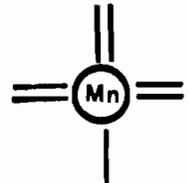
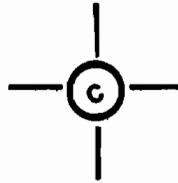
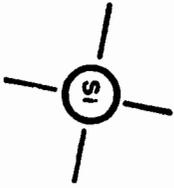
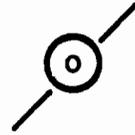
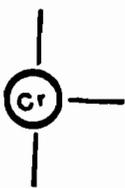
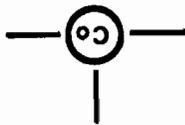
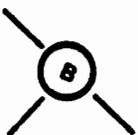
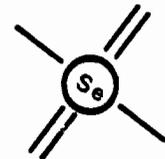


MINISTERIO DE AGRICULTURA Y GANADERIA

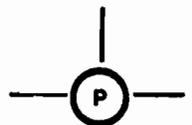
DIRECCION NACIONAL AGRICOLA  
LABORATORIO DE SUELOS Y FERTILIZANTES DE TUMBACO



# ANALISIS DE SUELOS Y FOLIARES



INSTITUT FRANCAIS DE RECHERCHE SCIENTIFIQUE POUR LE DEVELOPPEMENT EN COOPERATION





## **MINISTERIO DE AGRICULTURA Y GANADERIA**

**Institut Français de  
Recherche Scientifique pour  
le Développement en Coopération  
ORSTOM**

**Laboratorio de Suelos  
y Fertilizantes de Tumbaco  
Dirección Nacional Agrícola  
DNA**

# **ANALISIS DE SUELOS Y FOLIARES**

### **MAG**

**Ing. Carlos Luzuriaga.  
Ing. Ediltrudis Mendoza Giler.  
Dra. Leticia Monard.  
Dr. Galo Rueda.**

### **ORSTOM**

**Alain Plenecassagne**

## **AGRADECIMIENTO**

Al personal del laboratorio, que con su valiosa colaboración, hizo posible la realización de este manual.

## **INTRODUCCION**

El presente trabajo es el resultado del esfuerzo del personal del laboratorio de suelos con el asesoramiento del ORSTOM, el mismo que ponemos a consideración de todos los laboratorios de suelos del país.

Este trabajo en ningún momento pretende ser la norma ni la última palabra en procedimientos analíticos en suelos, sino únicamente una guía que puede ser aplicada en condiciones similares a las del laboratorio de suelos de la Dirección Nacional Agrícola del MAG en Tumbaco, cuyos procedimientos, materiales y equipos utilizados son sencillos y que posiblemente disponen la mayoría de los laboratorios, los que con pequeñas modificaciones y adaptaciones pueden ser puestos en práctica en muchos de ellos. A pesar de que los procedimientos y materiales utilizados son de fácil aplicación, los resultados son de alta confiabilidad y reproducibles, ya que se han realizado chequeos, comprobaciones y repeticiones en los laboratorios del ORSTOM en Francia., habiéndose obtenido datos prácticamente similares. Por otro lado, es necesario señalar que estos métodos han sido probados y adaptados a las cambiantes características y propiedades que tienen la gran diversidad de suelos desarrollados en condiciones contrastantes de clima y material originario en las cuatros regiones naturales que posee el país, tratando siempre de que los materiales y reactivos sean los más baratos y fáciles de adquirir.

No está por demás señalar que estamos conscientes de que los métodos y procedimientos analíticos no son estáticos, que estan en constante evolución y cambio, por lo cual, estos deben estar sujetos a una permanente revisión y adaptación a las técnicas modernas y actualizadas.

Por la diversidad de métodos existentes, especialmente para los llamados "elementos asimilables o de cambio", en el caso de análisis con el fin de investigación, se debe discutir previamente con los responsables de dicho trabajo (edafólogos, agrónomos) sobre el método a seguir.

# **SUMARIO**

## **ANALISIS DE SUELOS**

01 - Preparación de las muestras.

### **1) DETERMINACIONES FISICAS**

04 - Determinación de la humedad.

07 - Densidad aparente.

13 - Retención de humedad.

17 -Granulometria.

### **2) DETERMINACIONES QUIMICAS**

31 - Determinación del pH.

35 - Acidez total.

40 - Sales solubles.

45 - Carbonatos totales.

50 - Carbón orgánico total.

56 - Nitrógeno total.

62 - Nitrógeno amoniacal y nítrico

68 - Fósforo total.

75 - Fósforo asimilable.

82 - Cationes de cambio.

90 - Capacidad de intercambio cationica.

## **ANALISIS DE VEGETALES**

96 - Diagnóstico foliar.

## **ANEXOS**

114 - Diversos

## **PREPARACION DE LAS MUESTRAS**

**Tamizaje a 2 y 0,5 mm.**

### **OBJETIVO**

**Obtener una muestra perfectamente homogeneizada y representativa del suelo que se ha recibido en el laboratorio.**

## **MODO DE OPERACION**

### **1- RECEPCION Y SECAMIENTO DE LA MUESTRA**

#### **Desde la llegada al laboratorio**

- Poner la numeración del laboratorio de manera bien clara, verificando la identificación correcta de las muestras al momento de la llegada.
- Abrir las fundas inmediatamente. No conservar demasiado tiempo una muestra en su funda cerrada, para evitar una eventual evolución, en caso de mala conservación, de algunos compuestos tales como los nitrogenados. (riesgo de mineralización etc...)
- Verter en un charol de madera, poniendo la funda de la muestra en el fondo del charol.
- Instalar el charol sobre las estanterías de secamiento. Estas estanterías deben estar instaladas en un lugar bien ventilado. No es aconsejable poner las muestras al sol para secarlas.
- Dejar así hasta sequedad ambiental completa. (generalmente una semana)  
El tiempo necesario depende de la temporada o de la naturaleza de la muestra, por ejemplo, en el caso de un suelo alofánico, el secamiento completo puede pasar de seis meses.

### **2- TAMIZAJE A 2 mm.**

- todas las determinaciones físicas.
- determinación del pH.

#### **Una vez que la muestra esta bien seca.**

- Instalar un tamiz de 2 mm de abertura sobre un plástico. Es preferible trabajar con tamises de 20 cm de diámetro.
- Verter la totalidad de la muestra sobre el tamiz.
- Verter el rechazo de tamizaje en un charol equipado de un rodillo o en un mortero.
- Moler suavemente a fin de evitar quebrar las piedras y así cambiar la composición de la muestra. Pasar frecuentemente sobre el tamiz.

#### **La totalidad de la muestra debe pasar por el tamiz, deben únicamente quedar las piedras.**

En algunos casos, (muestras para investigaciones) es necesario conocer la proporción de "rechazo", en este caso, se debe pesar la muestra tamizada, y las piedras que quedan.

- Pasar de nuevo la muestra a su funda numerada, cerrarla y conservar fuera del polvo.

### **3- TAMIZAJE A 0,5 mm.**

- todas las determinaciones químicas.

**A partir de la muestra tamizada a 2 mm.**

- Verter la totalidad de la muestra en un charol.

#### **Homogeneizar perfectamente con una espátula**

- Una vez que la muestra esta homogeneizada, sacar una alícuota de alrededor de 200 g, tomando diferentes porciones repartidas en el charol. Cuidado de no tomar únicamente la superficie de la muestra.

- Pasar esta alícuota sobre un tamiz de 0,5 mm de abertura (y 20 cm de diámetro) instalado sobre un plástico. Verter el rechazo de tamizaje en un charol o un mortero.

- Moler suavemente, haciendo pasar frecuentemente la muestra por el tamiz. La totalidad de la muestra debe ser tamizada. (deben únicamente quedar las piedras)

- Pasar la muestra obtenida en una pequeña funda de plástico con su identificación. Cerrar la funda y tratar de conservar fuera del polvo.

### **NOTAS**

Si se necesita determinar la estabilidad estructural en muestras no disturbadas de estructura gruesa, se debe reducir el tamaño sin alterar la estructura de las mismas.

En este caso es preferible proceder con la mano, o sino, de manera muy suave con un rodillo.

**No se debe olvidar que un buen análisis de suelo empieza con una buena preparación de la muestra.**

En efecto, las determinaciones pueden estar perfectamente realizadas, los resultados encontrados no tienen nada que ver con la realidad si no se trabaja sobre una muestra perfectamente representativa del suelo que se ha recibido en el laboratorio. Por eso se debe considerar la preparación como una verdadera "determinación" y no como algo sin importancia. Desgraciadamente no es el caso en muchos laboratorios.

De ninguna manera, se puede considerar al laboratorio como responsable de la representatividad de las muestras que recibimos, pero, es preferible discutir con los usuarios sobre la manera de muestrear un suelo en el campo.

Para las determinaciones químicas de mayor precisión, es preferible trabajar con muestras tamizadas a 0,2 o 0,1 mm.

## **DETERMINACION DE LA HUMEDAD**

### **OBJETIVO**

La determinación de la humedad de un suelo, puede tener mucha utilidad de acuerdo con el criterio específico del técnico que realice el trabajo, por ejemplo; capacidad de retención de agua en el invierno o en el verano, tipo de arcilla dominante etc...

Los resultados representan únicamente el contenido de humedad del suelo en el momento del muestreo.

### **PRINCIPIO ANALITICO.**

Secamiento del suelo a la estufa a 105°C y por pesada, determinación del porcentaje de agua contenida.

## **MATERIAL**

- Cápsulas de 25 o 30 ml de contenido con tapas.  
Es preferible utilizar cápsulas de diámetro ancho para así facilitar la desecación de la muestra. Que las capsulas sean de vidrio o de metal no importa. A estas cápsulas se puede reemplazarlas con el material que dispongamos, tal como vasos, etc...
- Balanza de precisión, (1mg).
- Estufa a 105°C.

## **MODO DE OPERACION**

**Operar sobre las muestras inmediatamente después de llegar al laboratorio.**

Verificar que las fundas que contengan las muestras estén cerradas de manera hermética. En caso contrario, los resultados encontrados no tendrán ninguna significación.

Se debe tener lista una serie de cápsulas taradas y numeradas de manera indeleble. (no olvidar numerar también las tapas a fin de evitar eventuales equivocaciones.)

- Preparar en el cuaderno la lista de las muestra que vamos a procesar, con los números de cápsulas correspondientes.
- Instalar las muestras en el mismo orden que en el cuaderno, así como las cápsulas con sus tapas para no equivocarse en las numeraciones.
- Abrir la primera funda y con ayuda de una espátula o cuchara, llenar la cápsula con la muestra. Tratar de tomar la muestra en varias tomas y no de una sola.
- Cerrar la cápsula inmediatamente con su tapa.
- Proceder así para toda la serie.
- Pesar las cápsulas que contienen las muestras, verificando la limpieza de las paredes exteriores. Anotar los pesos en el cuaderno.
- Abrir las cápsulas e introducirlas en la estufa a 105°C por 24 horas. Cuidar de no perder muestra durante esta manipulación.

**Si no disponemos de una estufa ventilada, asegurarse que los orificios de aireación no estén tapados.**

- Pasar a un desecador y dejar enfriar por 30 minutos.
- Pesar sobre la misma balanza y anotar el peso en el cuaderno.
- Conservar las muestras en las cápsulas hasta haber terminados los cálculos.

### **CALCULOS**

#### **Así**

**P<sub>c</sub>**, el peso de la cápsula vacía.

**P<sub>h</sub>**, el peso de la cápsula más la muestra húmeda.

**P<sub>s</sub>**, el peso de la cápsula más la muestra seca.

#### **Entonces**

$$\frac{(P_h - P_s) \times 100}{P_s - P_c} = \text{\% de humedad a } 105^{\circ}\text{C}$$

### **NOTAS**

No es necesario tarar las cápsulas para cada serie, pero por lo menos, verificar los pesos cada 6 meses.

Es preferible trabajar con pesos grandes, así se limitan los errores debidos a las pesadas y a las pequeñas variaciones de peso que pueden tener las cápsulas.

## **DENSIDAD APARENTE**

### **OBJETIVO**

Permitir una evaluación del estado de compactación de un suelo, del cual dependen un cierto número de propiedades físicas, tales como la circulación hídrica, la aireación etc... Se puede también, con un seguimiento, tener una idea de la estabilidad estructural.

### **PRINCIPIO ANALITICO**

#### **1 - METODO DEL CILINDRO**

Secamiento a la estufa (105°C) de una muestra de suelo de volumen conocido y, por pesada, determinación de la densidad aparente.

#### **2 - METODO DE LA PARAFINA. (TERRON IMPREGNADO)**

En ciertos casos, (cangahua por ejemplo) debido a la dureza del material, no es posible tomar una muestra de suelo por medio del cilindro.

Revestimiento de un terrón representativo de una muestra, con una capa de parafina y aplicando el principio de Arquímedes, determinación de la densidad aparente.

## **METODO DEL CILINDRO**

### **MATERIAL**

- Estufa ventilada a 105° C.
- Balanza de precisión. (1 mg).
- Vasos tarados de 500 o 1000 ml.

### **MODO DE OPERACION**

- Pasar totalmente la muestra contenida en la funda llegada al laboratorio a un vaso de 500 ml previamente tarado. Inscribir en este vaso el número de la muestra.  
Cuidar de no perder nada de suelo durante esta operación. En el caso de que la muestra esté adherida a las paredes de la funda, abrir esta funda con la ayuda de unas tijeras y, por medio de una espátula, recuperarla completamente.
- Es posible utilizar vasos de 1000 ml en lugar de los de 500 ml, pero esto tiene como inconveniente limitar el número de muestras que se puede introducir en la estufa.  
Es preferible trabajar con vasos de base ancha que favorecen una mejor sequedad.
- Introducir en la estufa a 105°C por 48 horas.
- Sacar de la estufa, dejar enfriar en un desecador y pesar sobre una balanza de precisión el vaso que contiene el suelo seco.

### **CALCULOS**

#### **Así**

- A peso del vaso vacío en gramos.
- B peso del vaso más la muestra seca en gramos.
- V volumen del cilindro utilizado para la tomada de la muestra.

### **Entonces**

$$\frac{B - A}{V} = \text{Densidad aparente}$$

### **NOTAS**

Generalmente, 48 horas a la estufa son suficientes para obtener una desecación completa, sin embargo en ciertos casos, puede ser necesario prolongar el secamiento, (número grande de muestras puestas en la estufa, alta humedad de las muestras, estufa no ventilada etc...). El suelo no debe estar adherido a las paredes ni al fondo del vaso.

Si no disponemos de una estufa ventilada, aumentar 24 horas más el tiempo de secamiento, teniendo cuidado de dejar abierto el orificio de aireación de la estufa.

Es posible, paralelamente a la determinación de la densidad aparente, efectuar la medida de la humedad.

