubos);
4. descartar cuidadosamente el sobrenadante (en caso que se quieran determinar también cationes intercambiables y se trata de suelos carbonáticos, se guarda el extracto de todos los lavados para medir Mg^{2+});
5. repetir el lavado 3 veces más;

eliminación del exceso de sales en la solución del suelo

6. para eliminar el exceso de sales, agregar 30mL de alcohol etílico y agitar por 5min;
7. centrifugar a 2500rev/min por 5min (cargar centrífuga simétricamente, destapar tubos, lavar tapones, balancear tubos)
8. controlar la conductividad eléctrica en el sobrenadante
 - $\text{CE} > 40\mu\text{S}/\text{cm}$ todavía muchos iones en solución; → descartar sobrenadante y volver a lavar con alcohol;
 - $\text{CE} < 40\mu\text{S}/\text{cm}$ exceso de sales eliminado; → descartar el sobrenadante y seguir con el próximo paso;

reemplazo del Na adsorbido por NH_4^+

9. agregar 30mL de solución de acetato de NH_4^+ , colocar el tubo en el agitador y agitar 5min;
10. centrifugar a 2500rev/min por 5min (cargar centrífuga simétricamente, destapar tubos, lavar tapones, balancear tubos)
11. filtrar el sobrenadante en matraces aforados de 100mL;

12. repetir el lavado (últimos 3 pasos) 2 veces más;
13. enrasar el percolado de acetato de amonio a 100mL con H_2O_{desion} ;

medición de Na en el percolado

14. medir el Na^+ mediante fotómetro de llama (soluciones estándar con acetato de amonio como matriz);

11.2.4. Observaciones

En caso de que se quieran obtener los cationes intercambiables y la muestra contiene carbonatos de Mg, hay que determinar el contenido de magnesio en el percolado de acetato de sodio para corregir el error de sobreestimación de Mg en la determinación de cationes intercambiables.

11.2.5. Cálculos

Se calculan

- a. la concentración de sodio en el percolado según la calibración con el fotómetro de llama²:

$$conc(Na) = f(extinción) \left(\frac{cmol}{L} \right) \quad (11.1)$$

$$1cmol Na \equiv 1cmol_c \quad (11.2)$$

- b. la CIC del suelo:

$$CIC_{pot} = \frac{conc(Na) \cdot V_{ex}}{m_s} \cdot 1000 \left(\frac{cmol_c}{kg} \right) \quad (11.3)$$

- c. la CIC de la arcilla (da informaciones sobre el tipo del mineral);

En el cálculo hay que respetar (i) la proporción en que contribuye la materia orgánica (MOS) en la CIC, (ii) el contenido de arcilla (referido a una muestra libre de MOS y carbonatos) y (iii) el contenido de carbonatos en el suelo.

$$CIC_{arc} = \frac{(CIC_{pot} - (3 \frac{cmol_c}{kg} \cdot MOS)) \cdot (100 - CaCO_3 - MOS)}{arc \cdot 10} \quad (11.4)$$

$conc(Na)$	concentración neta de Na^+ en el extracto ($cmol_c \cdot L^{-1}$)
CIC_{pot}	capacidad de intercambio catiónico potencial ($cmol_c \cdot kg^{-1}$)
V_{ex}	volumen del extracto (L)
m_s	masa de suelo seco (g)
CIC_{arc}	capacidad de intercambio catiónico potencial de la fracción de arcilla ($cmol_c \cdot kg^{-1}$)
MOS	contenido de materia orgánica del suelo en (%)
$CaCO_3$	contenido de carbonatos del suelo en (%)
arc	contenido de arcilla del suelo en (%)

²ver instrucciones para mediciones con fotómetro de llama aparte

11.3. Determinación de los cationes intercambiables

Según Bower et al. (1952); Bower (1955); FAO (1984).

11.3.1. Principio

Intercambio completo de los cationes adsorbidos por un catión seleccionado, que normalmente no ocurre con abundancia en el suelo (NH_4^+), y determinación de los diferentes cationes en el percolado. El intercambio se realiza en un medio tamponado (pH 7). Según la reacción del suelo y su salinidad se procede en diferentes maneras (ver fig. 11.2).

Como en el caso del análisis de la CIC, se presentan 2 variantes del método, una usando la percolación y la otra el agitado y la centrifugación para producir el intercambio de cationes. El método se elige según la infraestructura existente.

11.3.2. Aparatos, materiales y reactivos

11.3.2.1. Método de percolación

■ aparatos y materiales

- botellas de polietileno de 250mL;
- agitador horizontal;
- matraces aforados de 250mL;
- matraces Erlenmeyer de 250mL;
- embudos y filtros de papel ;
- pH-metro;
- conductímetro;
- vidrios de reloj;
- fotómetro de llama;
- pipetas de diferentes volúmenes (para diluciones);
- bureta o titulador electrónico;

■ reactivos

- solución de acetato de amonio, 1N: se disuelven 77.08g de $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ en 1L de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ (o bien se mezclan 57mL de ácido acético concentrado y 68mL de hidróxido de amonio concentrado en 1L de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$) y se ajusta el pH en 7 por agregación de hidróxido de amonio (NH_4OH , 25 %) o ácido acético (CH_3COOH);
- soluciones estándar de Na y K en una matriz de acetato de amonio (10 % de 1 N $\text{CH}_3\text{COONH}_4$) para la calibración del fotómetro de llama;
- soluciones estándar de Mg y Ca para la calibración de la titulación;
- solución EDTA (0.01M) y otras soluciones accesorias para la titulación (ver guía específica);

11.3.2.2. Método de centrifugación

■ aparatos y materiales

- tubos de centrífuga de 50mL;
- agitador horizontal;
- centrífuga;

- matraces aforados de 100mL;
- embudos y filtros de papel;
- pH-metro;
- conductímetro;
- fotómetro de llama;
- pipetas de diferentes volúmenes (para diluciones);
- bureta o titulador electrónico;

■ **reactivos**

- ídem método de percolación, ver arriba;

11.3.3. Procedimiento

11.3.3.1. Método de percolación

intercambio de los cationes por NH_4^+

1. pesar 4g de tierra fina secada al aire (en caso de suelo arenoso, 6g) en una botella de 250mL para agitar;
2. agregar 30mL de solución de acetato de amonio, colocar la botella en el agitador y agitar 5min;
3. dejar reposar unos 10 minutos y decantar el sobrenadante vía un filtro colocado en un matraz aforado de 250mL;
4. agregar otros 30mL de solución de acetato de amonio, agitar y transferir ahora toda la suspensión en el filtro colocado en el matraz y dejar escurrir (conviene tapar el filtro con vidrio de reloj para evitar la evaporación);
5. volver a lavar el suelo en el filtro 3 veces más con otros 30mL de acetato de amonio cada vez y dejar escurrir cada porción antes del próximo lavado;
6. enrasar el percolado a 250mL para;

determinación de los cationes de acuerdo a la reacción del suelo

ver árbol de decisión en fig. 11.2, para conocer los análisis necesarios;

7. el análisis de los diferentes cationes se lleva a cabo en las siguientes maneras (para los diferentes métodos se indica a las guías específicas):

Na/K: determinación mediante espectrofotómetro de llama, usando en la calibración soluciones estandar en matriz de acetato de amonio (10 % de 1 N NH_4Ac);

Ca/Mg: determinación mediante titulación con EDTA (0.01M), usando el indicador Calcón (= HSSN o Eriocromo Azul Negro R) para Ca y Eriocromo Negro T para Mg;