Para esto, proceder a la pesada del vaso que contiene la muestra húmeda antes de pasarla a la estufa. En este caso, es preferible de poner en marcha la determinación desde la llegada de la muestra al laboratorio, verificando previamente que la funda esté herméticamente cerrada.

## **METODO DE LA PARAFINA.** **(TERRON IMPREGNADO)**

### **MATERIAL**

- Baño de María.
- Balanza adaptada para el principio de Arquímedes.
- Balanza de precisión. (1 mg).
- Estufa a 105° C.
- Vasos de 1000 ml y de 500 ml.

### **REACTIVOS**

- **Parafina**  
Su grado de pureza no tiene importancia, pero se debe determinar su densidad para cada serie.
- **Etanol técnico**

### **MODO DE OPERACION**

**Partir de un bloque de tierra de un diámetro de alrededor de 10 cm.**

- Sacar de estos bloques unos terrones de un diámetro de más o menos 5 cm, utilizando para esto las fisuras existentes, evitando que se formen nuevas. Dos terrones para cada muestra.
- Introducir a la estufa a 105°C y secarles hasta un peso constante. (entre 2 y 3 días).
- Dejar enfriar y pesar con mucha exactitud los terrones sobre la balanza de precisión. Anotar el peso encontrado. **P1.**
- Preparar un baño de parafina líquida en un vaso de un litro puesto en un baño de María. **Cuidar de no calentar demasiado la parafina.**

En efecto, una temperatura demasiado elevada favorece una salida del aire aprisionado en el terrón y así, su reemplazo por la parafina.

También el tiempo de inmersión no debe pasar de 1 segundo. Es preferible proceder a dos inmersiones del terrón en el baño, que una demasiado larga.

- Manteniendo con un tenedor o una cuchara el terrón, pasarlo una primera vez en el baño de parafina, sacarlo inmediatamente y dejar que se solidifique.

- Una vez la parafina fijada, sacarlo del tenedor (o de la cuchara) y pasar a la muestra siguiente.

- Una vez que la serie esté impregnada por primera vez, proceder a una nueva inmersión de la misma manera.

- Dejar enfriar completamente.

- Pesar el terrón impregnado. **P2**

- Atar el terrón por medio de un hilo fino o con un elástico.

- Instalar la balanza de Arquímedes arriba de un vaso de 500 ml que contenga alrededor de 350 ml de agua destilada.

- Por medio de un gancho, instalar el terrón bajo la balanza.

- Proceder al equilibrio de la balanza, el brazo debe estar en posición cero. Anotar el peso necesario para esta operación. **P3**

- Colocar el vaso de agua bajo la balanza e introducir la muestra en el líquido. Cuidar que el terrón, de una parte, esté completamente sumergido y, de otra parte, que no esté en contacto con las paredes del vaso.

- Por desplazamiento de los pesos de la balanza, hacer de nuevo el cero. Anotar este nuevo peso. **P4**.

La diferencia entre los dos pesos anotados ( $P3 - P4$ ) nos da, según el principio de Arquímedes el volumen del terrón. **V1**.

Tenemos que restar el volumen de la parafina del volumen total del terrón impregnado a fin de conocer el volumen inicial del terrón. Por eso, se debe calcular la densidad de la parafina utilizada.

Operar con un bloque de parafina como por los terrones, pero cambiar el agua por etanol, ya que con la densidad inferior a la del agua, la parafina va a flotar.

El volumen se obtiene, dividiendo el peso de la parafina para su densidad.

## CALCULOS

### Así

**P1**, peso del terrón seco.

**P2** peso del terrón impregnado.

**V1**, volumen del terrón impregnado.

**V2**, volumen de la parafina utilizada por la impregnación.  $(P2 - P1)/\text{densidad de la parafina}$ .

### Entonces

$$\frac{V1 - V2}{P1} = \text{Densidad Aparente}$$

Por estar las muestras analizadas en duplicado, se debe sacar el promedio de los dos valores.

## **RETENCION DE HUMEDAD**

pF

### **OBJETIVO**

Obtener la capacidad de retención de agua de un suelo en condiciones controladas, y, así, orientar la marcha de un plan de irrigación. Se puede también obtener información sobre micro y macro porosidad.

### **PRINCIPIO**

Determinación de la humedad sobre una muestra previamente sometida a una saturación en agua y a una tensión determinada durante 48 horas.

## **MATERIAL**

- Balanza de precisión. (1mg)
- Estufa a 105°C.
- Ollas de presión. (para alta y baja presión)
- Placas de porcelana porosa. (para alta y baja presión)
- Compresor de aire que permita una presión de alrededor de 20 atmóferas/cm<sup>2</sup>.
- Cápsulas, de 30 a 50 ml de volumen, con tapas. (deben estar tarados)

## **MODO DE OPERACION**

**Partir de una muestra de suelo tamizado a 2 mm, perfectamente homogeneizada.**

El proceso es idéntico para los diferentes valores de pF que deseamos obtener, solo cambian las ollas y las placas de porcelanas utilizadas.

### **1 - SATURACION EN AGUA DE LAS MUESTRAS**

- Instalar la placa de porcelana porosa sobre la mesa, manteniendo los bordes de caucho elevados. (Verificar la limpieza y buen estado de las placas antes de empezar la serie).
- Disponer de manera circular los anillos de caucho sobre la placa.
- Anotar en el cuaderno el número de las muestras que irán colocadas en el mismo orden sobre la placa, siguiendo el sentido de las agujas del reloj, así como el número de la placa.
- Preparar la serie de muestras a analizar siguiendo el orden que van a estar dispuestas sobre la placa.
- Con la ayuda de una espátula o cucharita, llenar el anillo de caucho. Esta operación debe efectuarse en varias tomas, nivelando bien cada una. Llenar así hasta llegar al borde superior del anillo. Evitar de ensuciar la placa con la tierra.

**Sobre todo, no aplastar la muestra durante este proceso**

- Por medio de un vaso, verter agua destilada sobre la placa, evitando que caiga agua sobre las muestras.

Dejar las muestras humedecerse y controlar el nivel del agua. Este debe situarse un poco debajo del borde superior de los anillos de caucho. (2 o 3 mm)

Al inicio de la humectación, es necesario completar frecuentemente el nivel.

- Dejar así durante 24 horas, recubriendo las placas de hojas de papel filtro o de un plástico, a fin de evitar una eventual contaminación.

Antes de salir del laboratorio, verificar el nivel del agua y completar si es necesario.

- Después de 24 horas, eliminar el agua en exceso e instalar las placas dentro de la olla de presión.

- Conectar los tubos de evacuación de las placas a los de la olla.

## **2 - PUESTA EN TENSION**

- Cerrar muy cuidadosamente las ollas.

En lo que concierne las ollas de pF 4,2, (15Kg), cuidarse de cerrar bien las tuercas frente a frente.

- Instalar un plato bajo la salida de las ollas, a fin de recoger el agua de exeso.

- Abrir el circuito de aire comprimido y ajustar la tensión al nivel deseado.

Esta operación se efectua de manera muy progresiva (sobre todo en el caso del pF 4,2) a fin de prevenir una eventual quebrada de las placas o por lo menos un desplazamiento de las muestras en las placas.

Es necesario prender los compresores de aire por lo menos una hora antes para obtener una presión suficientemente alta.

Si pasa aire por el tubo de salida de la olla, es que las placas pueden estar mal puestas o dañadas. En este caso, apagar la presión, abrir de nuevo y verificar lo que pasa.

- Alrededor de una media hora después, verificar y ajustar si es necesario la tensión.

- Dejar así por 48 horas, verificando regularmente la tensión.

## **3 - DETERMINACION DE LA HUMEDAD**

- Preparar una serie de cápsulas taradas.

- Después de las 48 horas, apagar los compresores y abrir la llave de evacuación del aire. Dejar escapar el aire en forma muy progresiva.

- Una vez que la presión está a cero, abrir las ollas y sacar cuidadosamente las placas.

- Con una espátula ancha, pasar las muestras á las cápsulas correspondientes y cerrarlas inmediatamente.

- Pesar las cápsulas en la balanza de precisión, (1mg). Anotar el peso obtenido, abrirlas e introducir las en una estufa a 105°C por 24 horas.

- Sacar las cápsulas de la estufa, taponarlas inmediatamente y poner en un desecador hasta que se enfrien, después pesár anotando el peso en el cuaderno.

## **CONTROLES**

**Para cada serie**

En cada placa, poner una muestra testigo de valor conocido.

## **CALCULOS.**

**Así**

**P<sub>c</sub>** el peso en gramos de la cápsula vacía.

**P<sub>h</sub>** el peso en gramos de la cápsula más la muestra húmeda.

**P<sub>s</sub>** el peso en gramos de la cápsula más la muestra seca.

**Entonces**

$$\frac{P_h - P_s \times 100}{P_s - P_c} = \text{\% de humedad a } 105^\circ\text{C}$$

## **NOTAS**

Las placas de porcelana deben siempre conservarse en agua destilada.

Cuidado de no dejar secar las placas sin haberlas enjuagado con agua destilada, sobre todo cuando el agua de la llave es dura, porque pueden taponarse con el calcáreo.

**Las placas son muy frágiles, es necesario manipularlas de manera muy cuidadosa.**

## **GRANULOMETRIA**

### **Método de la pipeta de Robinson**

#### **OBJETIVO**

Conocer los separados del suelo y su repartición en el mismo.

#### **PRINCIPIO ANALITICO**

Destrucción de la materia orgánica, desgregación de los cementos órgano-minerales, dispersión del suelo en un cilindro, aplicación de la ley de STOCKES, y, por medio de una pipeta de Robinson, determinación de la repartición y del tamaño de las diferentes partículas minerales.

## **MATERIAL**

- Agitador rotativo. (alrededor de 60 revoluciones por minuto)
- Placas eléctricas de calentamiento.
- Estufa a 105°C.
- Balanza de precisión. (1mg)
- Cilindros de sedimentación de 1 litro con tapas de caucho.
- Pipeta de Robinson con soporte.
- Vasos de 1 litro.
- Vidrios de reloj grandes.
- Botellas de plástico de un litro con tapas.
- Termómetro de precisión.

## **REACTIVOS**

- Agua oxigenada al 30%.
- Hexametafosfato de sodio PA.  
Solución a 60 g/litro en agua destilada.
- Amoniaco concentrado PA.

## **MODO DE OPERACION**

**Partir de un suelo tamizado a 2 mm, perfectamente homogeneizado**

Trabajar en serie de 8 muestras.

- Sobre la balanza de precisión, pesar muy precisamente 10 g de suelo en un vaso de un litro. Anotar sobre el vaso la numeración de la muestra
- Humedecer suavemente la muestra con agua destilada, haciendo fluir en las paredes del vaso y no directamente sobre la muestra..
- Agregar alrededor de 30 ml de agua oxigenada y cubrir de un vidrio de reloj.
- Dejar en reposo 24 horas.

- Agregar de nuevo 30 ml de agua oxigenada, agitar la muestra y calentar muy suavemente, poniendo sobre una plancha eléctrica a 50°C. Si es necesario, agregar un poco de agua destilada para evitar que se seque la muestra. Mantener el vaso cubierto con el vidrio de reloj.

- Después de 24 horas, agregar de nuevo unos 20 ml de agua oxigenada, (agua destilada si es necesario) agitar y continuar el ataque así por 24 horas más.

Este ataque esta destinado a destruir la materia orgánica y los cementos organo-minerales.

Al fin del ataque, la solución sobrenadante debe estar incolora, en el caso contrario, continuar el ataque.

**Es necesario evitar una descomposición demasiado rápida del agua oxigenada, que disminuye su eficacia, cuidado de no calentar demasiado las muestras.**

- Una vez que el ataque esté terminado, eliminar el resto de agua oxigenada.

Para esto, agregar en el vaso algunas gotas de amoniaco y calentar hasta la desaparición del olor de amoniaco.

- Transvasar el contenido del vaso a una botella de plástico de 1 litro, con un embudo.

Enjuagar perfectamente el vaso con agua destilada ayudandose de un "policia". Llevar a un volumen de alrededor de 500 ml con agua destilada. Inscribir sobre la botella la numeración de la muestra.

- Adicionar 25 ml de la solución de hexametafosfato de sodio a 60 g por litro, medidos muy precisamente con una bureta.

- Tapar perfectamente la botella, (si es necesario, utilizar cinta de teflon) e instalar en el agitador rotativo.

- Poner a agitar. Según la naturaleza de las muestras, el tiempo de agitación puede variar de 4 a 48 horas.

- Preparar un cilindro con la numeración de la muestra y verter el contenido de la botella. Enjuagar perfectamente bien la botella por medio de chorros de agua destilada.

- Ajustar muy precisamente el volumen del cilindro a 1 litro con agua destilada.

- Preparar de la misma manera las 8 muestras.

- Tapar cuidadosamente los cilindros, agitar por volteadas sucesivas. Destapar después sin perder partículas y dejar en reposo por una noche. (eso a fin de dejar que se equilibre la temperatura de los cilindros y poder verificar la buena dispersión de la solución).

Paralelamente, preparar 2 cilindros;

- el primero con agua destilada, (va a servir para el control de la temperatura).

- el segundo con agua destilada más 25 ml de la solución de hexametafosfato de sodio y llevado a un litro. (para la determinación del valor del "blanco hexametafosfato").

## 1 - DETERMINACION DE ARCILLAS MAS LIMOS

Después de la noche de reposo, verificar la dispersión perfecta de las muestras. No debe existir cualquier zona de floculación en el cilindro.

- Instalar un termómetro en el cilindro que contiene el agua destilada, esperar 5 minutos y anotar la temperatura.

Ver en el cuadro N °2 el tiempo de sedimentación correspondiente "T1" (relacionado con la profundidad deseada) a esta temperatura.

- Instalar correctamente los 8 cilindros sobre el soporte de la pipeta de Robinson y taparles de nuevo. Cuidar de no intercambiar las tapas.

- Preparar 8 cápsulas taradas y numeradas. (van a servir para recoger la toma de arcillas más limos) Más una para el "blanco".

- Agitar el cilindro 1 con 7 volteadas sucesivas (30 segundos).

- Poner el cilindro N 1 en su emplazamiento muy suavemente y destapar, evitando de moverlo.

- Poner en marcha el cronómetro al mismo momento.

- Al tiempo T1 menos 30 segundos, bajar la pipeta hasta la superficie de la solución.

Cuidar de no tocar la muestra. (verificar que la llave de la pipeta esté cerrada)

- Al tiempo T1 menos 20 segundos, introducir muy suavemente la pipeta en la solución hasta la profundidad deseada.

- Al tiempo T1 menos 5 segundos. abrir la llave de la pipeta y aspirar suavemente la solución durante 10 segundos. (tratar de encuadrar "T1", 5 segundos antes, 5 después)

- Cuando el líquido llega arriba de la llave, cerrarla y subir la pipeta.

- Botar el exceso de solución aspirada, poniendo la llave en la posición adecuada.

- Hacer pasar lentamente la tomada en una cápsula tarada. Dejar escurrir la pipeta de Robinson recuperando bien las últimas gotas.

Antes de pasar a la muestra siguiente, enjuagar la pipeta con agua destilada.

- Proceder de la misma manera para el "testigo de hexametáfosfato de sodio"

- Pasar las cápsulas a la estufa a 105°C por una noche. Una vez secas, pesarlas sobre la balanza de precisión (1/10 de mg) y anotar los pesos obtenidos en el cuaderno.

## **2- DETERMINACION DE LAS ARCILLAS.**

**Sobre las muestras precedentes.**

Proceder exactamente como para la fracción arcilla mas limo.

Utilizar los tiempos de sedimentación relacionados a la fracción arcillas en el cuadro N°1.

## **3 - DETERMINACION DE LAS ARENAS MAS LIMOS GRUESOS**

Una vez efectuada las dos tomas arriba mencionadas, lavar las muestras para obtener las arenas y el limo grueso.

Se debe eliminar todas las fracciones "arcillas y limos" de la solución.

Los lavajes se hacen por medio de un sifón de la siguiente manera:

- Verificar la temperatura en el cilindro testigo (agua).
- Buscar sobre la tabla N1 esta temperatura y sacar el tiempo de sedimentación que debemos adoptar.

Como el sifonaje se efectua sobre 20 cm de profundidad en lugar de 10 cm, multiplicar por dos este tiempo y para tener un margen de seguridad, adicionar 15 segundos más.

### **Ejemplo**

- temperatura del cilindro testigo: 22° C.

Buscar en la tabla el tiempo de sedimentación de la fracción "arcillas más limos " correspondient  
4mn 34s.

Multiplicar por 2 este valor.

**Así: 9mn 08s.**

Adicionar el margen de seguridad de 15 s, sea; 9mn 23s.

Entonces, el tiempo de sedimentación adoptado estará de **9mn 23s por 20cm de profundidad.**

- Completar a 1 litro con agua de la llave, agregando 10 ml de solución dispersante (hexametáfosfato de sodio), verificar la temperatura y agitar por 7 volteadas sucesivas.
- Introducir el sifón en el cilindro alrededor de 15 segundos antes el tiempo previsto tratando de no mover demasiado el líquido, aspirar 5 segundos antes este tiempo. El líquido recuperado se bota. No olvidar de hacer pasar en el cilindro, después de cada lavado, por medio de unos chorros de piseta, las partículas que se adhieran a la tapa.

- Repetir estos lavados hasta que la solución esté completamente límpida a la profundidad de 20 cm. Una vez llegado a este punto, efectuar un último lavado sin agregar solución dispersante. Para este último lavado, tratar de respetar el tiempo de sedimentación exacto.

El número de lavado está en función de la concentración de arcillas y limos

- Transvasar la totalidad de las arenas en un vaso tarado de 250 ml, ayudándose de unos chorros de piseta. Inscribir el número de la muestra sobre el vaso.

- Decantar el líquido sobrenadante e introducir en la estufa a 105° C por una noche.

- Una vez que las arenas estén secas, pesar el vaso que las contiene y sacar el peso total de las arenas más limos. Anotar este peso en el cuaderno.

- Tamizar muy cuidadosamente esta fracción, sin perder nada, sobre una columna de tamices (0,2 y 0,05 mm) equipada de un fondo. Obtenemos así tres fracciones:

- >0,20 mm, arenas gruesas.

- >0,05mm, arenas finas.

- <0.05 mm, limos gruesos.

- Pesar cada fracción obtenida sobre una balanza de precisión (1/10 de mg), anotando sobre el cuaderno el peso correspondiente. Cuidarse de no perder nada de suelo al momento de pasar las diferentes fracciones, del tamiz a la cápsula de pesada.

- Conservar estas fracciones en fundas pequeñas de plástico, a fin de verificar después su limpieza por medio de un microscopio.

## **CONTROLES**

**Para cada serie:**

- Una muestra testigo de valor conocida.

- Un testigo constituido por agua destilada, conteniendo el mismo volumen de solución dispersante que las muestras.

## CALCULOS.

### 1 - ARCILLAS Y LIMOS. ARCILLAS. LIMOS

#### 1.1- ARCILLAS MAS LIMOS (A+L)

##### Así:

- Pt, el peso de la cápsula vacía en gramos.
- Pa.l, el peso de la cápsula más arcillas y limos en gramos.
- Pb, el peso del "blanco hexametáfosfato" en gramos.
- V, el volumen exacto de la pipeta de Robinson en ml.
- P, Peso de la muestra.

$$\frac{(Pa.l) - (Pt) - (Pb) \times 1000 \times 100}{V \times P} = \underline{A + L\%}$$

En el caso del laboratorio de Tumbaco, la pipeta de Robinson actualmente utilizada tiene un volumen de 18,95 ml.

##### Entonces:

para una pesada de 10 g de muestra:

$$(Pa.l) - (Pt) - (Pb) \times 527,7 = \underline{\% \text{ Arcillas + Limos}}$$

#### 1.2 - ARCILLAS, (A).

El cálculo es el mismo que para la fracción A+L.

$$(Pa) - (Pt) - (Pb) \times 527 = \underline{\% \text{ Arcillas.}}$$

Por diferencia, obtenemos el porcentaje de limos finos, (LF):

$$(A+L)\% - A\% = \underline{\% \text{ Limos Finos}}$$

## 2 - ARENAS TOTALES. ARENAS GRUESAS. ARENAS FINAS. LIMOS GRUESOS

### 2.1, ARENAS TOTALES. (AT)

Para una pesada de 10 gramos.

Así:

- P<sub>v</sub>, el peso del vaso vacío en gramos.
- P<sub>a</sub>, el peso del vaso más las arenas totales en gramos.

Entonces:

$$\frac{(P_a - P_v) \times 100}{10} = \underline{\% \text{ Arenas Totales}}$$

### 2.2, ARENAS GRUESAS. (AG)

Así

- P<sub>ag</sub>, peso de la fracción arenas gruesas en gramos.

Entonces

$$\frac{P_{ag} \times 100}{10} = \underline{\% \text{ Arenas gruesas}}$$

### 2.3, ARENAS FINAS. (AF)

Así

- P<sub>af</sub>, peso de la fracción arenas finas en gramos.

Entonces:

$$\frac{P_{af} \times 100}{10} = \underline{\% \text{ Arenas finas}}$$

#### 2.4, LIMOS GRUESOS. (LG)

**Así**

P.lg, peso de la fracción limos gruesos en gramo.

**Entonces**

$$\frac{p.lg \times 100}{10} = \% \text{ Limos gruesos}$$

El total de estas fracciones (A+L+AG+AF+<sup>LG</sup>LF) sumado al porcentaje de materia orgánica, (obtenido desde el carbón total) debe acercarse al cien por ciento. De no ser así, significa que el análisis ha sido mal realizado. Son valores aceptables los situados entre 97 y 103%. (no olvidar de tomar en cuenta la humedad residual de las muestras)

## MEDIDA DEL VOLUMEN EXACTO DE LA PIPETA DE ROBINSON

Generalmente alrededor de 20 ml.

Se necesita;

- Cápsulas perfectamente limpias, secadas a 105° C y taradas sobre una balanza analítica. (1/10 de mg)
- Agua destilada hervida, enfriada a la temperatura ambiente en un recipiente cerrado.

### **PROCEDIMIENTO.**

- Efectuar una pipeteada del agua destilada hervida con la pipeta de Robinson y recoger el agua en una cápsula tarada. Cerrar inmediatamente la cápsula y pesar sin esperar sobre una balanza de precisión, (1/10 mg). Anotar el peso.
- Abrir la cápsula y por medio de un termómetro de precisión, medir la temperatura.
- Repetir 5 veces esta operación.

El volumen del agua (V) se obtiene con el siguiente cálculo, conociendo la densidad del agua a la temperatura medida;

$$V = \frac{\text{peso del agua}}{\text{densidad}}$$

Efectuar el promedio de las 5 medidas.

$$V = \frac{V1 + V2 + V3 + V4 + V5}{5}$$

Podemos, o utilizar este volumen obtenido, o sacar un factor de corrección para los cálculos.

El factor de corrección (K) se obtiene de la siguiente manera:

$$K = \frac{20}{V}$$

## **NOTAS**

En el caso de que trabajemos con alofánicos o andepts, es preferible partir de una muestra de suelo fresco.

Paralelamente al análisis, determinar la humedad sobre la muestra al momento de la pesada para la granulometría y corregir los resultados en consecuencia.

Los ensayos efectuados en el laboratorio nos han llevado a agitar las muestras por 12 horas, pero con la diversidad de suelos que podemos encontrar, el tiempo puede variar de 4 horas hasta 48 horas en el caso de muestras de cangahua. Para determinar el tiempo adecuado, tenemos que probar previamente diferentes periodos de agitación con una muestra de la serie a dosificarse. Después de cada ensayo, la limpieza de las arenas es comprobada con un microscopio. Se anota en un cuaderno los tiempos escogidos. Así, cuando trabajemos con suelos de mismo origen, no tendremos que volver a efectuar estos ensayos.

Próximamente, en lugar del agitador rotativo, vamos a utilizar ultra sonidos para esta desagregación.

Cuando se trabaja con suelos ricos en materia orgánica, se puede producir una efervescencia muy fuerte poco después de haber puesto el agua destilada. En este caso cuidar los vasos a fin de evitar que la espuma salga del vaso y así tener pérdidas de suelo. Tratar de hacer bajar esta espuma con pequeños chorros de piseta. Por eso es preferible trabajar con vasos de un litro de boca ancha.

En el caso de suelos calcáreos, las muestras deben seguir un tratamiento previo con ácido clorhídrico para eliminar el calcáreo.

## ARCILLAS

partículas de 0,002 mm de diámetro

Temperatura del cilindro	Tiempo de caída para 10 cm en h-m	profundidad de tomada en cm después de,		
		8h	7h	6h
13°C	9-39	8.3	7.2	6.3
14°C	9-22	8.5	7.4	6.5
15°C	9-05	8.8	7.7	6.6
16°C	8-51	9.0	7.9	6.8
17°C	8-37	9.3	8.1	7.0
18°C	8-24	9.5	8.3	7.2
19°C	8-12	9.8	8.6	7.3
20°C	8-00	10.0	8.8	7.5
21°C	7-48	10.3	9.0	7.7
22°C	7-37	12.5	9.2	7.9
23°C	7-26	10.8	9.4	8.1
24°C	7-16	11.0	9.7	8.3
25°C	7-06	11.3	9.9	8.5
26°C	6-58	11.5	10.1	8.7
27°C	6-49	11.8	10.3	8.9
28°C	6-40	12.0	10.5	9.1
29°C	6-32	12.3	10.7	9.3
30°C	6-24	12.5	11.0	9.5
31°C	6-17	12.8	11.2	9.7
32°C	6-09	13.0	11.4	9.9
33°C	6-02	13.3	11.6	10.1

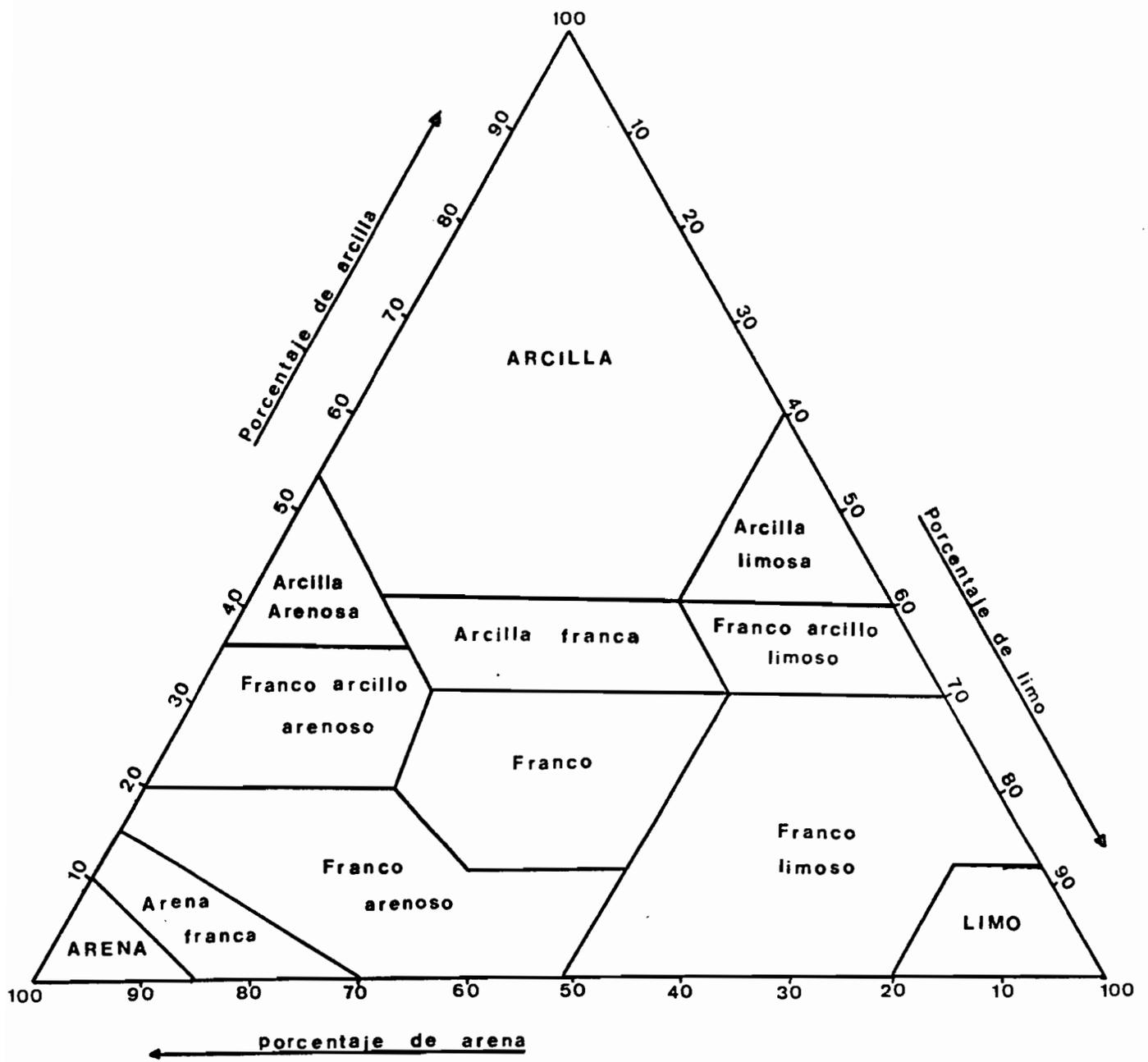
## CUADRO N° 1

**ARCILLAS MAS LIMOS**  
Partículas de 0,02 mm de diámetro

Temperatura del cilindro	Tiempo de caída para 10 cm de profundidad en minutos-segundos
13°C	5-48
14°C	5-38
15°C	5-27
16°C	5-19
17°C	5-10
18°C	5-03
19°C	4-55
20°C	4-48
21°C	4-40
22°C	4-34
23°C	4-28
24°C	4-22
25°C	4-15
26°C	4-11
27°C	4-06
28°C	4-00
29°C	3-55
30°C	3-51
31°C	3-46
32°C	3-42
33°C	3-37

**CUADRO N° 2**

# TRIANGULO DE TEXTURA



## **DETERMINACION DEL PH**

### **OBJETIVO**

Sirve de pauta para interpretar algunas características de los suelos relacionadas especialmente con sus propiedades y funcionamiento general en cuanto a la utilización y solubilidad de los nutrientes del suelo.