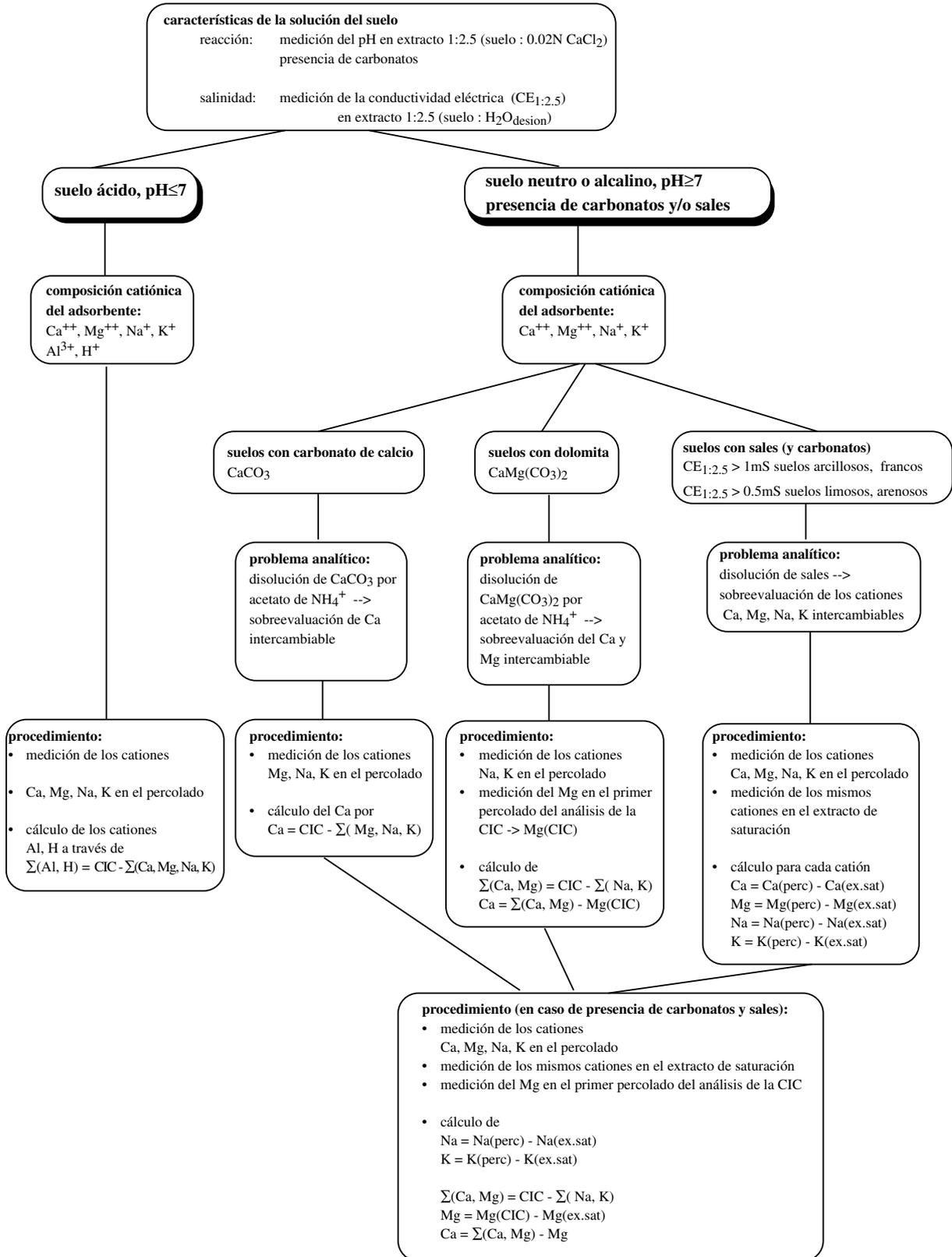


Figura 11.2: Árbol de decisión para elegir los procedimientos de determinación de los cationes intercambiables de acuerdo a reacción y salinidad del suelo

11.3.3.2. Método de centrifugación

intercambio de los cationes por NH₄⁺

1. pesar 4g de tierra fina secada al aire (en caso de suelo arenoso, 6g) en un tubo de centrifuga de 50mL;
2. agregar 30mL de solución de acetato de amonio, tapar el tubo, colocar en el agitador y agitar 5min;
3. centrifugar a 2500rev/min por 5min (cargar centrífuga simétricamente, destapar tubos, lavar tapones, balancear tubos)
4. filtrar el sobrenadante en matraces aforados de 100mL;
5. repetir el lavado 2 veces más;
6. enrasar el percolado a 100mL;

determinación de los cationes de acuerdo a la reacción del suelo

7. ver fig. 11.2 para conocer los análisis necesarios;
8. el análisis de los diferentes cationes se lleva a cabo en las siguientes maneras (para los diferentes métodos se indica a las guías específicas):

Na/K: determinación mediante espectrofotómetro de llama, usando en la calibración soluciones estandar en matriz de acetato de amonio (10 % de 1 N NH₄Ac);

Ca/Mg: determinación mediante titulación con EDTA (0.01M), usando el indicador Calcón (= HSSN o Eriocromo Azul Negro R) para Ca y Eriocromo Negro T para Mg;

11.3.4. Cálculos

11.3.4.1. Cálculo genérico de la concentración de un catión en el complejo adsorbente

La concentración de cada catión en el complejo adsorbente se calcula según:

$$Me_{int} = \frac{conc(Me^+) \cdot V_{ex}}{m_s} \cdot 1000 \quad \left(\frac{cmol_c}{kg} \right) \quad (11.5)$$

Me_{int}	concentración de un catión genérico en el complejo adsorbente (cmol _c · kg ⁻¹)
$conc(Me)$	concentración neta de un catión genérico en el extracto (cmol _c · L ⁻¹)
V_{ex}	volumen del extracto (L)
m_s	masa de suelo seco (g)

11.3.4.2. Parámetros analíticos de descripción del complejo adsorbente

Se definen los siguientes parámetros, a menudo usados en la clasificación de suelos:

CIC_{pot}	capacidad de intercambio catiónico cationes potencial (meq/kg) o (cmol _c /kg)
$S = \sum(Ca^{2+}, Mg^{2+}, Na^+, K^+)_{int}$	valor S, la suma de cationes básicos en el complejo adsorbente (meq/kg) o (cmol _c /kg)
$H = \sum(H^+, Al^{3+})_{int}$	valor H, la suma de cationes ácidos en el complejo adsorbente (meq/kg) o (cmol _c /kg)
$CIC = S + H$	(meq/kg) o (cmol _c /kg)
$SB = V = \frac{S}{CIC} \times 100$	saturación de bases (SB) o valor V, proporción de cationes básicos en el complejo adsorbente (%)
$PSI = \frac{Na_{int}}{CIC} \times 100$	Proporción de Sodio Intercambiable en el complejo adsorbente (%)

11.3.4.3. Cálculos y estimaciones específicos en función de las características de los suelos

De acuerdo al procedimiento representado en fig. 11.2, se distinguen los siguientes casos y cálculos de la proporción de los diferentes cationes intercambiables. Todos los valores se expresan en (meq/kg) ó (cmol_c/kg):

a. suelo ácido ($pH < 7$)

- composición catiónica: cationes básicos (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+) y ácidos (H^+ , Al^{3+})
- cationes básicos (Ca, Mg, Na, K) por medición en el percolado:
 $\sum(H, Al) = CIC - \sum(Ca, Mg, Na, K)$ por cálculo

b. suelos neutros y alcalinos y/o básicos ($pH \geq 7$)

b.a suelos con carbonato de calcio ($CaCO_3$)

- composición catiónica: cationes básicos (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+);
- problema analítico: sobrevaluación de calcio por disolución de $CaCO_3$;
- cationes Mg, Na, K por medición en el percolado;
- $Ca = CIC - \sum(Mg, Na, K)_{int}$ por cálculo;

b.b suelos con dolomita ($CaMg(CO_3)_2$)

- composición catiónica: cationes básicos (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+), problema analítico: sobrevaluación de Ca y Mg por disolución de $CaMg(CO_3)_2$;
- cationes Na, K por medición en el percolado;
- $Mg(CIC)$ por medición;
- $\sum(Ca, Mg)_{int} = CIC - \sum(Na, K)_{int}$ por cálculo;
- $Ca = \sum(Ca, Mg)_{int} - Mg(CIC)$ por cálculo;

b.c suelos con sales

- composición catiónica: cationes básicos (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+);
- problema analítico: sobrevaluación de todos estos cationes por alta concentración en la solución del suelo;
- cationes Ca, Mg, Na, K por medición en el percolado;
 cationes Ca, Mg, Na, K por medición en el extracto de saturación;
 cantidad de cada catión por cálculo:

$$Ca = Ca(perc) - Ca(ext.sat);$$

$$Mg = Mg(perc) - Mg(ext.sat);$$

b.d suelos con sales y carbonatos

- composición catiónica: cationes básicos (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+), problema analítico: sobreevaluación de todos estos cationes por alta concentración en la solución del suelo y disolución de carbonatos;
- cationes Ca, Mg, Na, K por medición en el percolado; cationes Ca, Mg, Na, K por medición en el extracto de saturación;
 $Mg(CIC)$ por medición;
 $Na = Na(perc) - Na(ext.sat)$ por cálculo;
 $K = K(perc) - K(ext.sat)$ por cálculo;
 $\sum(Ca, Mg) = CIC - \sum(Na, K)$ por cálculo
 $Mg = Mg(CIC) - Mg(ext.sat)$ por cálculo
 $Ca = \sum(Ca, Mg) - Mg(CIC)$ por cálculo;

Se definen los siguientes términos para los cálculos:

Ca, Mg, Na, K, H, Al	cantidad del catión en el complejo adsorbente (meq/kg) o ($\text{cmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$)
$Ca(perc), Mg(perc), \dots$	cantidad del catión en el complejo adsorbente, determinado por este método (intercambio con acetato de amonio), sólo especificado como $Ca(perc), \dots$, cuando necesario, sino igual a la primera definición; (meq/kg) o ($\text{cmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$)
$Mg(CIC)$	cantidad de Mg en el complejo adsorbente, determinado en el primer lavado en la determinación de la CIC (meq/kg) o ($\text{cmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$)
$Ca(ex.sat), Ca(ex.sat), \dots$	cantidad de cationes en el extracto de saturación, referida a la cantidad del suelo (meq/kg) o ($\text{cmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$)

Bibliografía

- Bower, C.A. 1955. Determination of exchangeable magnesium in soils containing dolomite. Soil Sci. Soc. Proc. págs. 40–42.
- Bower, C.A., Reitemeier, R.F. y Fireman, R. 1952. Exchangeable cation analysis of saline and alkaline soils. Soil Sci. Soc. págs. 251–261.
- FAO. 1984. Métodos físicos y químicos de análisis de suelos y aguas. N^o 10 en Boletín de suelos de FAO, FAO, Roma.

12. Análisis de óxidos pedogénicos de Fe

12.1. Introducción

Resumido según Loeppert y Inskeep (1996); Schlichting et al. (1995)

Los óxidos pedogénicos de Fe designan los óxidos de Fe que fueron formados bajo condiciones de temperatura y presión normales, en la superficie terrestre (minerales secundarios), a diferencia de óxidos que se presentan en rocas magmáticas y de metamorfismo alto. Se presentan en suelos, su ambiente de formación, y en sedimentos derivados de ellos. Comprenden minerales en forma cristalina, como goethita y hematita, y otros en forma amorfa o activa. Mientras los primeros poseen una estructura cristalina definida y se comportan en el suelo como partículas, los minerales amorfos poseen una mayor superficie específica y mayor grado de hidratación, lo que les proporciona un mayor grado de reactividad y movilidad, por lo que se los llama también óxidos activos.