### **PRINCIPIO ANALITICO**

Puesta en contacto de un suelo con agua destilada, agitación, reposo 1 hora y medida del pH obtenido por medio de un potenciómetro.

## **MATERIAL**

- Potenciómetro equipado de un electrodo universal.
- Balanza de precisión. (1mg)
- Vasos de 100 o 50 ml de vidrio o de plástico.
- Varillas de vidrio de 10 cm de largo y de 5 mm de ancho.

## **REACTIVOS**

- **Agua destilada fresca y hervida.**
- **Solución de cloruro de potasio (KCl) N en agua**  
Pesar 74,6 g de KCl P.A. y pasar a un balón aforado de 1 litro y aforar con agua destilada.
- **Soluciones tampones frescas de pH 4, 7 y 9.**
- **Papel higiénico.**

## **MODO DE OPERACION**

**Partir de un suelo tamizado a 2 mm perfectamente homogeneizado.**

### **1 - pH EN AGUA**

- Pesar, en un vaso de 100 ml, 20 g de suelo con una balanza de precisión.
- Agregar 50 ml de agua destilada fresca. Es preferible trabajar si es posible con agua desmineralizada, sino se debe hacer hervir el agua destilada, para eliminar el CO<sub>2</sub> disuelto. (eso únicamente en caso de que trabajemos con muestras para investigación).
- Agitar la mezcla con una varilla de vidrio.
- Dejar en reposo durante una hora, agitando cada 15 mn.
- Efectuar la lectura con el potenciómetro.

**Obtenemos el pH en agua**

## 2 - pH EN KCl.

Proceder de la misma manera que para la determinación del pH en agua, pero en lugar de poner agua, agregar 50 ml de la solución de KCl N .

### CALIBRACION DEL POTENCIOMETRO

Prender el potenciómetro mínimo una hora antes de utilizarlo, de manera que esté suficientemente caliente al momento de las determinaciones.

- Una vez que el aparato esté caliente, lavar cuidadosamente el electrodo con un chorro de agua destilada. Secar perfectamente con papel filtro fino o con papel higiénico.

- Introducir el electrodo en la solución de pH 7, ajustar si es necesario la aguja del potenciómetro sobre la posición 7. (no olvidar, si es necesario, efectuar la corrección de la temperatura)

- Sacar el electrodo de la solución a pH 7, lavarlo abundantemente con un chorro de agua destilada, secar perfectamente e introducirlo después en la solución de pH 4.

La lectura obtenida debe estar sobre 4, (si no es el caso, no tratar de corregir con los botones de reglaje, el electrodo debe estar sucio. Ver el parrafo NOTAS).

- Lavar el electrodo con un chorro de agua destilada y pasar las muestras. Esperar de 1 a 2 minutos la estabilización de la aguja para cada muestra y anotar la lectura obtenida.

### CONTROLES

**Para cada serie:**

- Una muestra preparada por duplicado.

- Una muestra testigo de valor conocido.

- Cada 10 muestras, pasar la solución de pH 7.

## NOTAS

Para lavar el electrodo se utiliza una solución de ácido fluorídrico al 1% en agua. No se debe dejar demasiado tiempo el electrodo en contacto con esta solución. (este ácido ataca el vidrio y 4 o 5 minutos son suficientes) Esta operación se efectúa generalmente 2 veces al año.

Mantener siempre limpio los electrodos y dejarles permanentemente en agua destilada limpia.

Algunos potenciómetros están equipados de una corrección automática de temperatura, en el caso contrario, no olvidar hacer la corrección en relación con la temperatura de las soluciones que vamos a medir.

El problema de saber si se debe o no agitar la solución al momento de la medida, si es preferible de poner el electrodo en el fondo del vaso o en la parte de la solución sobrenadante no nos parece lo más importante. Prácticamente cada laboratorio tiene su propia técnica, lo primordial es de trabajar siempre en las mismas condiciones con el fin de obtener datos comparables y reproducibles.

Para la medida del pH en KCl, lo expuesto anteriormente no tiene importancia, las lecturas no cambian según la manera de operar.

Se puede también proceder, para la medida del pH en KCl de la siguiente manera:

**Sobre la muestra que sirvió para la determinación del pH en agua.**

- Después de la medición del "pH agua" agregar por medio de una pipeta, 10 ml de una solución saturada de KCl.

- Agitar con una varilla de vidrio, dejar en reposo 15 mn, y efectuar la lectura.

Procediendo así, evitamos pesar en doble las muestras y también disminuye el material que utilizamos.

## **ACIDEZ TOTAL**

**aluminio e hidrógeno de cambio**

### **OBJETIVO**

Establecer el grado de saturación del suelo en aluminio e hidrógeno de cambio dentro del complejo total de intercambio de cationes.

### **PRINCIPIO**

Desplazamiento del hidrógeno total y del aluminio de cambio por una solución de KCl normal de pH 7 y dosificación por volumetría. El hidrógeno de cambio (o ácido de cambio) se obtiene por diferencia entre los dos resultados precedentes.

## **MATERIAL**

- Balanza analítica al 1/10 de mg.
- Balanza de precisión. (1 mg)
- Agitador oscilante.
- Erlenmeyers de 500 ml y 250 o 125 ml.
- Embudos vástago largo.
- Probetas de 25 ml.
- Buretas de 25 ml.

## **REACTIVOS**

- **Solución de ácido clorhídrico a 0,05N normalizada**
- **Solución de hidróxido de sodio a 0,05N normalizada**

**Nota;** La valoración de estas soluciones debe estar exactamente establecida.

- **Solución de fluoruro de sodio a 4% en agua destilada.**

*Por 500 ml de solución*

- Pesar 20 g de FNa PA, pasarles a un balón aforado de 500 ml y completar con agua destilada.

- **Solución de cloruro de potasio 1 N de pH7.**

*Por 5 litros de solución :*

- pesar por medio de una balanza de precisión 373 g de KCl P.A.
- Pasarles a un balón aforado de 5 litros y completar con agua destilada.
- Llevar a un pH de 7 por medio de algunas gotas de ácido clorhídrico diluido o de una solución de hidróxido de potasio.

- **Indicador colorado, fenolftaleína en medio alcohólico.**

- **Filtros.**

## **MODO DE OPERACION**

**Partir de una muestra de suelo tamizada a 0,5 mm, perfectamente homogeneizada**

## 1)- EXTRACCION

- Pesar 20 g de muestra lo más precisamente posible en la balanza de precisión (1mg) con varias tomas. (**nunca pesar los 20g de una sola tomada**). La pesada se efectuará directamente en un Erlenmeyer de 250 ml marcado con el número de la muestra.
- Agregar 50 ml de solución de cloruro de potasio N por medio de una probeta.
- Pasar en el agitador oscilante y agitar por 30 minutos.
- Instalar el embudo con su filtro arriba de un erlenmeyer de 500 ml, marcando el número de la muestra.
- Después de los 30 minutos de agitación, verter la solución sobre el filtro, haciendo pasar el máximo de suelo.
- Dejar escurrir bien.
- Verter de nuevo 50 ml de la solución extractora en el erlenmeyer.  
Enjuagar bien el Erlenmeyer con esta solución, haciendo pasar cada vez sobre el filtro. Dejar escurrir bien entre dos lavados. Repetir esta operación dos veces más, hasta llegar a un volumen total de 200 ml de solución extractante.

## 2)- DOSIFICACION

**Sobre la totalidad de la solución recogida**

### 2a- ACIDEZ TOTAL

- Agregar algunas gotas de solución de fenolftaleina en el erlenmeyer.
- Por medio de una bureta de 25 ml, dosificar con la solución de sosa 0,05 N, hasta llegar a una coloración rosada.
- Anotar el volumen de sosa gastado. **V1**

### 2b- ALUMINIO DE CAMBIO.

- Sobre la solución precedente, agregar una gota de la solución de ácido clorhídrico 0,05 N, para volver la solución incolora.
- Agregar 10 ml de la solución de fluoruro de sodio al 4%.

- Si la solución se torna de color rosado, estamos en presencia de aluminio.

En el caso de ausencia de coloración eso significa que no hay aluminio. entonces. el procedimiento está terminado.

- Por medio de una bureta de 25 ml, dosificar con la solución de ácido clorhídrico 0,05 N hasta llegar a una decoloración permanente, (esperar unos minutos)

- Anotar el volumen de ácido gastado. **V2**

### **CONTROLES**

**Para cada serie;**

- Un "blanco" que lleve todos los reactivos utilizados.

- Un testigo constituido por una muestra de concentración conocida.

- Una muestra preparada por duplicado.

### **CALCULOS**

**Así:**

V1 el volumen de sosa 0,05 N gastado por la dosificación de la acidez total.

V2 el volumen de ácido clorhídrico 0,05 N gastado por la dosificación del aluminio de cambio.

V'1 volumen de sosa 0,05N gastado por la dosificación del "blanco"

V'2 volumen de ácido clorhídrico 0,05N gastado por la dosificación del "blanco".

**Entonces:**

$$\frac{(V1 - V'2) \times \text{normalidad sosa} \times 100}{\text{peso de la muestra}} = \text{meq de acidez total} / 100 \text{ g de muestra seca al aire}$$

$$\frac{(V_2 - V'_2) \times \text{normalidad ácido} \times 100}{\text{peso de la muestra}} = \text{meq de alu de cambio} / 100 \text{ g de muestra seca al aire.}$$

La diferencia entre la acidez total y el aluminio de cambio nos dá el ácido de cambio (o el hidrógeno de cambio)

## **SALES SOLUBLES, CONDUCTIVIDAD ELECTRICA**

**extracto1/5**

### **OBJETIVO**

Determinar el contenido de sales solubles presentes en el suelo, cuyo resultado es muy importante para proyectos de riego y sobre todo para establecer la factibilidad de utilización del mismo en agricultura, o otros usos.

### **PRINCIPIO**

Puesta en contacto de un suelo con agua destilada por 2 horas, filtración y sobre la solución recogida, determinación de la conductividad eléctrica, de los carbonatos y de los chloruros solubles.

## MATERIAL

- Conductímetro eléctrico de lectura directa, con corrección de temperatura.
- Balanza de precisión (1 mg).
- Agitador oscilante.
- Vasos de 1000 ml o erlenmeyer de 500 ml.
- Embudos Buchner con quitasatos y bomba de vacío.
- Buretas de precisión de 10 ml.
- Cápsulas de porcelana blanca, de 15 cm de diámetro.

## REACTIVOS

- **Solución de ácido sulfúrico 0,05N normalizada**  
Preparar un litro de solución 0,1 normal (con una ampolla de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1N). Medir precisamente 500 ml de esta solución y pasarles a un balón aforado de 1 litro, completar y aforar muy cuidadosamente con agua destilada cuando este fría.
- **Solución de nitrato de plata a 0,05N normalizada**
  - Pesar 8,5g de NO<sub>3</sub>Ag muy precisamente, pasarles a un balón aforado de 1000 ml, completar y aforar cuidadosamente con agua destilada.
- **Indicador fenolftaleína en medio alcohólico.**
- **Indicador cromato de potasio K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>**
  - Pesar 5 g y disolver en 50 ml de agua destilada.
  - Agregar gota a gota una solución de NO<sub>3</sub>Ag, hasta cuando se produce un precipitado rojo permanente.
  - Filtrar y llevar a un litro con agua destilada.

## MODO DE OPERACION.

### 1 - EXTRACCION

**Partir de una muestra de suelo tamizado a 2 mm, perfectamente homogeneizado**

- Pesar 100 g de suelo, directamente en un vaso de 1000ml, marcado al número de la muestra.
- Agregar 500 ml de agua destilada. (o 50 g en un erlenmeyer de 500 ml, con 250 ml de agua).
- Tapar e instalar sobre el agitador oscilante por 15 minutos.
- Dejar en reposo por 2 horas, agitando con una varilla de vidrio cada 30 minutos.
- Verter la muestra sobre un embudo Buchner equipado de su filtro y poner en marcha la bomba de vacío, hasta recuperar el máximo de solución.
- Pasar esta solución a un recipiente cerrado.

## 2 - CONDUCTIVIDAD ELECTRICA

- Enjuagar bien la celda de conductividad con agua destilada.
- Leer la temperatura de la solución a medirse.
- Ajustar la temperatura del aparato a la de la solución.
- Enjuagar, llenar la celda con esta solución y leer.

Los datos estarán expresados de acuerdo al tipo de extracción, (pasta saturada, extracción 1/1, extracción 1/5, extracción 1/10).

En el caso que nos interesa; Milimhos/cm/25°C/extracción 1/5

## CONTROLES

### Para cada serie

- Pasar una solución saturada de sulfato de calcio (2 H<sub>2</sub>O). A 25°C, la lectura obtenida debe ser de 2,2 milimhos.

## 3 - CARBONATOS

Tomar una alícuota relacionada con la conductividad eléctrica (CE).

- si CE inferior a 1, tomar 10 ml.
- si CE entre 1 y 10, tomar 5 ml.
- si CE superior a 10, tomar 2 ml.

- Pasar esta alícuota (**V1**) a una cápsula de porcelana blanca de 15 cm de diámetro.  
En el caso de que se utiliza alícuotas inferiores a 10 ml, agregar agua destilada hasta llegar a un volumen de 10 ml.
- Agregar 2 gotas de fenolftaleína.
- Si se produce un color rosado, indica presencia de carbonatos. (si no se produce esta coloración, pasar directamente a la determinación de los cloruros).
- Titular con la solución de ácido sulfúrico 0,05N, por medio de una bureta de precisión de 10 ml, hasta que desaparezca el color rosado. Anotar el volumen gastado **V2**

#### 4 - CLORUROS

Partir de la solución precedente. (titulación de los carbonatos)

- Añadir 6 gotas del indicador cromato de potasio.
- Por medio de una bureta de precisión de 10 ml, titular con la solución de nitrato de plata  $\text{NO}_3\text{Ag}$  0,05N, hasta un punto final de color carmin. Anotar el volumen **V1**.
- Proceder a la preparación de un "blanco" con agua que contenga, además del cromato de potasio, el indicador utilizado por la determinación de los carbonatos. Dosificarlo como las muestras, anotar este volumen, **V2**.