Concentración, cantidad y distribución de los diferentes óxidos de Fe son indicadores importantes de la génesis del suelo, permitiendo discriminar intensidad y tipo de meteorización química o procesos de translocación como la eluviación-iluviación. Ecológicamente, los óxidos de Fe, al ser componentes de tamaño coloidal con carga variable, inciden en procesos de adsorción de sustancias, determinando su movilidad, disponibilidad o toxicidad, y en la regulación del pH del suelo.

Para el análisis selectivo de óxidos pedogénicos, se tiene que elegir un medio de extracción que no ataque los óxidos pirogénicos ni los silicatos. Ello se obtiene a través de movilización por complejación y/o reducción en un medio moderadamente ácido. En caso de querer analizar los óxidos amorfos únicamente, generalmente no se debe usar el procesos de reducción, sino sólo el de complejación.

El total de los óxidos pedogénicos de Fe, también llamados óxidos libres, se extrae con una solución ditionita-citrato, produciendo la reducción de Fe con el ditionito y su complejación con el citrato. El citrato a su vez actúa como buffer, manteniendo el pH alrededor de 7.

La extracción de los óxidos activos (amorfos) de Fe se realiza a través de complejación, sin que se produzca la reducción de los más estables óxidos cristalinos. Ello se obtiene a través de la extracción con oxalato bajo oscuridad. Luz produciría la reducción de Fe a través de la descomposición oxidativa del oxalato. Aparte de óxidos amorfos, se extraen también el Fe enlazado con sustancias orgánicas y, en suelos de potencial redox bajo, el Fe de combinaciones reducidas, como FeCO_3 o FeS .

12.2. Pretratamiento de las muestras de suelo

- condición de la muestra: suelo secado al aire; tratamiento sin contacto con metales;
- moler ≥ 30 min en molino de bolas para obtener granulometría fina;
- en caso de suelos calcáreos: eliminación de carbonatos bajo condiciones de pH controlado:
 1. colocar 2g de suelo en matraz de Erlenmeyer;
 2. agregar 50mL de acetato de amonio 1.0M, dejar reaccionar 1h, agitándolo de vez en cuando;
 3. control de pH y reajuste en pH 5.5 a través de adición de ácido acético;
 4. repetir paso anterior cada 1 hora, hasta constancia de pH;
 5. centrifugar, decantar, lavar y centrifugar 2 veces con $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ 2 veces para eliminar Ca y acetato disueltos;
 6. secar la muestra al aire y homogeneizarla;

12.3. Óxidos pedogénicos totales de Fe - extracto con ditionito-citrato

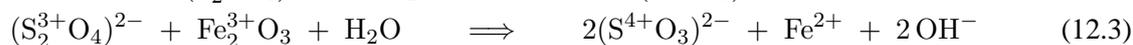
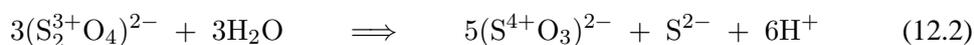
Método de Schwertmann (1964) y McKeague y Day (1966), modificado, descrito en Loeppert y Inskeep (1996).

12.3.1. Principio

Extracción con solución de ditionito de Na y citrato de Na. Se produce la reducción mediante ditionito y la complejación de Fe^{2+} mediante el citrato. Determinación analítica de Fe mediante espectrometría de absorción atómica o espectrofotometría.



Durante la extracción, ditionito se puede descomponer en un proceso de reducción-oxidación, liberando sulfuro o azufre elemental, dando lugar a una posible precipitación de sulfuro de Fe, según:



Para evitar esta precipitación de FeS, se usa el citrato como agente complejante, que mantiene el Fe^{2+} en solución. A su vez, el citrato sirve como buffer, manteniendo la reacción alrededor de pH 7.

12.3.1.1. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- balanza analítica;
- frascos con tapa, de 100 a 200mL; (frasco de extracción);
- agitador;
- micropipeta (1-10mL);
- pipetas de 10 y 15mL;

■ reactivos

- ditionita de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) (hidrosulfita de sodio);
- citrato de sodio ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$);
- solución saturada de cloruro de sodio (NaCl), $\approx 300\text{g/l}$; alternativamente: Superfloc 16, agente floculante de poliacrilamido 2g/l;

12.3.2. Procedimiento (Extracción)

1. pesar 1g de suelo en un frasco con tapa;
2. llevar 2 blancos en el análisis, con tratamiento idéntico, pero sin muestra;
3. agregar 1g de ditionita de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) y 12g de citrato de sodio ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$);
4. agregar 25mL de agua;
5. agitar por 16h en agitador recíproco;

6. agregar 10mL de solución de cloruro de sodio (NaCl) y agitar intensamente durante 15s; (floculación de coloides);
7. controlar, si se observa color negro o gris oscuro, debido a precipitación de FeS:
 - a) no se observa \implies seguir con paso siguiente;
 - b) sí, se observa \implies descartar la muestra y repetir procedimiento desde paso 1 con una mayor cantidad de citrato de sodio ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$);
8. agregar 15mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ para llevar a volumen de 50mL y homogeneizar;
9. dejar decantar 1h;
10. sacar una alícuota correspondiente para el análisis de Fe mediante espectrometría de absorción atómica o espectrofotometría;

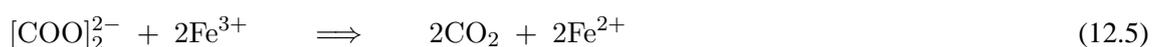
12.4. Determinación de los óxidos activos de Fe - extracto con oxalato en oscuridad

Procedimiento según Holmgren (1967), modificado, descrito en Loeppert y Inskeep (1996).

12.4.1. Principio

Extracción con solución de oxalato de amonio, en medio ácido (pH 3), bajo oscuridad. Se produce la complejación de óxidos amorfos, sin atacar a los óxidos cristalinos. La extracción se encuentra controlada por la cinética de la reacción, por lo que es esencial de estandarizar el tiempo, temperatura e intensidad de agitación. Aparte se requiere la protección contra luz (ver abajo). Determinación de Fe con espectrometría de absorción atómica o espectrofotometría con o-fenantrolina.

Se trata de una extracción suave de óxidos amorfos a través de complejación con oxalato de amonio. Para evitar la destrucción de los óxidos cristalinos debido a una reducción de Fe^{3+} a través de la oxidación fotolítica del oxalato, según



todos los pasos de extracción se tienen que realizar en oscuridad respectivamente bajo luz infrarroja.

12.4.1.1. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- balanza analítica;
- frascos con tapa de rosca, 250mL; (frasco de extracción);
- agitador;
- lámpara infrarroja;
- matraces aforados de 50mL;
- matraces Erlenmeyer de 100mL;
- filtros de papel;
- micropipeta (1-10mL);

■ reactivos

- solución de oxalato de amonio, 0.2M; pH 3.0; - solución extractante preparar una solución de 0.175M oxalato de amonio ($[\text{COONH}_4]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) + 0.1M ácido oxálico ($[\text{COOH}]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$): agregar 24.87g de $[\text{COONH}_4]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y 12.61g $[\text{COOH}]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ a aproximadamente 800mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$; ajustar pH con NH_4OH o HCl a pH=3; enrasar a 1000mL;
- solución de acetato de amonio ($\text{NH}_4\text{C}_2\text{O}_3$), 1M, pH 5.5; (solución para eliminación de carbonatos): agregar 60g de ácido acético glacial a 600mL de $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$, ajustar a pH 5.5 con NH_4OH y enrasar a 1000mL;

12.4.2. Procedimiento (extracción)

1. pesar 2g de suelo en un frasco con tapa;
2. llevar 2 blancos en el análisis, con tratamiento idéntico, pero sin muestra;
3. agregar 100mL de solución de oxalato; (trabajar bajo luz infrarroja);
4. agitar por 1h en oscuridad; (trabajar bajo luz infrarroja);
5. terminada la agitación, filtrar inmediatamente en matraces Erlenmeyer; se descartan los primeros 5-10mL del filtrado; trabajar bajo luz infrarroja;
6. determinar Fe mediante espectrometría de absorción atómica o espectrofotometría; si no se pueden analizar las muestras inmediatamente, guardar los filtrados en oscuridad, para evitar la descomposición fotoinducida del oxalato;

12.5. Soluciones estándar de Fe para la calibración

Se prepara una solución estándar con una concentración de 1000mg/l Fe^{2+} , a partir de la cual se prepara una serie de diluciones en el rango de concentración que se define por el método analítico (espectrometría de absorción atómica o espectrofotometría).

12.5.1. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- balanza analítica, micropipeta;
- matraz de 1L;

■ reactivos

- alambre de Fe elemental, calidad analítica;
- ácido clorhídrico (HCl) concentrado (fumante);

12.5.2. Procedimiento

1. controlar estado de oxidación del alambre de Fe:
 - a) oxidado \Rightarrow eliminar capa de óxidos con HCl 6M y limpiar posteriormente el alambre con algodón para sacar el FeCl_2 en la superficie;
 - b) no oxidado \Rightarrow continuar con próximo paso;
2. disolver 1g de Fe elemental con 100mL HCl fumante en un matraz aforado de 1000mL; calentar, si necesario;

3. dejar enfriar y enrasar a 1000mL;
4. realizar diluciones en 2 pasos:
 - a) dilución intermedia de 1:80 a una concentración de 12.5mg Fe/L;
 - b) diluciones finales de entre 1:125 a 1:2.5, a concentraciones entre 0.1 a 5.0mg Fe/L; adaptar matriz de la dilución final de acuerdo al método de extracción;
5. análisis de Fe mediante espectrometría de absorción atómica o espectrofotometría;

12.6. Determinación colorimétrica de Fe^{2+} y Fe^{3+} mediante el método de o-fenantrolina

El Fe total en solución puede ser determinado cuantitativamente a través de la reducción con hidroxilamina y la reacción con o-fenantrolina (1,10 - fenantrolina), formando un complejo rojo, que se cuantifica mediante espectrofotometría a $\lambda=510\text{nm}$. El límite de detección es de 0.1mg/L.