### CALCULOS

**Expresados en meq/litro**

#### 1-CARBONATOS

**Así:**

**V1**, volumen de la alícuota utilizada.

**V2**, volumen en ml de la solución de ácido sulfúrico 0,05N gastado por la dosificación de los carbonatos.

**N**, normalidad exacta de la solución de ácido sulfúrico.

**Entonces**

$$\frac{V2 \times N \times 2 \times 1000}{V1} = \text{meq de carbonatos por litro. (extracto 1/5)}$$

**2 - CLORUROS**

**Así:**

V1, volumen de la solución de nitrato de plata 0,05 N gastado por la dosificación de los cloruros.

V2, volumen de la solución de nitrato de plata 0,05 N gastado por la dosificación del "blanco"

V3, volumen de la alícuota utilizada.

**Entonces:**

$$\frac{(V1 - V2) \times N \times 1000}{V3} = \text{meq de cloruros por litro. (extracto 1/5)}$$

**NOTAS**

En lo que se refiere a la conductividad eléctrica:

En el caso de que el aparato no disponga de corrección de temperatura, medir la temperatura de la solución y corregir el resultado final con una tabla de corrección. Los datos de conductividad, siempre están expresados a 25°C.

Si la solución a medir está demasiado concentrada, (generalmente con la pasta saturada), tenemos que diluirla para encontrarse dentro del rango del aparato. No olvidar después multiplicar la lectura obtenida por la dilución adoptada.

Siempre mantener los electrodos (o celdas) en agua destilada.

Dos o tres veces al año, debemos limpiar los electrodos o celdas, con una solución de ácido clorhídrico diluido.

## **CARBONATOS TOTALES**

**Expresado en carbonato de calcio**

### **OBJETIVO**

La determinación de los carbonatos de calcio y / o magnesio en el suelo, es de gran importancia no solo para conocer el contenido de estos elementos esenciales en la nutrición de las plantas, sino también para tener una idea general del funcionamiento y relaciones fisiológicas con la utilización de algunos nutrientes minerales.

### **PRINCIPIO ANALITICO**

Calentamiento de una muestra mezclada con una solución de ácido diluido, luego, titulación del exceso de ácido no consumido por los carbonatos, con una solución de sosa diluida.

## **MATERIAL.**

- Balanza analítica al 1/10 de mg.
- Vasos de 250 ml.
- Vidrios de reloj.
- Embudos vastago largo de 8 a 10 cm de diámetro.
- Erlenmeyer de 500 ml.
- Buretas de precisión de 50 y 100 ml.

## **REACTIVOS**

- **Solución de ácido clorhídrico 0,5 N normalizada.**  
Preparar un litro de solución 1 normal en un balón aforado, mezclar y aforar perfectamente una vez que la solución esté fría. Medir precisamente 500 ml de esta solución, y pasarles a un balón aforado de 1 litro, completar con agua destilada y aforar muy cuidadosamente cuando esté fría.
- **Solución de hidróxido de sodio 0,25 N de normalidad exactamente establecida**  
Preparar un litro de solución 1normal en un balón aforado, mezclar y aforar perfectamente una vez que la solución esté fría. Medir precisamente 250 ml de esta solución, y pasarles a un balón aforado de 1 litro, completar con agua destilada y aforar muy cuidadosamente cuando este fría.
- **Indicador ftaleine de fenol 1% en medio alcohólico.**
- **Carbonato de calcio (Ca CO<sub>3</sub>) anhidro PA.**
- **Solución de nitrato de plata (NO<sub>3</sub> Ag) 0,1 N.**  
Pesar 4,25 g, colocar en un balón aforado de 250 ml, completar y aforar con agua destilada.

## **MODO DE OPERACION**

**Partir de una muestra de suelo tamizado a 0,5 mm perfectamente homogeneizada.**

Se debe, antes de la pesada, tener una idea de la concentración en carbonatos. Por eso proceder de la siguiente manera:

- En un vidrio de reloj, poner una pequeña cantidad de muestra, humedecer ligeramente con agua y agregar algunas gotas de ácido clorhídrico diluido (1/2).

Según la efervescencia obtenida, podemos estimar la riqueza de la muestra en carbonatos y así escoger un peso apropiado.

- Pesar en un vaso de 250 ml de 2 a 10 g de suelo según el resultado de la prueba arriba mencionada. La pesada se efectuará por medio de una balanza analítica. Anotar de manera indeleble el número de la muestra sobre el vaso.
- Por medio de una bureta de 50 ml, agregar de manera muy precisa 50 ml de solución de ácido clorhídrico 0,5 N.
- Cubrir el vaso con un vidrio de reloj.
- Pasar a una plancha eléctrica.
- Llevar a ebullición muy suave y mantener así 5 mn.
- Sacar de la plancha y dejar enfriar por 15 mn.
- Enjuagar el vidrio de reloj con agua destilada por medio de un chorro de piseta.
- Un embudo provisto de un filtro es puesto arriba de un erlenmeyer de 500 ml marcado al número de la muestra.
- Filtrar la solución, haciendo pasar el máximo de suelo sobre el filtro.  
Cuidarse de las salpicaduras durante esta operación.
- Dejar escurrir bien y, por medio de una piseta de agua, enjuagar bien el vaso, manteniendolo encima del filtro.
- Lavar el filtro por medio de pequeños chorros de piseta, dejando escurrir bien entre dos lavados.  
Proceder con movimientos circulares, del exterior al interior, reuniendo el suelo en la parte inferior del filtro.
- Continuar así hasta llegar a un volumen de alrededor de 300 ml.
- Verificar, al fin del lavaje, la completa eliminación del ácido clorhídrico en el filtro.  
Proceder así:
  - Poner en un tubo de ensayo 2 o 3 ml de una solución de nitrato de plata 0,1 N y recuperar a la salida del embudo 2 o 3 gottas del filtrado. En presencia de vestigios de ácido clorhídrico se observa de inmediato un precipitado blanco.
  - En el caso de que se forme este precipitado, continuar lavando. Podemos también verificar por medio de un papel pH, pero la precisión no es tan grande. Generalmente, con 300, 350 ml el lavado puede estar considerado como completo.
- Enjuagar bien las paredes del erlenmeyer con un chorro de agua destilada.
- Agregar 5 o 6 gotas de ftaleine de fenol.
- Titular con la solución de hidróxido de sodio 0,25 N hasta que se torne color violeta.

## CONTROLES

**Para cada serie;**

- Un testigo constituido por 0,5 g de carbonato de calcio anhidro P.A, conservado en permanencia al desecador.
- Un "blanco" constituido por la solución de ácido clorhídrico 0,5 N.
- Una muestra preparada por duplicado.

El testigo y el "blanco" tienen que seguir el mismo procedimiento que las muestras.

## CALCULOS

**Así:**

50, volumen de ácido clorhídrico puesto en la muestra.

N, normalidad teórica del ácido 0,5N.

F, factor de corrección de la normalidad del ácido, sacado con la titulación del "blanco".

V, volumen de hidróxido de sodio 0,25 N (en teoría), gastado por la dosificación de la muestra.

N\*, normalidad exacta de la solución de hidróxido de sodio.

5, factor utilizado para obtener el resultado final.

**Entonces:**

$$\frac{(50 \cdot N) \cdot F - V \cdot N^* \cdot 5}{\text{peso de la muestra}} = \underline{\underline{\% \text{ de carbonato de calcio}}}$$

**Ejemplo de cálculo:**

- La sosa utilizada tiene una normalidad real de 0,24 N.
- Hemos gastado 98 ml de sosa para la dosificación del "blanco" ácido clorhídrico.
- Pesada de la muestra; 5 g.

- Hemos gastado 46 ml de hidróxido de sodio para la dosificación de la muestra.

En un primer tiempo, se debe sacar el factor de corrección **F** del ácido chlorídrico, de la siguiente manera;

$$50 \times 0,5 = 98 \times 0,24 \quad \text{entonces, } 25 = 23,52$$

**Entonces:**

$$F = \frac{23,52}{25} = 0,9408.$$

**Tenemos así:**

$$\frac{(50 \times 0,5) \times 0,9408 - 46 \times 0,24 \times 5}{5 \text{ g}} = \underline{\underline{12,48\% \text{ de carbonato de calcio}}}$$

#### **NOTAS**

El resultado encontrado para el testigo debe siempre situarse entre 98 y 102 %. Si no es el caso debemos volver a comenzar la serie.

## **CARBÓN ORGÁNICO TOTAL**

**(Método Walkley Black)**

### **OBJETIVO**

Obtener la concentración en carbón orgánico, para sacar la relación carbón/nitrógeno a fin de determinar el grado de formación, la evolución de un suelo y la disponibilidad del nitrógeno para las plantas y los microorganismos.

El carbón orgánico tiene también, a través de la materia orgánica, una acción en la estabilidad estructural, la capacidad de intercambio, el desarrollo de los microorganismos, etc...

### **PRINCIPIO ANALÍTICO**

Oxidación, en frío, del carbón por un exceso de dicromato de potasio en medio sulfúrico. Después, dosificación del dicromato no consumido con la sal de Morh.

## **MATERIAL**

- Balanza analítica, 1/10 de mg.
- Erlenmeyer de 500 ml.
- Buretas de precisión de 25 ml.
- Pipetas de diferentes volúmenes.
- Probetas, vasos.
- Cronómetro.

## **REACTIVOS**

- **Solución de dicromato de potasio normal.**  
*Para un litro de solución;*
  - Pesar muy precisamente, por medio de una balanza analítica, 49,04 g de dicromato de potasio PA ( $\text{Cr}_2\text{O}_7\text{K}_2$ ) conservado en un desecador, verter en un balón aforado de 1000 ml, completar y aforar con agua destilada.
- **Solución de sal de Mohr 0,5 normal en medio sulfúrico 0,5 N**  
*Para un litro de solución;*
  - Pesar muy precisamente, con una balanza analítica, 196,05 g de sulfato ferroso amoniacal,  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .
  - Pasarles a un balón aforado de 1000 ml, agregar alrededor de 500 ml de agua destilada. Disolver la sal, agregar 15 ml de ácido sulfúrico concentrado, mezclar y completar con agua destilada hasta llegar alrededor de la línea de aforo. Dejar enfriar y aforar después. Es preferible preparar pequeñas cantidades de esta solución (relacionada con el número de muestras que tenemos que dosificar) para evitar de consumir demasiados reactivos. En general, no se puede conservar esta solución más de una semana. Es necesario determinar su normalidad cada día.
- **Diphenilamine. (Indicador colorado)**
  - disolver 0,5 g de diphenylamine en 100 ml de ácido sulfúrico concentrado, y verter en 20 ml de agua destilada. Conservar en frasco oscuro
- **Acido sulfúrico concentrado PA,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , d: 1,83.**
- **Acido ortofosfórico concentrado PA,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , d: 1,71.**  
o fluoruro de sodio PA en polvo. FNa. (permite tener una mejor visualización del punto de viraje con una acción de complexación del hierro 3, extraído por el ácido sulfúrico)

## **MODO DE OPERACION.**

### **Partir de un suelo tamizado a 0,5 mm perfectamente homogeneizado**

Es preferible haber determinado el nitrógeno total antes de determinar el carbón a fin de poder establecer de una sola vez el peso adecuado para el análisis. Ver al fin de este capítulo el peso de la muestra a tomar según los resultados de nitrógeno.

- Pesar de acuerdo con la concentración en nitrógeno un peso muy preciso sobre una balanza analítica. (1/10 de mg)

El peso de carbón contenido en la pesada debe situarse entre 10 y 25 mg.

- Pasar a un erlenmeyer de 500 ml.

Inscribir el número de la muestra con el peso sobre este recipiente.

- Reportar la numeración de las muestras con los pesos correspondientes en el cuaderno.

- Preparar así 12 muestras consecutivamente.

- Disponer sobre una placa aislante los 12 erlenmeyers en el orden de la numeración.

- Preparar el material siguiente;

#### **1) para el dicromato de potasio;**

- una bureta de 50 ml llena con la solución de dicromato de potasio N

#### **2) para el ácido sulfúrico;**

- un vaso de 250 ml y una probeta de 20 ml llenos de ácido sulfúrico concentrado.

- Agregar muy precisamente, con la bureta, 10 ml de la solución de bicromato de potasio normal.

- Agregar, por medio de la probeta, 20 ml de ácido sulfúrico concentrado. Hacer fluir muy lentamente el ácido. (se puede también utilizar una pipeta de 20 ml, haciendo fluir el ácido sobre las paredes del erlenmeyer)

**En este momento, poner en marcha el cronómetro**

- Agitar muy suavemente durante 1 mn, (movimiento rotativo) a fin de homogeneizar. Evitar que la muestra se adhiera a las paredes del erlenmeyer.

- Dejar en reposo 30 minutos sobre la placa aislante (amianto o cartón).

- Preparar de inmediato para la muestra siguiente la probeta de ácido y verificar la bureta conteniendo la solución de dicromato.

- Al tiempo cero más dos minutos, poner en marcha la muestra siguiente.

- Continuar así hasta el fin de la serie. Tiempo de 22 minutos.
- Preparar;
  - un recipiente con 3 litros de agua destilada,
  - un vaso de 250 ml y una probeta de 10 ml llenos con el ácido ortofosfórico. (en el caso de que trabajemos con el fluoruro de sodio en lugar del ácido, utilizar una medida conteniendo alrededor de 5 g)
- LLenar una bureta de 25 ml con la solución de sal de Morh 0,5 normal.
- Al tiempo de 30 mn en punto, agregar en el orden siguiente, para la muestra número uno;
  - alrededor de 200 ml de agua destilada,
  - 10 ml de ácido ortofosfórico, o 5g de fluoruro de sodio
  - 8 o 10 gotas de indicador colorado (diphenilamine).
- Titular el exceso de dicromato por medio de la solución de sal de Morh puesta en la bureta de 25 ml.  
El viraje de color se hace del azul hasta una coloración verde. Anotar el volumen consumido. (en un primer tiempo, la solución va gradualmente desde el azul claro hasta el azul intenso que esta cerca del punto de viraje final que debe ser verde)
- Al tiempo 32 mn, pasar a la muestra siguiente.

#### **Notas**

En el caso que tengamos problemas de tiempo y no alcancemos a procesar una muestra, pasar directamente a la siguiente sin preocuparse más de esta muestra, así, no se atrasa toda la serie.

Después de la adición del dicromato de potasio y del ácido sulfúrico, el color de la solución debe ser verde anaranjado. Una coloración verde oscura significa que se ha consumido por completo el dicromato por exceso de muestra y, entonces, se debe disminuir el peso.

El volumen de sal de Morh consumido debe situarse entre 7 y 15 ml.