La o-fenantrolina forma con el Fe^{2+} un complejo de color rojo, según fig. 12.1, liberando protones. De acuerdo a este equilibrio, la formación del complejo se ve favorecida por el agregado de un buffer (acetato de amonio) que amortiza los protones liberados. Aunque el complejo de Fe-fenantrolina se forma en un rango de pH de 2.5-9 (Omikron, 1999), sin embargo, por cuestiones de diferentes equilibrios, oxidación de Fe y precipitación de $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ en pH más alto, hay que mantener un pH ácido, de pH 3-5, para optimizar la reacción. La absorción del complejo de Fe-fenantrolina se determina a $\lambda=510\text{nm}$ y es aproximadamente lineal entre concentraciones de 0.1 a 5.0mg Fe/L.

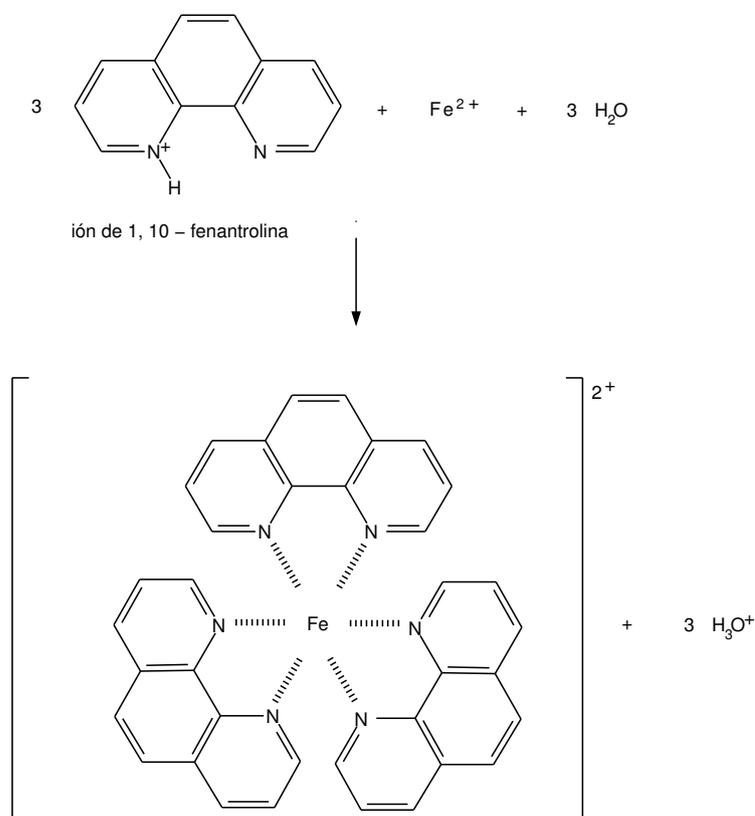


Figura 12.1: Formación del complejo entre fenantrolina y Fe^{2+}

12.6.1. Aparatos, materiales y reactivos

■ aparatos y materiales

- balanza analítica;
- matraces aforados de 50mL;
- micropipetas de 1-10mL y 0.1-1mL;
- tubos de centrifuga;
- fotómetro espectral;

■ reactivos

- solución saturada de cloruro de Na (NaCl), $\approx 30\%$;
- solución de acetato de amonio ($\text{NH}_4\text{C}_2\text{O}_3$), 5M;
- cloruro de hidroxilamina ($\text{NHOHCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$), 10 %;
- ácido clorhídrico (HCl), 6M;
- solución de orto-fenantrolina, 0.3 %: disolver o-fenantrolina en $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$, facilitando la disolución mediante calentamiento a 80°C;
- soluciones estándar de Fe; (ver sección aparte);

12.6.2. Procedimiento

1. transferir una alícuota del filtrado a un matraz de 50mL; (concentración final $\leq 2.5\text{mg/l Fe}$);
2. agregar 1mL de solución de hidroxilamina; (reductor que inhibe la oxidación de Fe^{2+});
3. agregar 1mL de solución de o-fenantrolina y mezclar; (complejante de Fe que toma color);
4. agregar 2mL de solución de acetato de amonio y mezclar; (buffer para captar H^+ liberados en la reacción entre Fe y fenantrolina);
5. controlar pH: $3 < \text{pH} \leq 5$; si $\text{pH} > 5$, agregar lentamente 6M HCl hasta alcanzar $\text{pH}=4$;
6. enrasar con $\text{H}_2\text{O}_{\text{desion}}$ y homogeneizar;
7. dejar reaccionar $\geq 1\text{h}$;
8. transferir un volumen de 6mL a tubo de centrifuga de 15mL y medir absorción con espectrofotómetro a $\lambda=510\text{nm}$;

12.6.3. Cálculos

12.6.3.1. Curva de calibración

La absorción espectral (abs) medida en la solución está relacionada linealmente con la concentración de Fe (complejo de o-fenantrolina). Mediante las mediciones de la absorción en las diluciones de la solución estándar, se establece una curva de calibración:

$$abs = f(\text{conc}(Fe)) \quad (12.6)$$

$$y = a \cdot x + b \quad \text{línea de regresión} \quad (12.7)$$

$$abs = a \cdot \text{conc}(Fe) + b \quad (12.8)$$

Se procede de la siguiente manera:

- calcular la regresión según la ecuación arriba, usando las concentraciones conocidas (x) de las soluciones para la calibración y la absorción espectral correspondiente (y); se recomienda graficar siempre los valores en un diagrama x-y, para un mejor control;

12.6.3.2. Cálculo del contenido de Fe en el suelo

a. concentración de Fe en la solución de medición ($\text{conc}(\text{Fe})_{med}$):

$$\text{conc}(\text{Fe})_{med} = f(abs) \quad (12.9)$$

$$\text{conc}(\text{Fe})_{med} = \frac{abs - a}{b} \quad (12.10)$$

b. concentración de Fe en el extracto y en el blanco ($\mu\text{g Fe/mL}$):

durante el procedimiento del método, se realizó una dilución del extracto a medir (factor de dilución \rightarrow $fac.dil$), por ello, hay que calcular la concentración bruta en el extracto ($\text{conc}(\text{Fe})_{ex.b}$) y la concentración del blanco ($\text{conc}(\text{Fe})_{blanco}$) según:

$$\text{conc}(\text{Fe})_{ex.b} = \text{conc}(\text{Fe})_{med} \cdot fac.dil \quad (12.11)$$

$$\text{conc}(\text{Fe})_{blanco} = \text{conc}(\text{Fe})_{med} \cdot fac.dil \quad (12.12)$$

$$fac.dil = \frac{V_{matraz}}{V_{ali}} \quad (12.13)$$

c. la concentración neta de Fe ($\text{conc}(\text{Fe})_{ex}$) en el extracto del suelo:

dado que las muestras y el blanco puedan diferir en el factor de dilución, la corrección del valor del extracto por el del blanco se realiza recién a este nivel;

$$\text{conc}(\text{Fe})_{ex} = \text{conc}(\text{Fe})_{ex.b} - \text{conc}(\text{Fe})_{blanco} \quad \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \quad (12.14)$$

d. cantidad de Fe en el extracto, corregida por el blanco:

$$\text{cant}(\text{Fe}) = \text{conc}(\text{Fe})_{ex} \cdot V_{ex} \quad (\text{mg}) \quad (12.15)$$

e. contenido de Fe en el suelo:

$$Fe_d = \frac{\text{cant}(\text{Fe})}{m_s} \quad \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}}\right) \text{ o } (\%) \quad (12.16)$$

abs	absorción fotométrica (1)
b	ordenada de la línea de regresión (1)
a	pendiente de la línea de regresión ($\text{L} \cdot \text{mg}^{-1}$)
$\text{conc}(\text{Fe})_{med}$	concentración bruta de Fe en la solución de medición ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)
$\text{conc}(\text{Fe})_{ex.b}$	concentración bruta de Fe en el extracto ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)
$\text{conc}(\text{Fe})_{blanco}$	concentración de Fe en el blanco ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)
$fac.dil$	factor de dilución (1)
V_{matraz}	volumen del matraz usado para la reacción (mL)
V_{ali}	volumen de la alícuota de extracto (mL)
$\text{cant}(\text{Fe})$	cantidad de Fe en el extracto (mg)
$\text{conc}(\text{Fe})_{ex}$	concentración neta de Fe en el extracto ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)
V_{ex}	volumen del extracto (L)
Fe_{xy}	contenido de Fe en el suelo ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
	subíndice (xy) según el extractante o fracción;
m_s	masa de suelo seco (g)

Bibliografía

- Holmgren, G.G.S. 1967. A rapid citrate-dithionite extractable iron procedure. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 31:210–211.
- Loeppert, R.H. y Inskeep, W.P. 1996. Iron. *En: Sparks, D.L. (ed.), Methods of soil analysis. Part 3 - Chemical methods*, cap. 23, págs. 639–664. N^o 5 en SSSA Book Series, Soil Science Society of America, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.
- McKeague, J.A. y Day, J.H. 1966. Dithionite- and oxalate- extractable Fe and Al as aids in differentiating various classes of soils. *Can. J. Soil Science* 46:13–22.
- Omikron. 1999. Ferroin / Ferroin - Indikatorlösung. url: <http://www.omikron-online.de/cyberchem/cheminfo/ferroin.htm>. visited in 10/2003.
- Schlichting, E., Blume, H.-P. y Stahr, K. 1995. *Bodenkundliches Praktikum. Eine Einführung in pedologisches Arbeiten für Ökologen, insbesondere Land- und Forstwirte, und für Geowissenschaftler*. Blackwell Wissenschaftsverlag, Berlin, 295 págs.
- Schwertmann, U. 1964. The differentiation of iron oxide in soils by a photochemical extraction with acid ammonium oxalate. *Z. Pflanzenernährung, Düngung und Bodenkunde* 105:194–201.

Parte III
Apéndice

A. Unidades y símbolos usados

A.1. Unidades básicas del Sistema Internacional de Unidades (SI)

Resumido según Legendre y Legendre (1998).

Desde el año 1960, existe un sistema métrico de unidades, aceptado internacionalmente, llamado “Sistema Internacional de Unidades”, con la sigla SI. El sistema SI se basa en 7 magnitudes fundamentales, asociadas con unidades básicas (ver cuadro A.1). Aparte de ello, se declaran 2 magnitudes suplementarias, el radián y el esterradián (ver cuadro A.1). Todas las otras magnitudes que existen son derivadas de estas 9 magnitudes principales (cuadro A.2).

A cada magnitud fundamental se asigna una dimensión, de acuerdo a la simbología de Maxwell (1871) (ver cuadro A.1). Los símbolos de dimensión se escriben siempre entre corchetes []. Respecto a la nomenclatura de las unidades hay que respetar, que los nombres de unidades se escriben siempre con minúscula. Los símbolos de unidades se escriben con minúsculas, salvo cuando el símbolo se deriva de un apellido (como Pa de Pascal), y en el caso del litro (l, L), para evitar confusiones con el número 1. Símbolos no son abreviaciones, por eso nunca llevan un punto. Las unidades se combinan con prefijos definidos, que expresan múltiplos de 10 (cuadro A.3).

Como se desprende de cuadro A.2, todas las magnitudes derivadas que usamos en las ciencias, tienen dimensiones que son combinaciones de potencias de las dimensiones básicas. Así, del cuadro A.2 se puede ver con facilidad las dimensiones de magnitudes derivadas como superficie, aceleración, presión, etc.

El análisis de dimensión de una magnitud derivada y de consistencia de las unidades usadas es un procedimiento que se debería realizar en cada uno de los cálculos que se realizan en las ciencias, y es recomendado específicamente para las magnitudes de este libro. Un ejemplo de un análisis de dimensión se ve en apartado B, pág. 117.

De acuerdo al valor y la dimensión de las magnitudes, se distinguen 4 diferentes tipos:

1. *variables dimensionales*, que son la mayoría de las magnitudes derivadas de cuadro A.2;
2. *constantes dimensionales* que poseen un valor numérico fijo y una dimensión, p.ej. la constante de gravitación $g = 9.81\text{m/s}^2$, velocidad de la luz $c = 2.998 \times 10^8\text{m/s}$;
3. *variables adimensionales*, como el ángulo, densidades relativas, fracciones volumétricas, etc.;
4. *constantes adimensionales*, como el número Euler, e , π , o cualquier número;

Cuadro A.1: Unidades básicas del Sistema Internacional de Unidades (SI) (según Legendre y Legendre, 1998)

magnitud fundamental	símbolo de magnitud ^a	símbolo de dimensión	unidad básica ^b	símbolo de unidad
masa	m	[M]	kilogramo	(kg)
longitud	l	[L]	metro	(m)
tiempo	t	[T]	segundo	(s)
corriente eléctrica	I	[I]	ampere	(A)
temperatura termodinámica	T	[Θ]	Kelvin	(K)
cantidad de sustancia	n	[N]	mol	(mol)
intensidad luminosa	I_v	[J]	candela	(cd)

^asímbolos de magnitud no forman parte del sistema SI y no son únicos;

^baparte de las 7 unidades básicas, el SI reconoce 2 unidades suplementarias, el radián (rad) y el esterradián (sr), que miden ángulos planos y sólidos;

Cuadro A.2: Dimensiones, unidades y nombres de magnitudes. Unidades según el sistema SI (según Legendre y Legendre, 1998)

magnitud nombre (símbolo)	dimensión							unidades	nombre ^a
	[M]	[L]	[T]	[I]	[Θ]	[N]	[J]		
masa (m)	1	0	0	0	0	0	0	kg	kilogramo
longitud (l)	0	1	0	0	0	0	0	m	metro
tiempo (t)	0	0	1	0	0	0	0	s	segundo
corriente eléctrica (I)	0	0	0	1	0	0	0	A	ampere
temperatura termodinámica (T)	0	0	0	0	1	0	0	K	kelvin
cantidad de sustancia (n)	0	0	0	0	0	1	0	mol	mol
intensidad luminosa (I_v)	0	0	0	0	0	0	1	cd	candela
ángulo plano	0	0	0	0	0	0	0	rad	radián
ángulo sólido	0	0	0	0	0	0	0	sr	esterradián
aceleración (a)	0	1	-2	0	0	0	0	$m \cdot s^{-2}$	
capacidad calórica	1	2	-2	0	-1	0	0	$J \cdot K^{-1}$	
carga eléctrica	0	0	1	1	0	0	0	$A \cdot s = C$	coulomb
conductividad eléctrica	-1	-2	3	2	0	0	0	$\Omega^{-1} = S$	siemens
densidad (de masa) (ρ)	1	-3	0	0	0	0	0	$kg \cdot m^{-3}$	
energía, trabajo (w)	1	2	2	0	0	0	0	$N \cdot m = J$	joule
frecuencia	0	0	-1	0	0	0	0	$s^{-1} = Hz$	hertz
fuerza (F)	1	1	-2	0	0	0	0	$kg \cdot m \cdot s^{-2} = N$	newton
molalidad	-1	0	0	0	0	1	0	$mol \cdot kg$	
molaridad	0	-3	0	0	0	1	0	$mol \cdot m^{-3}$	
presión	1	-1	-2	0	0	0	0	$N \cdot m^{-2} = Pa$	pascal
potencia	1	2	-3	0	0	0	0	$J \cdot s^{-1} = W$	watt
potencial eléctrico	1	2	-3	-1	0	0	0	$W \cdot A^{-1} = V$	volt
resistencia eléctrica	1	2	-3	-2	0	0	0	$V \cdot A^{-1} = \Omega$	ohm
superficie	0	2	0	0	0	0	0	m^2	
tensión superficial	1	0	-2	0	0	0	0	$N \cdot m^{-1}$	
velocidad (v)	0	1	-1	0	0	0	0	$m \cdot s^{-1}$	
viscosidad dinámica (η)	1	-1	-1	0	0	0	0	$Pa \cdot s$	
volumen (V)	0	3	0	0	0	0	0	m^3	

^asolamente de unidades básicas y nombres especiales de unidades derivadas;

Cuadro A.3: Prefijos para formar múltiplos de potencias de 10

nombre	múltiplos		nombre	submúltiplos	
	símbolo	factor		símbolo	factor
exa	E	10^{18}	deci	d	10^{-1}
peta	P	10^{15}	centi	c	10^{-2}
tera	T	10^{12}	mili	m	10^{-3}
giga	G	10^9	micro	μ	10^{-6}
mega	M	10^6	nano	n	10^{-9}
kilo	k	10^3	pico	p	10^{-12}
hecto	h	10^2	femto	f	10^{-15}
deca	da	10^1	atto	a	10^{-18}

A.2. Magnitudes y símbolos específicos de este libro

A.2.1. Operadores, símbolos relacionales, unidades

operadores matemáticos

+	adición
−	subtracción
×; ·	multiplicación
÷; /	división

símbolos relacionales

=	igual a
≈	aproximadamente
≡	equivalente a
∝	proporcional a
<, ≤	menor, menor igual a
>, ≥	mayor, mayor igual a

flechas en reacciones químicas

→; ⇒	reacción en una dirección
⇌	reacción de equilibrio
↑	volatilización
↓	precipitación

símbolos para fracciones

%	por ciento	1/100
‰	por mil	1/1000
ppm	parte por millón	1/10 ⁶
ppb	parte por billón	1/10 ⁹

unidades de masa

g	gramo	
μg	microgramo	10 ⁻⁶ g
mg	miligramo	10 ⁻³ g
kg	kilogramo	10 ³ g

unidades de longitud

m	metro	
nm	nanometro	10 ⁻⁹ m
μm	micrómetro	10 ⁻⁶ m
cm	centímetro	10 ⁻² m
dm	decímetro	10 ⁻¹ m

unidades de volumen

m ³	metro cúbico	
cm ³	centímetro cúbico	10 ⁻⁶ m ³
dm ³	decímetro cúbico	10 ⁻³ m ³
L, l	litro ¹	1L = 1dm ³
mL, ml	mililitro	1mL = 1cm ³

unidades de tiempo

s	segundo	10 ⁻⁶ g
min	minuto	60s
h	hora	3600s
d	día	
a	año	

unidades de presión

Pa	pascal	1N/m ²
hPa	hectopascal	10 ² Pa
kPa	kilopascal	10 ³ Pa
MPa	megapascal	10 ³ Pa
bar	bar	1bar = 0.1MPa

unidades de potencial, ver cuadro 2.1

Pa	pascal	
cm	cm de columna de agua	100cm ≡ 98.1hPa
pF	logaritmo decádico de cm de columna de agua	

unidades de electricidad

C	coulomb	
V	volt	
mV	milivolt	10 ⁻³ V
S	siemens	Ω ⁻¹
mS	milisiemens	10 ⁻³ S
μS	microsiemens	10 ⁻⁶ S
mho	mho	1mho = 1S
mmho	milimho	10 ⁻³ mho

unidades de temperatura

K	kelvin	
°C	grados celsius	0°C = 273.15K

unidades de cantidades y concentraciones molares

mol	mol	
cmol	céntimol	10 ⁻² mol
cmol _c	céntimol de cargas	10 ⁻² mol _c
mmol	milimol	10 ⁻³ mol
eq	equivalente	1eq = 1mol/valencia
M	concentración molar	1M = 1mol/L
N	concentración normal	1N = 1eq/L

A.2.2. Magnitudes derivadas específicas en este libro

Se presentan los listados de las principales magnitudes derivadas, usadas en este libro, con las posibles unidades. Tenga en cuenta, que en el texto se usan más símbolos, para designar variables de apoyo, y ciertos símbolos no se usan de una forma única. Ello, sin embargo, se define localmente en cada capítulo.