En el caso de que se utilice el fluoruro de sodio, no se debe esperar demasiado tiempo antes de enjuagar el erlenmeyer una vez que la titulación se haya efectuado, a fin evitar el ataque al vidrio.

#### **CONTROLES**

**Para cada serie;**

- Verificar la normalidad de la sal de Mohr 0,5 N de la siguiente manera;
  - Medir muy precisamente 10 ml de dicromato de potasio normal por medio de una bureta de

precisión.

- Agregar alrededor de 200 ml de agua destilada, 10 ml de ácido fosfórico y 8 gotas de difenilamine.
- Titular con la sal de Mohr 0,5 normal.

Según el valor obtenido, sacar un factor (F) de corrección de la normalidad, con el cual serán corregidos los valores obtenidos para la dosificación de las muestras y del "blanco".

- Hacer un "blanco" que lleve todos los reactivos utilizados.
- Un testigo constituido por una muestra de valor conocido.
- Una muestra preparada por duplicado.

## **CALCULOS**

**Así:**

A, volumen de la sal de Mohr 0,5 normal consumido por la dosificación de la muestra

B, volumen de la sal de Mohr 0,5 normal consumido por la dosificación del "blanco".

F, factor de corrección de la sal de Mohr.

P, peso de la muestra.

**Un ml de dicromato de potasio normal corresponde a 3,9 mg de carbón**

Como la sal de Mohr utilizada tiene una normalidad de 0,5 N, es necesario llevarla a la misma normalidad que la del dicromato de potasio N, entonces, dividir para 2 los volúmenes obtenidos por la muestra y el "blanco".

**Entonces:**

$$\frac{(B \times F) - (A \times F)}{2} \times 0.39 = \underline{\% \text{ de carbón total de muestra seca al aire.}}$$

P

Para obtener el porcentaje de materia orgánica, utilizamos el factor 1,724, sobre la hipótesis de que la materia orgánica contiene 58% de carbón en la generalidad de los suelos encontrados en el país.

**Entonces:**

$$\text{carbón\%} \times 1,724 = \text{Porcentaje de materia orgánica}$$

## **NOTAS**

Se debe anotar que con este método, no tenemos interferencias debidas a la presencia de material calcáreo.

Si no se puede determinar el nitrógeno total antes de dosificar el carbón, proceder en este caso a un ensayo con una pesada de 1 gramo y según el volumen de sal de Morh gastado, adoptar un peso adaptado a la concentración en carbón.

El indicador difenilamine consume pequeñas cantidades de sal de morh que no son muy representativas, pero lo que significa que no se debe utilizar un exceso demasiado importante de este indicador. 8 a 10 gotas parecen ser lo indicado.

En presencia importante de cloruros, se producen interferencias que pueden eliminarse, utilizando sulfato de plata.

## **PESADA A EFECTUAR SEGUN EL PORCENTAJE DE NITROGENO**

<b>N %</b>	<b>Peso</b>	<b>N %</b>	<b>Peso</b>
0.01	10.0g	0.15	1.00g
0.02	7.0g	0.20	0.75g
0.03	5.0g	0.30	0.50g
0.04	4.0g	0.40	0.40g
0.05	3.0g	0.50	0.30g
0.06	2.5g	0.60	0.25g
0.07	2.0g	0.70	0.20g
0.08	2.0g	0.80	0.20g
0.09	1.5g	0.90	0.15g
0.10	1.5g	1.00	0.15g

# **NITROGENO TOTAL**

**Método Kjeldahl**

## **OBJETIVO**

Dar una idea de las reservas del suelo en nitrógeno y obtener la relación carbón/nitrógeno, que tiene importancia para conocer el grado de evolución de la materia orgánica y la disponibilidad del nitrógeno para los microorganismos y las plantas.

## **PRINCIPIO ANALITICO**

Mineralización ácida del nitrógeno en forma de amonio, destilación en medio alcalino y dosificación por volumetría (acidimetría).

Este método no es el apropiado cuando el suelo tiene una concentración de nitrógeno nítrico superior a 2% del nitrógeno total. (caso de una fertilización nitrogenada).

## MATERIAL

- Balanza analítica. (1/10 de mg)
- Aparato de Kjeldahl. (mineralización y destilación).
- Matrices de 800 ml.
- Erlenmeyer de 500 ml.
- Erlenmeyer de 100 ml.
- Bureta de precisión de 50 ml.
- Probeta de 100 ml.
- Distribuidor automático de 30 ml.
- Núcleos de ebullición (de 3 a 4 mm de diámetro), o piedra pómez.

## REACTIVOS

- **Acido sulfúrico concentrado**  
(podemos utilizar ácido "técnico")
- **Solución de ácido sulfúrico N/10**
  - Verter en un balón aforado de 1000 ml, una ampolla standard normal, completar, dejar enfriar y aforar muy precisamente con agua destilada. De esta solución, sacar una solución de ácido N/10 en forma muy precisa.
- **Catalizador**
  - mezclar en un mortero de porcelana, y moler finamente los siguientes constituyentes;
    - 100 g de sulfato de potasio PA.
    - 20 g de sulfato de cobre PA.
    - 2 g de selenio en polvo PA.
  - Conservar después en un frasco hermético.
- **Hierro reducido, en polvo PA**
- **Hidróxido de sodio 10 N (40%).**  
*Para cinco litros de solución;*
  - Tomar dos vasos de 2 litros, pesar en cada uno 1 kg de hidróxido de sodio.
  - Poner estos vasos dentro del lavabo, agregar lentamente alrededor de 2 litros de agua destilada en cada uno y dejar enfriar. Pasar después a un balón de 5 litros, completar con agua destilada, dejar enfriar de nuevo y aforar.
- **Hidróxido de sodio N/10**
  - Verter en un balón aforado de 1000 ml, una solución standard normal, enjuagar perfectamente, completar, dejar enfriar y aforar muy precisamente con agua destilada. De esta solución, sacar una solución de sosa N/10 en forma muy precisa.

- **Indicador "rojo de Tashiro"**
  - Una parte de rojo de methyl a 0,1% en etanol,
  - Tres partes de verde de bromocresol a 0,1% en etanol.
- **Papel de cigarillo o papel higiénico**

**Nota.**

En cuanto al ácido sulfúrico concentrado y la sosa al 40%, podemos trabajar con reactivos técnicos, lo que permite disminuir de manera significativa el precio del análisis.

**MODO DE OPERACION**

**Partir de una muestra de suelo tamizado a 0,5 mm perfectamente homogeneizada.**

- Pesar 2g de muestra muy precisamente, por medio de una balanza analítica. (1/10 de mg)  
La pesada se efectuará en un cuadro de papel cigarillo o papel higiénico (aproximadamente 5x5) esto a fin de evitar que la muestra se adhiera a las paredes del matraz).
- Cerrar después el papel, hacer una bola e introducirlo dentro de un matraz de 800 ml. La numeración de la muestra debe ser puesta de manera clara e indeleble sobre el matraz.
- Humedecer ligeramente la muestra con un chorro de piseta.
- Agregar en el orden siguiente;
  - 4 o 5 núcleos de ebullición.  
La función de estos núcleos es de asegurar unos movimientos de la muestra en el curso de la mineralización y así evitar puntos de sobrecalentamiento (así como en la destilación). A los núcleos, los podemos reemplazar con piedra pómez.
  - 0,5 g de hierro reducido,  
Para tratar de reducir las pequeñas cantidades de nitratos que puede contener la muestra.
  - 2 gramos de catalizador;
  - 20 ml de ácido sulfúrico concentrado (verter muy lentamente).  
El catalizador así como el hierro reducido estan puestos por medio de unas medidas, sin pesarles.
- Homogeneizar y poner sobre la plancha de mineralización.
- Poner en marcha el calentamiento dejándolo sobre la posición "LOW" hasta la decoloración completa de la solución, (entre dos y tres horas generalmente), después, pasar sobre la posición "3", por 30 minutos.  
Tratar de no mover demasiado el matraz a fin de evitar "pegar" la muestra sobre las paredes (fuera del ácido) y así favorecer una sequedad de esta parte de muestra, lo que puede provocar unas pérdidas de nitrógeno. **EN NINGUN CASO LA MUESTRA DEBE LLEGAR A SEQUEDAD**

En el caso de que veamos que la muestra pueda llegar a sequedad, apagar el calentador, dejar enfriar y agregar más ácido sulfúrico concentrado. Anotar el volumen agregado para no olvidar después tomar en cuenta este volumen cuando neutralizamos con la sosa.

- Dejar enfriar durante la noche.

- Agregar dentro del matraz alrededor de 450 a 500 ml de agua destilada y dejar enfriar 10 mn.

- Un erlenmeyer de 500 ml, con el número de la muestra correspondiente, conteniendo 30 ml de ácido sulfúrico N/10, (medidos muy precisamente por medio de una bureta) y 5 o 6 gotas de "Rojo de Tashiro" debe estar puesto bajo el tubo de salida del refrigerante.

Ver que el tubo de salida del destilador esté completamente sumergido a fin de evitar las pérdidas por volatilización. Si es necesario, agregar agua destilada.

Para recoger el destilado, se puede reemplazar la solución de ácido sulfúrico N/10 por una de ácido bórico a 2% en agua, alrededor de 25 ml, puestos por medio de un distribuidor automático. (en este caso la titulación se hace después con ácido sulfúrico N/10)

- Adicionar en el matraz 100 ml de sosa 10 N, haciéndole fluir lentamente por las paredes del matraz sin mezclar. La sosa se deposita en el fondo del matraz.

Este volumen de 100 ml de sosa corresponde a un volumen de ácido sulfúrico de 20 ml, en el caso que agregamos más ácido durante la mineralización, es necesario aumentar el volumen de sosa 10 N a fin de obtener una buena neutralización del ácido. Si en teoría, 3,6 volúmenes de sosa 10 N neutralizan uno de ácido concentrado, prácticamente, es preferible agregar cinco volúmenes de sosa. (generalmente, el ácido sulfúrico concentrado tiene una normalidad alrededor de 36 N)

**Cuando agregamos la sosa, mantener el cuello del matraz alejado de la cara a fin de evitar un accidente por las salpicaduras en caso de mala manipulación.**

- Conectar el matraz al aparato de destilación y únicamente en este momento, agitar a fin de homogeneizar la solución.

La solución, una vez agitada, toma una coloración café oscuro, ocasionada por la precipitación de los hidróxidos formados por la agregación de la sosa.

- Destilar de 280 a 300 ml. Verificar el fin de la destilación con ayuda de un papel indicador de pH (a la salida del tubo de destilación).

El pH debe estar neutro a ligeramente ácido, esto indica el fin de la destilación del amonio. (antes de medir el pH, enjuagar el tubo de salida con un pequeño chorro de piseta)

- Una vez llegado al volumen deseado o al pH satisfactorio, apagar el calentador y bajar el erlenmeyer, dejando pasar las últimas gotas del destilado.

- Enjuagar bien el tubo de salida con un chorro de agua destilada antes de sacar el erlenmeyer.

- Poner en el lugar del erlenmeyer retirado, un pequeño recipiente, (erlenmeyer de 100 ml) lleno de agua destilada para el lavado del destilador.

- Con la ayuda de una bureta de 25 o 50 ml, titular la solución recogida con la solución de hidróxido de sodio N/10. El viraje de color se hace del rojo al verde. Si es posible utilizar un agitador magnético para la agitación. En el caso de que trabajamos con una solución de ácido bórico para recoger el destilado, el viraje de color se hace del verde al rojo.

## CONTROLES

Para cada serie;

- Un "blanco" que lleve todos los reactivos utilizados.
- Un testigo constituido por una muestra, o una sal, de concentración conocida.
- Una muestra preparada por duplicado.

## CALCULOS

Así:

A, el volumen de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1/10 contenido en el erlenmeyer.

B, el volumen de NaOH 1/10 consumido por la dosificación de la muestra.

C, el volumen de NaOH 1/10 consumido por la dosificación del "blanco".

P, el peso de la muestra.

1 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> N/10 corresponde a 1,4 mg de nitrógeno.

Obtenemos así:

$$\frac{(A-B) - (A-C) \times 1.4}{P} = \text{mg de nitrógeno por 1g de muestra.}$$

Dividir para 1000 y multiplicar por 100 para obtener el porcentaje de nitrógeno.

Entonces:

$$\frac{(A-B) - (A-C) \times 1.4}{P \times 10} = \underline{\underline{\% \text{ de nitrógeno total de muestra seca al aire}}}$$

En el caso que trabajemos con ácido bórico al 2% para recoger el destilado, los cálculos son los siguientes;

**Así:**

A, el volumen de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> N/10 consumido por la dosificación de la muestra.

B, el volumen de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> N/10 consumido por la dosificación del "blanco".

$$\frac{(A - B) \times 1.4}{P \times 10} = \text{\% de nitrógeno total}$$

#### **NOTAS**

En el caso de suponer que la muestra a dosificar contiene una cantidad de nitratos superior a 2% del nitrógeno total, (fertilización reciente por ejemplo) se debe trabajar con ácido salicílico. Reportarse al párrafo Nitrógeno total, del capítulo Diagnóstico foliar.

Se debe señalar que el método con ácido salicílico tampoco no es satisfactorio en presencia de grandes cantidades de nitratos.

Ver también el método desarrollado para los fertilizantes nitrogenados, "dosificación del nitrógeno total en un fertilizante en presencia de nitratos".

## **NITROGENO AMONIAL Y NITRICO**

### **OBJETIVO**

Obtener informaciones sobre la dinámica del nitrógeno en el suelo y sobre la actividad de los microorganismos. Esta determinación debe estar relacionada con el nitrógeno total.

### **PRINCIPIO ANALITICO**

Desplazamiento del nitrógeno amoniacal por una solución alcalina, disolución de los nitratos. Después, destilación en medio básico y dosificación por volumetría (acidimetría).

## **MATERIAL**

- Balanza de precisión (1 mg).
- Agitador oscilante.
- Aparato de Kjeldahl, (mineralización y destilación).
- Matraces de 800 ml.
- Erlenmeyer de 500 ml.
- Erlenmeyer de 100 ml.
- Bureta de precisión de 10 ml.
- Probeta de 100 ml.
- Distribuidor automático de 30 ml.
- Embudos vástago largo de 8 a 10 cm de diámetro.
- Pipetas de precisión de 50 ml.
- Núcleos de ebullición (de 3 a 4 mm de diámetro) o piedra pómez.