A.2.2.1. Área física de suelos

Cuadro A.4: Símbolos de las principales magnitudes específicas usadas en este texto, área física de suelos

símbolo	magnitud	(valor) ^a unidades
ρ	densidad específica	$(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$
η	viscosidad de un líquido	$(\text{g} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1})$
g	aceleración de gravedad, constante dimensional	$9.81 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$
<i>granulometría</i>		
A	fracción granulométrica de arena	fracción sin dimensión, (%)
A_{mg}	fracción granulométrica de arena muy gruesa	fracción sin dimensión, (%)
A_g	fracción granulométrica de arena gruesa	fracción sin dimensión, (%)
A_m	fracción granulométrica de arena mediana	fracción sin dimensión, (%)
A_f	fracción granulométrica de arena fina	fracción sin dimensión, (%)
A_{mf}	fracción granulométrica de arena muy fina	fracción sin dimensión, (%)
Arc	fracción granulométrica de arcilla	fracción sin dimensión, (%)
L	fracción granulométrica de limo	fracción sin dimensión, (%)
L_g	fracción granulométrica de limo grueso	fracción sin dimensión, (%)
L_f	fracción granulométrica de limo fino	fracción sin dimensión, (%)
<i>sistema poroso y estructura</i>		
η	viscosidad de un líquido	$(\text{g} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1})$
ψ	potencial de agua	(cm), (pF), (kPa), (MPa)
ρ_{ag}	densidad específica del agua	$(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$
θ	humedad volumétrica	fracción volumétrica sin dimensión, (%)
θ_s	humedad volumétrica de saturación	fracción volumétrica sin dimensión, (%)
AU	agua útil	fracción volumétrica sin dimensión, (%)
AL	agua ligada	fracción volumétrica sin dimensión, (%)
CA	capacidad de aire	fracción volumétrica sin dimensión, (%)
CC	capacidad de campo	fracción volumétrica sin dimensión, (%)
D_{ap}	densidad aparente del suelo	$(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}), (\text{kg} \cdot \text{dm}^{-3})$
D_r	densidad real del suelo	$(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}), (\text{kg} \cdot \text{dm}^{-3})$
H_g	humedad gravimétrica	fracción de masa sin dimensión, (%)
H_v	humedad volumétrica, idéntico a θ	fracción volumétrica sin dimensión, (%)
m_{ag}	masa de agua	(kg), (g), (mg)
m_s	masa de suelo secado a 105°C	(kg), (g), (mg)
m_{sh}	masa de suelo húmedo o fresco	(kg), (g), (mg)
P	porosidad total	fracción volumétrica sin dimensión, (%)
P_c	cifra de poros	fracción volumétrica sin dimensión, (%)
R	constante de gas, dimensional	$8.31441 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$
t	tiempo	(s), (min), (h)
V_{ap}	volumen aparente	(cm^3)
V_{ag}	volumen de agua	(cm^3)
V_{air}	volumen de aire	(cm^3)
V_{por}	volumen de poros	(cm^3)
V_s	volumen de la fase sólida suelo	(cm^3)

^aen caso de constantes dimensionales y no dimensionales

A.2.2.2. Área química y biología de suelos

Cuadro A.5: Símbolos de las principales magnitudes específicas usadas en este texto, área química y biología de suelos

símbolo	magnitud	(valor) ^a unidades
π	presión osmótica	(kPa), (MPa)
ρ	densidad específica	(g/cm ³)
C_{aCO_3}	concentración de CaCO ₃ en el suelo	fracción de masa, (%)
CE	conductividad eléctrica	(dS/m), (mS/cm), (μ S/cm)
$\hat{C}E_{cc}$	conductividad eléctrica estimada para la solución del suelo a capacidad de campo	(dS/m), (mS/cm), (μ S/cm)
CE_s	conductividad eléctrica en la solución del suelo (extracto de saturación)	(dS/m), (mS/cm), (μ S/cm)
C_{as}	carbono orgánico asociado a la fracción mineral con $\phi < 53$	(mg C · g ⁻¹ suelo ⁻¹), (‰)
C_{min}	carbono mineralizado por masa de suelo	(mg · g ⁻¹), (‰)
C_{as}	carbono orgánico asociado a la fracción mineral con $\phi < 53$	(mg · g ⁻¹), (‰)
C_{org}	contenido de carbono orgánico en el suelo	(mg · g ⁻¹), (%)
C_{pa}	carbono orgánico en la materia orgánica particulada	(mg · g ⁻¹), (‰)
CIC	capacidad de intercambio catiónico	(meq/kg), (cmol _c /kg)
CIC_{arc}	capacidad de intercambio catiónico potencial de la fracción de arcilla	(meq/kg), (cmol _c · kg ⁻¹)
CIC_{ef}	CIC efectiva, medida al pH real del suelo	(meq/kg), (cmol _c /kg)
CIC_{pot}	CIC potencial, medida a un pH definido, neutro a alcalino	(meq/kg), (cmol _c /kg)
$conc(xy)$	concentración de una sustancia xy en una solución, suspensión o en el suelo, según contexto	(g · g ⁻¹), (mg · g ⁻¹), (%), (g · L ⁻¹)
E	potencial eléctrico	(mV)
F	constante de Faraday	96484.56 C mol ⁻¹
Fe_{xy}	contenido de una fracción xy de Fe en el suelo	(mg · g ⁻¹)
Fe_d	óxidos de Fe extractables con ditionito (óxidos pedogénicos totales)	(mg · g ⁻¹)
Fe_o	óxidos de Fe extractables con oxalato (óxidos activos)	(mg · g ⁻¹)
$[H^+]$	concentración molar de protones	(mol L ⁻¹)
H	valor H, la suma de cationes ácidos en el complejo adsorbente	(meq/kg) o (cmol _c /kg)
MO_{as}	materia orgánica asociada a la fase mineral del suelo	(mg · g ⁻¹), (‰)
MO_{pa}	materia orgánica particulada del suelo	(mg · g ⁻¹), (‰)
MOS	materia orgánica del suelo	(mg · g ⁻¹), (‰), (%)
m_{sh}	masa de suelo húmedo o fresco	(g)
m_s	masa de suelo seco	(g)
N_{org}	nitrógeno orgánico del suelo	(mg · g ⁻¹), (‰)
N_t	nitrógeno total del suelo	(mg · g ⁻¹), (‰)
P_{xy}	contenido de P en el suelo, subíndice (xy) según el extractante o fracción;	(μ g · g ⁻¹)
P_{inorg}	contenido de P inorgánico;	(μ g · g ⁻¹)
P_{org}	contenido de P orgánico;	(μ g · g ⁻¹)
PSI	Proporción de Sodio Intercambiable en el complejo adsorbente	(%)
R	constante de gas, dimensional	8.31441 J · K ⁻¹ · mol ⁻¹
S	valor S, la suma de cationes básicos en el complejo adsorbente	(meq/kg), (cmol _c /kg)
SB	saturación de bases o valor V, proporción de cationes básicos en el complejo adsorbente	fracción sin dimensión, (%)
T	temperatura termodinámica	(K)
V_{xy}	volumen de xy	(cm ³), (dm ³), (mL), (L)

^aen caso de constantes dimensionales y no dimensionales

B. Relaciones básicas entre las tres fases físicas del suelo

fórmula	análisis de dimensión	
$V_{ap} = V_s + V_{ag} + V_{air}$	$[L^3]$	(B.1)
$V_{por} = V_{ag} + V_{air}$	$[L^3]$	(B.2)
$H_g = \frac{m_{ag}}{m_s}$	$[M^1 \cdot M^{-1}] = [1]$	(B.3)
$D_{ap} = \frac{m_s}{V_{ap}}$	$[M \cdot L^{-3}]$	(B.4)
$D_r = \frac{m_s}{V_s}$	$[M \cdot L^{-3}]$	(B.5)
$\theta = \frac{V_{ag}}{V_{ap}}$	$[L^3 \cdot L^{-3}] = [1]$	(B.6)
$= \frac{m_{ag} \cdot D_{ap}}{\rho_{ag} \cdot m_s}$		(B.7)
$= H_g \cdot \frac{D_{ap}}{\rho_{ag}}$		(B.8)
$P = \frac{V_{por}}{V_{ap}}$	$[L^3 \cdot L^{-3}] \rightarrow [1]$	(B.9)
$P = 1 - \frac{D_{ap}}{D_r}$	$[M \cdot L^3 \cdot M^{-1} \cdot L^{-3}] = [1]$	(B.10)
$P_c = \frac{V_{por}}{V_s}$	$[L^3 \cdot L^{-3}] = [1]$	(B.11)
$P_c = \frac{D_r}{D_{ap}} - 1$	$[M \cdot L^3 \cdot M^{-1} \cdot L^{-3}] = [1]$	(B.12)
		(B.13)

ρ_{ag}	densidad específica del agua
θ	humedad volumétrica
D_{ap}	densidad aparente del suelo
D_r	densidad real del suelo
H_g	humedad gravimétrica
m_s	masa de suelo secado a 105°C
m_{ag}	masa de agua
P	porosidad total
P_c	cifra de poros
V_{ap}	volumen aparente
V_{ag}	volumen de agua
V_{air}	volumen de aire
V_{por}	volumen de poros
V_s	volumen de la fase sólida suelo

C. Preparación de diluciones a partir de una solución patrón

Para distintos fines en el análisis químico, se necesita de una serie de soluciones con concentraciones definidas de una sustancia. Tales soluciones se preparan por dilución a partir de una solución patrón con concentración alta. Se definen:

$$fac.dil = \frac{conc(patrón)}{conc(sol.dil)} \quad (C.1)$$

$$conc(sol.dil) = \frac{conc(patrón)}{fac.dil} \quad (C.2)$$

$$vol(patrón) = \frac{vol(sol.dil)}{fac.dil} \quad (C.3)$$

<i>fac.dil</i>	factor de dilución
<i>conc(patrón)</i>	concentración de la solución patrón
<i>conc(sol.dil)</i>	concentración de la solución diluida a preparar
<i>vol(sol)</i>	volumen de la solución final a preparar
<i>patrón</i>	solución estándar con alta concentración exacta de una sustancia definida
<i>sol.dil</i>	solución diluida deseada

De acuerdo a las concentraciones y los volúmenes de la solución diluida que se desean preparar, se determina la concentración de la solución patrón de tal manera, que resultan valores pares como factores de dilución.

En el ejemplo de las soluciones para la calibración del método para determinar C orgánico, se usan los siguientes valores:

<i>conc(patrón) = 1500ppm C,</i>	<i>vol(sol.dil): 100mL</i>					
<i>conc(sol.dil)^a (ppm C)</i>	15	30	75	150	225	300
<i>fac.dil^b</i>	100	50	20	10	6.67	5
<i>vol(patrón)^c (mL)</i>	1	2	5	10	15	20

^aconcentración de solución deseada

^bfactor de dilución

^cvolumen a pipetear

Bibliografía

- Alexander, M. 1977. Introduction to soil microbiology. John Wiley and Sons, New York.
- Anderson, J.M. y Ineson, P. 1982. A soil microcosm system and its application to measurements of respiration and nutrient leaching. *Soil Biol. Biochem.* 14:415–416.
- Anderson, J.P.E., Castle, E., Ehle, D., Laermann, H.T., Maas, G. y Malkolmes, H.P. 1990. Richtlinien für die amtliche Prüfung von Pflanzenschutzmitteln. 2 ed^{ón}. Pigge Letter Shop, Braunschweig.
- Anderson, T.H. y Gray, T.R.G. 1991. The influence of soil organic carbon on microbial growth and survival. *En: Wilson, W.S. (ed.), Advances in soil organic matter research: the impact on agriculture and the environment*, pág. 253. Redwood Press, Mekshom, Wiltshire, UK.
- Batjes, N.H. 1999. Management options for reducing CO₂-concentrations in the atmosphere by increasing carbon sequestration in the soil. Report 410-200-031, Dutch National Research Programme on Global Air Pollution and Climate Change & Technical Paper 30, Wageningen.
- Bower, C.A. 1955. Determination of exchangeable magnesium in soils containing dolomite. *Soil Sci. Soc. Proc.* págs. 40–42.
- Bower, C.A., Reitemeier, R.F. y Fireman, R. 1952. Exchangeable cation analysis of saline and alkaline soils. *Soil Sci. Soc.* págs. 251–261.
- Cambardella, C.A. y Elliott, E.F. 1992. Particulate organic matter changes across a grassland cultivation sequence. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 56:777–783.
- Day, P. R. 1965. Particle Fractionation and Particle-Size Analysis. *En: Black, C.A. (ed.), Methods of soil analysis. Part 1: Physical and mineralogical properties, including statistics of measurement and sampling*, págs. 545–566. N^o 9 en *Agronomy, ASA, Inc., Publisher, Madison, Wisconsin, USA.*
- Doran, J.W. y Parkin, T.B. 1994. Defining and assessing soil quality. *En: Doran, J.W., Coleman, D.C., Bezdiek, D.F. y Stewart, B.A. (eds.), Defining soil quality for a sustainable environment*, págs. 1–21. N^o 35 en *SSSA Special Publication, Soil Science Society of America, Inc., Madison, Wisconsin, USA.*
- Eijkelkamp. 1992. Manual of the air vacuum pycnometer according to Langer. Eijkelkamp Agrisearch Equipment, Giesbeek, The Netherlands.
- Elliott, E.F. 1986. Aggregate structure and carbon, nitrogen, and phosphorous in native and cultivated soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 50:627–633.
- FAO. 1984. Métodos físicos y químicos de análisis de suelos y aguas. N^o 10 en *Boletín de suelos de FAO*, FAO, Roma.
- Gee, G.W. y Bauder, J.W. 1986. Particle-size analysis. *En: Klute, A. (ed.), Methods of soil analysis. Part 1: Physical and mineralogical methods*, págs. 383–411. N^o 9 en *Agronomy, ASA, ASSA, Inc., Publisher, Madison, Wisconsin, USA.*
- Hartge, K.H. 1978. Einführung in die Bodenphysik. Enke Verlag, Stuttgart.
- Hartge, K.H. y Horn, R. 1989. Die physikalische Untersuchung von Böden. Enke Verlag, Stuttgart, 175 págs.
- Holmgren, G.G.S. 1967. A rapid citrate-dithionite extractable iron procedure. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 31:210–211.

- Isermeyer, H. 1952. Eine einfache Methode zur Bestimmung der Bodenatmung und der Karbonate im Boden. *Z. Pflanzenernähr. Bodenk.* 56:27–39.
- Jäggi, W. 1976. Die Bestimmung der CO₂-Bildung als Mass der bodenbiologischen Aktivität. *Schw. Landw. Forsch.* 15:371–380.
- Jander, G. y Blasius, E. 1990. Einführung in das anorganisch-chemische Praktikum, tomo neu bearbeitete Auflage von Strähle, J. und Schweda, E. 13 ed^{ón}. Hirzel Verlag, Stuttgart, 565 págs.
- Jastrow, J.D. y Miller, R.M. 1997. Soil aggregate stabilization and carbon sequestration: feedbacks through organomineral associations. *En: Lal, R., Kimble, J.M., Follet, R.F. y Stewart, B.A. (eds.), Soil processes and the carbon cycle*, págs. 207–223. CRC Press, Boca Raton.
- Klute, A. (ed.). 1986. *Methods of soil analysis. Part 1: Physical and mineralogical methods*. N^o 9 en *Agronomy*, ASA, ASSA, Inc., Publisher, Madison, Wisconsin, USA.
- Kretzschmar, R.L. 1984. Kulturtechnisch- bodenkundliches Praktikum. Ausgewählte Laboratoriumsmethoden. Eine Anleitung zum selbständigen Arbeiten an Böden. 4 ed^{ón}. Institut für Wasserwirtschaft und Meliorationswesen, Christian-Albrechts-Universität Kiel, Kiel, 466 págs.
- Krienke, H. 2005. *Physikalische Chemie - Fortgeschrittenenpraktikum. Pufferlösungen*. Institut für Institut für Physikalische und Theoretische Chemie, Universität Regensburg, Regensburg, 4 págs. URL http://www.uni-regensburg.de/Fakultaeten/nat_Fak_IV/Physikalische_Chemie/Krienke/lehre_pdf/fprakt/pufferl/pufferl.pdf.
- Legendre, P. y Legendre, L. 1998. *Numerical ecology*. 2 ed^{ón}. N^o 20 en *Developments in Environmental Modelling*, Elsevier.
- Loeppert, R.H. y Inskeep, W.P. 1996. Iron. *En: Sparks, D.L. (ed.), Methods of soil analysis. Part 3 - Chemical methods*, cap. 23, págs. 639–664. N^o 5 en *SSSA Book Series*, Soil Science Society of America, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.
- Lorenz, G. 1992. *Stickstoff-Dynamik in Catenen einer erosionsgeprägten Lösslandschaft*. Ph.d. thesis, Universität Hohenheim, Stuttgart, Germany.
- Lundegårdh, M. 1927. Carbon dioxide evolution of soil and crop growth. *Soil Science* 23:417–453.
- Maxwell, J.C. 1871. Remarks on the mathematical classification of physical quantities. *En: Proc. Lond. Math. Soc.*, tomo 3, págs. 224–232.
- McKeague, J.A. y Day, J.H. 1966. Dithionite- and oxalate- extractable Fe and Al as aids in differentiating various classes of soils. *Can. J. Soil Science* 46:13–22.
- Metrohm. 1999. *The background of pH measurement and hints for your daily work*. Metrohm Ltd., Herisau, Switzerland, 1 ed^{ón}. URL <http://www.ph-measurement.com/background.pdf>.
- Molina, J.A.E., Cheng, H.H., Nicolardot, B., Chaussaut, R. y Houout, S. 1994. Biologically active soil organics: A case of double identity. *En: Doran, J.W., Coleman, D.F., Bezdicek, D.F. y Stewart, B.A. (eds.), Defining soil quality for a sustainable environment*, págs. 169–177. N^o 35 en *SSSA Special Publication*, Soil Science Society of America, Madison, WI, USA.
- Nelson, D.W. y Sommers, L.E. 1996. Total carbon, organic carbon, and organic matter. *En: Sparks, D.L. (ed.), Methods of soil analysis. Part 3: Chemical methods*, 3 ed^{ón}, págs. 961–1010. N^o 5 en *SSSA Book Series*, Soil Science Society of America, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.