## **REACTIVOS**

- **Solución de cloruro de potasio KCl, normal de pH 7.**  
Pesar 74,6 g de KCl P.A. pasar a un balón aforado de un litro y aforar con agua destilada. Ajustar el pH con unas soluciones muy diluidas de KOH o de HCl.
- **Solución de ácido bórico al 2 % en agua.**
- **Solución de ácido sulfúrico N/10 normalizada.**
  - Verter en un balón aforado de 1000 ml, una ampolla standard normal, completar, dejar enfriar y aforar muy precisamente con agua destilada. Con esta solución, preparar una solución de ácido N/10 en forma muy precisa.
- **Indicador Rojo de Tashiro .**
  - Una parte de rojo de methyl a 0,1 % en etanol.
  - Tres partes de verde de bromocresol a 0,1 % en etanol.
- **Indicador phenol phtaleine. (en medio alcohólico)**
- **Aleación de Dewarda.**
- **Oxido de magnesio en polvo.**  
Previamente calcinado a la mufla a 600°C por una hora. Conservarlo en frasco hermético.
- **Papel filtro.**

## **MODO DE OPERACION**

**Partir de una muestra de suelo tamizado a 2 mm, perfectamente homogeneizado.**

### **1- EXTRACCION.**

- Pesar, en la balanza de precisión, 20 g de suelo dentro de un erlenmeyer de 500 ml. Inscribir el número de la muestra sobre este erlenmeyer.
  - Agregar 150 ml de solución de KCl N por medio de una probeta.
  - Tapar el erlenmeyer e instalarlo en el agitador oscilante.
  - Agitar por una hora. (aprovechar de este tiempo para instalar los embudos con papel filtro, arriba de un erlenmeyer de 500 ml, marcando el número de la muestra)
  - Filtrar, haciendo pasar el suelo sobre el filtro.
  - Dejar escurrir bien.
  - Por medio de una bureta, tomar 50 ml de la solución recogida, y pasarles a un matraz de 800 ml, agregando algunos núcleos de ebullición.
  - Agregar algunas gotas del indicador "phenol phtaleine" y una medida del óxido de magnesio, enjuagar el cuello del matraz y llevar a un volumen de alrededor de 500 ml con agua destilada. Debe desarrollarse una coloración rosada, si no es el caso, agregar más óxido de magnesio. (la solución debe estar en medio alcalino)
- Es preferible no esperar demasiado tiempo entre la filtración y esta última operación.

### **2- DESTILACION Y TITULACION DEL NITROGENO AMONICAL.**

- Instalar, bajo el tubo de salida del refrigerante, un erlenmeyer de 500 ml con el número de la muestra correspondiente, que contenga 25 ml de ácido bórico al 2%, (medidos por medio de un distribuïdor automático) y 5 o 6 gotas de "rojo de Tashiro". (inscribir NH<sub>3</sub> sobre el erlenmeyer) Ver que el tubo de salida del destilador esté completamente sumergido a fin de evitar las pérdidas por volatilización. Si es necesario, agregar agua destilada.
- Conectar el matraz al aparato de destilación.
- Destilar de 280 a 300 ml. Verificar el fin de la destilación con ayuda de un papel indicador de pH (a la salida del tubo de destilación).

El pH debe estar neutro o ligeramente ácido, esto indica el fin de la destilación del amonio. (antes de medir el pH, enjuagar el tubo de salida con un pequeño chorro de agua destilada.

- Una vez llegado al volumen deseado o con un pH satisfactorio, apagar el calentador y bajar el erlenmeyer, dejando pasar las últimas gotas del destilado.
- Enjuagar bien el tubo de salida con un chorro de agua destilada antes de sacar el erlenmeyer.
- Dejar enfriar el matraz.
- Con la ayuda de una bureta de 10 ml, titular la solución recogida con la solución de ácido sulfúrico N/10. El viraje de color se hace del verde al rojo.
- Anotar el volumen gastado en el cuaderno.

### **3- DESTILACION Y TITULACION DEL NITROGENO NITRICO.**

- Instalar, bajo el tubo de salida del refrigerante, un erlenmeyer de 500 ml con el número de la muestra correspondiente, conteniendo 25 ml de ácido bórico al 2%, (medidos por medio de un distribuidor automático) y 5 o 6 gotas de "rojo de Tashiro". (inscribir NO<sub>3</sub> sobre el erlenmeyer) Ver que el tubo de salida del destilador esté completamente sumergido a fin de evitar las pérdidas por volatilización. Si es necesario, agregar agua destilada.

**A partir de la solución que se queda dentro del matraz enfriado.**

- Agregar agua destilada hasta un volumen de alrededor de 500 ml.
- Agregar una medida de aleación de Dewarda (de 2 a 3 g)
- Conectar inmediatamente el matraz al aparato de destilación a fin de evitar pérdidas.
- Destilar de 280 a 300 ml. Verificar el fin de la destilación con ayuda de un papel indicador de pH (a la salida del tubo de destilación).  
El pH debe estar neutro o ligeramente ácido, esto indica el fin de la destilación del amonio. (antes de medir el pH, enjuagar el tubo de salida con un pequeño chorro de agua destilada).
- Una vez llegado al volumen deseado o con un pH satisfactorio, apagar el calentador y bajar el erlenmeyer, dejando pasar las últimas gotas del destilado.
- Enjuagar bien el tubo de salida con un chorro de agua destilada antes de sacar el erlenmeyer.
- Dejar enfriar el matraz.
- Con la ayuda de una bureta de 10 ml, titular la solución recogida con la solución de ácido sulfúrico N/10. El viraje de color se hace del verde al rojo.
- Anotar el volumen gastado en el cuaderno.

## CONTROLES

**Para cada serie;**

- Un blanco que lleve todos los reactivos utilizados.
- Un testigo constituido por una sal de concentración conocida.
- Una muestra preparada por duplicado.

## CALCULOS

**Así:**

- P, peso de la muestra.
- Vs, volumen total de solución extractora.
- V's, volumen del extracto utilizado.
- Vb, volumen de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> N/10, consumido por la dosificación del blanco.
- V1, volumen de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> N/10, consumido por la dosificación del nitrógeno amoniacal.
- V2, volumen de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> N/10, consumido por la dosificación del nitrógeno nítrico.

**1 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> N/10 corresponde a 1,4 mg de nitrógeno.**

**Entonces:**

$$\frac{(V1 - Vb) \times 1.4}{P / (Vs/V's)} \times 10 = \text{\% de nitrógeno amoniacal total de muestra seca al aire}$$

$$\frac{(V2 - Vb) \times 1.4}{P / (Vs/V's)} \times 10 = \text{\% de nitrógeno nítrico total de muestra seca al aire}$$

**Ejemplo:**

- Pesada de 20 g.
- Extracción con 150 ml de KCl.
- Tomada de 50 ml, para la dosificación.
- Volumen de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> N/10 gastado por la titulación del blanco; 0,2 ml.
- Volumen de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> N/10 gastado por la titulación del nitrógeno amoniacal; 4,5 ml.

**Entonces:**

$$\frac{(4.5 - 0.2) \times 1.4}{20 / (150) \times 10} = \underline{0.09 \% \text{ de nitrógeno amoniacal}}$$

50

**NOTAS**

Generalmente es preferible, para evitar la evolución del nitrógeno, trabajar sobre muestras frescas. En este caso, conservar las fundas herméticamente cerradas en la refrigeradora desde la llegada al laboratorio. Paralelamente al método, determinar la humedad de la muestra y corregir los resultados obtenidos.

En el caso de suelos calcáreos, a fin de evitar pérdidas de nitrógeno en medio básico, se debe agregar unas gotas de ácido clorídrico (2 o 3 gotas) inmediatamente después de la filtración.

Para tener una precisión más grande cuando las muestras no son muy ricas, puede ser preferible, para la titulación, de trabajar con una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de normalidad de N/20 en lugar de la de N/10 a fin de tener un volumen más representativo.

## **FOSFORO TOTAL**

colorimetría por el método de DUVAL

### **OBJETIVO**

Establecer las reservas totales de fósforo en el suelo.

### **PRINCIPIO ANALITICO**

Destrucción de la materia orgánica en la mufla, ataque con ácido nítrico. Después del ataque, el ácido nítrico está eliminado por evaporación. El fósforo recogido con el ácido sulfúrico se determina por colorimetría según el método de Duval.

## **MATERIAL**

- Balanza analítica, 1/10 de mg.
- Mufia.
- Sorbona.
- Plancha eléctrica.
- Colorímetro equipado con un filtro de 660 nm.
- Baño de María.
- Estufa.
- Vasos de 100 ml.
- Balones aforados de 100 ml.
- Embudos con vástago largo.
- Tubos de ensayo de 25 ml.
- Agitador para tubos de ensayo.
- Vidrios de reloj.
- Pipetas de precisión.
- Micro-buretas de precisión.
- Termómetro.

## **REACTIVOS**

- **Solución de nitrato de magnesio al 40 % en agua**
  - Pesar en una balanza de precisión 40 g de nitrato de magnesio PA, pasarles a un balón de 100 ml y completar con agua destilada.
- **Solución de ácido ascórbico al 1% en agua.**
  - Pesar por medio de una balanza analítica, 1 g de ácido ascórbico PA y pasarles a un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar con agua destilada.  
Preparar esta solución inmediatamente antes del uso, porque no se conserva mucho tiempo. Además, el color no debe ser amarillo, en este caso la coloración que se desarrollará posteriormente no será la normal, lo que puede influir sobre los resultados.
- **Solución sulfo-molibdica.**
  - Pesar en la balanza analítica, 25 g de molibdato de amonio PA, pasar a un balón aforado de un litro y completar con una solución de ácido sulfúrico 10 N. (Conservar en un distribuidor automático de 5 ml equipado de un frasco oscuro y mantenerlo en la oscuridad).
- **Acido nítrico concentrado PA.**
- **Acido sulfúrico 0,5 N.** (título aproximado)

- **Fosfato de potasio mono-básico PA.** (preparación de la gama patron)  
Secado a la estufa a 60°C y conservado en un desecador.

## **MODO DE OPERACION**

**Partir de una muestra de suelo tamizada a 0,5 mm, perfectamente homogeneizada.**

### **1) EXTRACCION.**

- Pesar muy precisamente 0,2 g de la muestra (al 1/10 de mg) directamente en un vaso de 100 ml, que lleva el numero de la muestra.  
Poner el número con un lápiz de papel a fin de evitar se borre la numeración en la mufla.
- Agregar 4 ml de la solución de nitrato de magnesio. (con una pipeta)
- Introducir en la estufa a 60, 70°C hasta desecación completa de la muestra (generalmente una noche, es mejor ir lentamente a fin evitar las salpicaduras en el caso de un calentamiento demasiado rápido).
- Introducir en la mufla **FRIA**.
- Subir la temperatura hasta 460°C, dejando la puerta entreabierta. (eso favorece una mejor combustión) El tiempo ideal de subida del calentamiento se encuentra alrededor de 1 hora y media. Calentar demasiado rápidamente puede provocar salpicaduras y así pérdidas de muestras.
- Una vez llegado a 460°C, cerrar la puerta y mantener a esta temperatura una hora.
- **NO DEJAR PASAR DE 500°C** a fin de evitar las pérdidas de algunas formas del fósforo por volatilización.
- Dejar enfriar y sacar de la mufla.
- Agregar 20 ml de ácido nítrico concentrado por medio de una probeta y cubrir con un vidrio de reloj. Dejar así una noche.
- Poner en la plancha eléctrica a una temperatura ligeramente inferior al punto de ebullición durante 3 a 4 horas.
- Sacar el vidrio de reloj, y llevar a sequedad muy lentamente a fin evitar las pérdidas por salpicaduras. (generalmente entre 1 hora y 1 hora y media)
- Una vez secado, agregar, por medio de una probeta, 20 ml de ácido sulfúrico 0,5 N, cubrir de nuevo con un vidrio de reloj, y llevar a ebullición suave durante 1/4 de hora.

- Disminuir el calor, sacar el vidrio de reloj y reducir, muy suavemente, la solución hasta un volumen alrededor de 1,5 a 2 ml. (aparición de vapores blancos)

**EN NINGUN CASO LLEVAR A SEQUEDAD.** (en el caso contrario, tendremos pérdidas de fósforo)

- Dejar enfriar y agregar 20 ml de agua destilada.

- Cubrir con un vidrio de reloj, y llevar a ebullición durante 5 mn.

- Dejar enfriar.

- Preparar un embudo con un filtro arriba de un balón aforado de 100 ml. (anotar sobre este balón el número de la muestra)

- Filtrar .

- Enjuagar perfectamente el vaso con agua destilada. Ayudarse con un "policía" para restregar las paredes del vaso.

- Lavar el filtro por medio de pequeños chorros de agua destilada, dejando escurrir bien entre dos lavados. Proceder con movimientos circulares, del exterior al interior.

- Continuar así hasta llegar a un volumen cerca de los 100 ml.

- Aforar a 100 ml en forma muy precisa con agua destilada.

- Tapar y homogeneizar cuidadosamente por volteadas sucesivas.

#### **NOTA**

En el caso de que dispongamos del material adecuado, podemos utilizar balones aforados de 200 o 500 ml, para recoger la solución que filtra y así evitar después una dilución.

- Las soluciones de extracción pueden conservarse en la refrigeradora algunos días sin mayor problema. (una semana)

#### **2). DILUCION.**

Diluir la solución de extracción de manera que la lectura se sitúe dentro de la gama, a decir, entre 0,2 y 1,2 ppm de fósforo.

Generalmente una dilución de uno en cuatro será satisfactoria.

Debemos tratar de trabajar en series de muestras que provienen de un lugar similar, así podemos pensar que estarán dentro de un mismo rango. Una vez que la extracción está terminada, (filtración y aforada), tomar una muestra de la serie para probar la dilución standard 1/4, y seguir el procedimiento de desarrollo del color.

Probar si visualmente la coloración obtenida se sitúe dentro de la gama. Si es así, diluir de la misma manera toda la serie. En el caso contrario, adoptar una nueva dilución que se ajuste al rango.

**Caso de la dilución generalmente utilizada, 1/4.**

- Tomar, en forma muy precisa, 25 ml de la solución por medio de una pipeta volumétrica de 25 ml y pasarles a un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar muy precisamente con agua destilada. Anotar el número de la muestra en el balón así como la dilución.

**3) LECTURA.**

- Verter un poco de la solución diluida en un vaso de plástico de 50 ml, enjuagar bien y botar. Después, verter de nuevo alrededor de 20 ml de la solución en este vaso. Eso para poder utilizar una pipeta automática que no pasa por el cuello de los balones de 100 ml.

- Tomar 10 ml de la solución diluida por medio de la pipeta automática perfectamente arreglada a 10 e introducir en un tubo de ensayo que lleva la numeración de la muestra y la dilución.

- Adicionar 4 ml de ácido ascórbico a 1 % por medio de la pipeta automática de 5 ml arreglada a 4 ml y 2 ml de solución sulfo-molibdica con el distribuidor automático.

- Agitar cada tubo alrededor de 5 segundos sobre el agitador.

- Colocar en un baño de María 15 mn a 70°C a fin de desarrollar la coloración (azul). La coloración se queda estable durante 2 o 3 horas.