- Nordmeyer, H., Nuske, A. y Richter, J. 1982. Stickstoffmineralisation in Lössböden. *Mitteilgn. Dtsch. Bodenkundl. Gesellsch.* 34:97–34.
- Oades, J.M. 1984. Soil organic matter and structural stability. *Plant and Soil* 76:319–337.
- Olsen, S.R., Cole, C.V., Watanabe, F.S. y Dean, L.A. 1954. Estimation of available phosphorus in soils by extraction with sodium bicarbonate. *Inf. téc., US Dep. of Agric.*
- Olsen, S.R. y Sommers, L.E. 1982. Phosphorus. *En: Page, A.L., Miller, R.H. y Keeney, D.R. (eds.), Methods of soil analysis. Part 2: Chemical and microbiological properties, 2 ed^{ón}.*, págs. 403–430. Soil Science Society of America, Madison, WI, USA.
- Omikron. 1999. Ferroin / Ferroin - Indikatorlösung. url: <http://www.omikron-online.de/cyberchem/cheminfo/ferroin.htm>. visited in 10/2003.
- Page, A.L., Miller, R.H. y Keeney, D.R. (eds.). 1982. *Methods of soil analysis. Part 2: Chemical and microbiological properties.* N^o 9 en *Agronomy, ASA, SSSA, Madison, Wisconsin, USA.*
- Paul, E.A. y Clark, F.E. 1989. *Soil microbiology and biochemistry.* Academic Press, San Diego.
- Richards, L.A. (ed.). 1954. *Diagnosis and improvement of saline and alkali soils.* N^o 60 en *Agriculture Handbook, US Department of Agriculture, Washington D.C.*
- Richards, L.A. (ed.). 1980. *Diagnóstico y rehabilitación de suelos salinos y sódicos.* Departamento de Agricultura de los EEUU, Laboratorio de Salinidad. Editorial Limusa S.A., México., 172 págs.
- Saunders, W.M.H. y Williams, E.G. 1955. Observations on the determination of total organic phosphorus in soil. *J. Soil Sci.* 6:254–267.
- Schinner, F., Öhlinger, R., Kandeler, E. y Margesin, R. (eds.). 1996. *Methods in soil biology.* Springer-Verlag, Heidelberg, New York.
- Schlichting, E., Blume, H.-P. y Stahr, K. 1995. *Bodenkundliches Praktikum. Eine Einführung in pedologisches Arbeiten für Ökologen, insbesondere Land- und Forstwirte, und für Geowissenschaftler.* Blackwell Wissenschaftsverlag, Berlin, 295 págs.
- Schwertmann, U. 1964. The differentiation of iron oxide in soils by a photochemical extraction with acid ammonium oxalate. *Z. Pflanzenernährung, Düngung und Bodenkunde* 105:194–201.
- Soil Survey Division Staff. 1993. *Soil survey manual.* N^o 18 en *Agriculture Handbook, United States Department of Agriculture, Washington, 437 págs.*
- SoilMoisture. 2004. Operating instructions for the 5 bar pressure plate extractor. SoilMoisture Equipment Corp., Santa Barbara, Ca, USA. URL <http://www.soilmoisture.com/PDF%20Files/81600scan.pdf>.
- Sparks, D.L. (ed.). 1996. *Methods of soil analysis. Part 3: Chemical methods.* SSSA Book Series, Soil Science Society of America, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.
- Tisdall, J.M. y Oades, J.M. 1982. Organic matter and water-stable aggregates in soils. *J. Soil Sci.* 33:141–163.
- van Genuchten, M.T. 1980. A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 44:892–898.
- Walker, T.W. y Adams, A.F.R. 1958. Studies on soil organic matter: 1. Influence of phosphorus content of parent materials on accumulation of carbon, nitrogen, sulfur and organic phosphorus in grassland soils. *Soil Sci.* 85:307–318.

- Wollum, A.G. 1994. Soil sampling for microbiological analysis. *En*: Weaver, R.W., Angle, J.S. y Bottomley, P.S. (eds.), *Methods of soil analysis. Part 2 – Microbiological and biochemical properties*, págs. 1–14. N^o 5 en SSSA Book Series, Soil Science Society of America, Madison, WI, USA.
- Zibilske, L.M. 1994. Carbon mineralization. *En*: Weaver, R.W., Angle, J.S. y Bottomley, P.S. (eds.), *Methods of soil analysis. Part 2 – Microbiological and biochemical properties*, págs. 835–863. N^o 5 en SSSA Book Series, Soil Science Society of America, Madison, WI, USA.

Índice alfabético

- ψ , véase potencial matricial
 θ , véase humedad volumétrica
- agua útil, 22
agua del suelo
 fracciones, 21
agua higroscópica, 22
agua ligada, 22
ascenso capilar, 19
- C_{org} , véase materia orgánica
calcímetro, 55
calcita, véase carbonatos de Ca
capacidad de aire, 22
capacidad de campo, 21
capacidad de intercambio catiónico, 89
 análisis, 90
 efectiva, 89
 potencial, 89
característica del agua del suelo, 20
carbonatos, 55
 análisis, principio, 55
carbonatos de Ca, 55
carbono orgánico, véase materia orgánica
cationes intercambiables, 89
 análisis, 95
 composición, 89
CE, véase conductividad eléctrica
CIC, véase capacidad de intercambio catiónico
complejo adsorbente, véase complejo adsorbente
complejo adsorbente, 89
 aspecto cualitativo, 89
 aspecto cuantitativo, 89
conductividad eléctrica, 48
 en extracto 1:2.5, 50
 evaluación, 48
 extracto de saturación, 52
constantes adimensionales, 111
constantes dimensionales, 111
curva de retención de agua, 20
 parametrización, 28
- densidad real, 31
dicromato de potasio, 59
diluciones, 119
dimensión, 111
 análisis de, 111, 117
dolomita, véase carbonatos
- extracto de saturación, 47, 52
- fósforo
 fracción disponible, 79
 fracciones de reserva, 79
fósforo disponible
 análisis, 79
fósforo inorgánico, 79
fósforo orgánico, 79
 análisis, 84
fases físicas
 relaciones, 117
Fe, véase hierro, óxidos
- goethita, 101
granulometría
 análisis por sedimentación, 5
 clases, 3
 concepto, 3
 contenido de grava, 5
 principios analíticos, 4
granulometría, análisis, véase textura, análisis
- hematita, 101
hierro, óxidos, 101
 activos, 101
 amorfos, 101
 espectrofotometría, 105
 extracto de ditonito, 102
 extracto de oxalato, 103
 libres, 101
 pedogénicos, 101
histéresis, 28
humedad volumétrica, 23
- magnitudes, 112
 derivadas, 111
 fundamentales, 111
 suplementarias, 111
materia orgánica, 59
 asociada, 64
 fraccionamiento, 64
 fracciones, 59
 particulada, 64
materia orgánica total
 análisis, 59
 oxidación en húmedo, 59
mineralización de carbono, 69
 definición, 69
 método de incubación, 70
MOS, véase materia orgánica
- NERNST, ecuación, 41
nitrógeno orgánico, 75, véase nitrógeno total
 análisis, 75

- nitrógeno total, 75
 - análisis, 75
- o-fenantrolina, *véase* hierro, óxidos
- olla de presión, 26
- oxidación en húmedo, 59
- P_{inorg}, *véase* fósforo inorgánico
- P_{org}, *véase* fósforo orgánico
- pF, 19
- pH
 - electrodo combinado, 42
 - medición potenciométrica, 41
 - medición, 41
- pH del suelo, 41
- pH-metro
 - calibración, 44
- picnómetro de aire, 31, 32
- picnómetro de líquido, 34
- picnometría, 31
 - con líquido, 34
- poros
 - clases, 21
 - distribución de tamaños, 20
 - macro-, 23
 - meso-, 23
 - micro-, 23
- poros del suelo, 19
- porosidad, 21
- potencial matricial, 19
- punto de marchitez permanente, 22

- reacción del suelo, 41
- reacción del suelo, 41
- respiración edáfica, *véase* mineralización de carbono
- retención de agua, 19

- símbolos
 - de operadores, 113
 - de unidades, 113
 - física de suelos, 114
 - química de suelos, 115
 - relacionales, 113
 - unidades SI, 111, 112
- sales
 - fácilmente solubles, 47
 - solubilidad, 47
- sales solubles
 - análisis por gravimetría, 48
- salinidad, 47
 - análisis en suspensiones, 48
 - conductividad eléctrica, 50
 - evaluación, 48
 - extracto de saturación, 47, 52
- SI, *véase* sistema SI
- sistema poroso, 19
 - importancia ecológica, 23
- sistema SI, 111
- soluciones estándar, 119
- STOKES, Ley de, 4
- suelos salinos, 47

- tensión de agua, 19
- textura
 - análisis por sedimentación, 5
 - concepto, 3
 - principios analíticos, 4
- textura, análisis
 - con pipeta, 12
 - densimétrico, 8
 - destrucción de materia orgánica, 6
 - dispersión, 9, 12
 - eliminación de carbonatos, 6
 - eliminación de cementos amorfos, 7
 - eliminación de sesqui-óxidos, 7
 - lavado de sales, 7
 - pretratamientos, 5
 - tamizado, 14

- unidades
 - prefijos, 112
- unidades SI, 111
 - símbolos, 111

- variables adimensionales, 111
- variables dimensionales, 111