Prender el baño de María una hora antes de esta operación, a fin de llegar a la temperatura deseada una vez que las muestras estén listas para pasarlas.

- Dejar enfriar en un baño de agua fría por un tiempo de 5 mn.

- Preparar de manera idéntica a la gama patrón. Operar de manera muy precisa para la toma de los diferentes volúmenes. Una gama mal hecha dará como resultado una serie completamente dañada.

- Pasar las muestras a los tubos de colorimetría, verificando la perfecta limpieza de estos tubos.

- Efectuar la lectura en un colorímetro a 660 nm de la siguiente manera;

(El colorímetro debe estar prendido por lo menos una hora antes la lectura para que esté bien caliente)

- Arreglar el cero por medio del botón adecuado.

- Pasar la solución "blanco" y ajustar el ciento por ciento de transmisión por medio de ajustes del botón indicador del 100% de transmitancia.

- Pasar los puntos de la gama, del más bajo al más alto, anotando la lectura obtenida por cada punto.

- Pasar de nuevo el "blanco", si la lectura ha cambiado, ajustarlo y pasar de nuevo la gama.

- Pasar ahora las muestras y anotar las lecturas obtenidas.

- Llegado al medio de la serie, pasar de nuevo el punto 0,8 ppm de la gama a fin de verificar la buena calibración del colorímetro.

### **PREPARACION DE LA GAMA PATRON**

El material utilizado para la preparación de la gama debe estar exento de toda contaminación. Jamás lavarlo con detergente, siempre utilizar una solución sulfo-crómica, después enjuagar abundantemente con agua destilada. (además, en el caso de las buretas, enjuagar dos veces con la solución a medir antes de la utilización)

- Proceder a la preparación de una "solución madre" de 1000 ppm de fósforo, a partir del fosfato de potasio monobásico pasado a la estufa 24 horas a 60°C y luego conservado en desecador.

- pesar 4,3903 g, pasarles a un balón aforado de 1000 ml, disolver y aforar muy cuidadosamente con agua destilada.

- A partir de esta "solución madre", preparar por diluciones sucesivas, (por medio de unas buretas de 10 ml), las soluciones siguientes;

- 100 ppm, 10 ppm y 1 ppm.

- Verter 10 ml de la "solución madre" en un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

- Solución a 100 ppm**

- Verter 10 ml de la solución de 100 ppm en un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

- Solución a 10 ppm.**

- Verter 10 ml de la solución a 10 ppm en un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

- Solución a 1 ppm.**

- Después, con las soluciones a 10 y 1 ppm, preparar la gama siguiente;

- 0,1-0,2-0,4-0,6-0,8-1-1,2 ppm.**

(utilizar una bureta de 10 ml para la medida de los volúmenes a verter).

**0,1 ppm,** verter 10 ml de la solución de 1 ppm.

**0,2 ppm,** verter 10 ml de la solución de 1 ppm.

**0,4 ppm,** verter 4 ml de la solución de 10 ppm.

**0,6 ppm,** verter 6 ml de la solución de 10 ppm.

**0,8 ppm,** verter 8 ml de la solución de 10 ppm.

**1,0 ppm,** verter 10 ml de la solución de 10 ml.

**1,2 ppm,** verter 12 ml de la solución de 10 ppm.

- Completar todos los balones con agua destilada y aforarles muy precisamente a 100 ml.
- Indicar sobre cada balón la concentración en fósforo de manera bien clara.

**De la precisión de la gama, depende la calidad del análisis, entonces, tomar todas las precauciones posibles para su preparación.**

## **CONTROLES**

**Para cada serie:**

- Un "blanco" que lleve todos los reactivos utilizados. El que va a servir para calibrar el cero del colorímetro.
- Un testigo constituido por una sal de fósforo de concentración conocida. (conservado en desecador)
- Una muestra preparada por duplicado.

## **CALCULOS**

- Trazar una curva a partir de las lecturas obtenidas en el colorímetro para cada punto de la gama.
- Reportar sobre esta curva la lectura obtenida por la muestra en el colorímetro.
- Leer los resultados obtenidos en ppm.

**Así:**

$$\frac{\text{ppm leídos} \times \text{dilución} \times 100}{\text{peso de la muestra}} = \text{ppm de fósforo por 100 g de muestra.}$$

**Entonces:**

$$\frac{\text{ppm por 100 g}}{10000} = \frac{\% \text{ de fósforo total de muestra seca al aire}}{10000}$$

Los resultados están generalmente expresados en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, multiplicar así el resultado obtenido en fósforo total por el factor de **2.291**.

## **FOSFORO ASIMILABLE**

**Método OLSEN**

### **OBJETIVO**

Tener una idea del fósforo disponible para las plantas en un suelo.

### **PRINCIPIO ANALITICO**

Extracción del fósforo por una solución alcalina (bicarbonato de sodio N/2 de pH 8.5). Dosificación después por colorimetría a 660 nm con el reactivo sulfo-molibdico.

## **MATERIAL**

- Balanza de precisión, (1 mg).
- Colorímetro equipado con un filtro de 660 nm.
- Agitador oscilante.
- Erlenmeyer de 125 ml.
- balones aforados de 100 ml
- Embudos vástago largo de 8 a 9 cm de diámetro.
- Pipetas automáticas de 5 y 10 ml.
- distribuidor automático de 10 ml.
- Probeta de 100 ml.
- Tubos para colorimetría.

## **REACTIVOS**

- **Solución de bicarbonato de sodio ( $\text{CO}_3\text{H Na}$ ) 0.5N de un pH de 8.5**  
*Para 5 litros de solución*
  - Pesar 210 g de bicarbonato de sodio PA sobre una balanza de precisión.
  - Pasarles a una damajuana, agregar 5 litros de agua destilada y ajustar a un pH de 8,5 con una solución de sosa concentrada.
- **Solución sulfo-molibdica.**
  - Pesar en la balanza de precisión 25 g de molibdato de amonio PA, pasar a un balón aforado de un litro y completar con una solución de ácido sulfúrico 10 N. (conservar en un distribuidor automático de 5 ml, equipado de un frasco oscuro y mantenerlo en la oscuridad).
- **Solución de ácido ascórbico al 1 % en agua.**
  - Pesar por medio de una balanza de precisión, 1 g de ácido ascórbico PA y pasar a un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar con agua destilada.  
Preparar esta solución inmediatamente antes del uso, porque no se conserva mucho tiempo. Además, el color no debe ser amarillo, en este caso la coloración que se desarrollará posteriormente no será la normal, lo que puede influir sobre los resultados.

- Dilución al 1/100

- por medio de una pipeta automática, pipetear 1 ml de la solución extraída y pasarlo a un balón aforado de 100 ml. Aforar muy precisamente con agua destilada.

- Tapar y homogeneizar muy cuidadosamente.

Dilucion al 1/50

- Por medio de una pipeta automática, pipetear 1 ml de la solución extraída y pasarlo a un balón aforado de 50 ml. Aforar muy precisamente con agua destilada. Se puede también medir 2 ml y llevarlos a 100 ml:

Tapar y homogeneizar muy cuidadosamente.

Nos parece preferible utilizar balones de 100 para las diluciones de 1/100 y balones de 50 para las de 1/50. Así podemos evitar eventuales equivocaciones después con las diluciones.

### 3 - LECTURA

- Verter un poco de la solución diluida en un vaso de plástico de 50 ml, enjuagar bien y botar. Después, verter de nuevo alrededor de 20 ml de la solución en este vaso. Eso para poder utilizar una pipeta automática que no pasa por el cuello de los balones de 100 ml. Pero en el caso de que disponemos del material adecuado, tomar directamente desde el balón.

- Tomar 10 ml de la solución diluida por medio de la pipeta automática perfectamente arreglada a 10 e introducir en un tubo de ensayo que lleva la numeración de la muestra y la dilución.

- Adicionar 4 ml de ácido ascórbico a 1 % por medio de la pipeta automática de 5 ml arreglada a 4 ml y 2 ml de solución sulfo-molíbdica con el distribuidor automático.

- Agitar cada tubo alrededor de 5 segundos sobre el agitador.

- Colocar en un baño de María 15 mn a 70°C a fin de desarrollar la coloración (azul). La coloración se queda estable durante 2 o 3 horas.

Prender el baño de María una hora antes de esta operación, a fin de llegar a la temperatura deseada una vez que las muestras esten listas para pasarlas.

- Dejar enfriar en un baño de agua fría por un tiempo de 5 mn.

- Preparar de manera idéntica a la gama patrón. Operar de manera muy precisa para la tomada de los diferentes volúmenes. Una gama mal hecha dará como resultado una serie completamente dañada.

- Pasar las muestras a los tubos de colorimetría, verificando la perfecta limpieza de estos tubos.

- Efectuar la lectura en un colorímetro a 660 nm de la siguiente manera;

(El colorímetro debe estar prendido una hora antes la lectura para que esté bien caliente)

- Arreglar el cero por medio del botón adecuado.
- Pasar la solución "blanco" y ajustar el ciento por ciento de transmisión por medio de ajustes del botón indicador del 100% de transmitancia.
- Pasar los puntos de la gama, del más bajo al más alto, anotando la lectura obtenida por cada punto.
- Pasar de nuevo el "blanco", si la lectura ha cambiado, ajustarlo y pasar de nuevo la gama.
- Pasar ahora las muestras y anotar las lecturas obtenidas.
- Llegado al medio de la serie, pasar de nuevo el punto 0,8 ppm de la gama a fin de verificar la buena calibración del colorímetro.

#### **PREPARACION DE LA GAMA PATRON**

El material utilizado para la confección de la gama debe estar exento de toda contaminación. Jamás lavarlo con detergente, siempre utilizar una solución sulfo-crómica, después enjuagar abundantemente con agua destilada. (además, en el caso de las buretas, enjuagar dos veces con la solución a medir antes de la utilización)

- Proceder a la preparación de una "solución madre" de 1000 ppm de fósforo, a partir del fosfato de potasio monobásico pasado a la estufa 24 horas a 60°C y luego conservado en desecador.
  - pesar 4,3903g en la balanza analítica, pasarles a un balón aforado de 1000 ml, disolver y aforar muy cuidadosamente con agua destilada.
- A partir de esta "solución madre", preparar por diluciones sucesivas, (por medio de unas buretas de 10 ml), las soluciones siguientes;
  - 100 ppm, 10 ppm y 1 ppm.
- Verter 10 ml de la "solución madre" en un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar muy precisamente con agua destilada.
  - Solución a 100 ppm**
- Verter 10 ml de la solución de 100 ppm en un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar muy precisamente con agua destilada.
  - Solución a 10 ppm.**
- Verter 10 ml de la solución a 10 ppm en un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar muy precisamente con agua destilada.
  - Solución a 1 ppm.**
- Después, con las soluciones a 10 y 1 ppm, preparar la gama siguiente;
  - 0,1-0,2-0,4-0,6-0,8-1-1,2 ppm.**
 (utilizar una bureta de 10 ml para la medida de los volúmenes a verter).

- 0,1ppm, verter 10 ml de la solución de 1 ppm.
- 0,2ppm, verter 10 ml de la solución de 1 ppm.
- 0,4ppm, verter 4 ml de la solución de 10 ppm.
- 0,6ppm, verter 6 ml de la solución de 10 ppm.
- 0,8ppm, verter 8 ml de la solución de 10 ppm.
- 1,0ppm, verter 10 ml de la solución de 10 ppm.
- 1,2ppm, verter 12 ml de la solución de 10 ppm.

- Completar todos los balones con agua destilada, agregar alrededor de 1 ml de la solución extractante (a fin de estar más o menos en el mismo medio que para las muestras), y aforarles muy precisamente a 100 ml.

- Indicar sobre cada balón la concentración en fósforo de manera bien clara.

**De la precisión de la gama, depende la calidad del análisis, entonces, tomar todas las precauciones posibles para su preparación.**

## **CONTROLES**

**Para cada serie:**

- Una muestra testigo de valor conocida.
- Una muestra preparada por duplicado.
- Un "blanco" que lleve todos los reactivos utilizados. El que va a servir para calibrar el cero del colorímetro.

## **CALCULOS**

- Trazar una curva a partir de las lecturas obtenidas en el colorímetro para cada punto de la gama.
- Reportar sobre esta curva las lecturas obtenidas por las muestras en el colorímetro.
- Leer los resultados obtenidos en ppm.

**Así:**

$$\frac{\text{ppm leídos} \times \text{dilución} \times 100}{\text{peso de la muestra}} = \text{ppm de fósforo por 100 g de muestra.}$$

**Entonces:**

$$\frac{\text{ppm por 100 g}}{10000} = \% \text{ de fósforo asimilable de muestra seca al aire}$$

Los resultados están generalmente expresados en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> asimilable, para esto multiplicar el resultado obtenido en fósforo asimilable por el factor de **2.291**.

#### **NOTAS.**

El término "fósforo asimilable" es algo muy delicado de utilizar. En efecto la palabra asimilable puede ser muy discutible. Además, para saber cuál es la parte realmente asimilable del fósforo en un suelo, solamente los ensayos con plantas pueden ser apropiados.

Existen muchos métodos para extraer esta fracción. Por eso nos parece preferible, en el caso de muestras para investigaciones, discutir con los usuarios para determinar el método lo más adecuado.

En el caso que trabajemos con alofanicos o andosoles, tal vez es preferible utilizar el método "Olsen modificado Dabin", (extracción con bicarbonato de sodio más fluoruro de sodio) lo que permite obtener también el fósforo agregado al aluminio.

## **CATIONES DE CAMBIO**

Ca, Mg, K, Na

Extracción con acetato de amonio a pH 7

### **OBJETIVO**

Permite determinar el grado de formación de las arcillas y su naturaleza, el desarrollo de un perfil y las pérdidas por lavado. Permite también obtener el porcentaje de saturación en relación con la capacidad total de intercambio.

### **PRINCIPIO ANALITICO**

Desplazamiento de los cationes de cambio del complejo de adsorción por el amonio de una solución salina a pH neutro (acetato de amonio uno normal). Determinación efectuada por espectrofotometría de absorción atómica.

## **MATERIAL**

- Espectrofotómetro de absorción atómica, equipado con un mechero aire/acetileno.
  - Balanza de precisión, 1mg.
  - Agitadores (varillas de 10 cm de longitud y 0,5 cm de diámetro).
  - Vasos de 100 ml.
  - Embudos, vástago largo de 8 a 10 cm de diámetro.
  - Balones aforados de 100 ml.
  - Vasos de 50 ml de plástico.
  - Distribuidor automático de 5 ml.
  - Pipetas automáticas de 5ml.
  - Pipetas de precisión de 1 ml.
  - Buretas de precisión de 10 y 50 ml.\*
  - Balones aforados de diferentes volúmenes.\*
- \*Para la preparación de la gama patrón;

## **REACTIVOS**

- **Solución de acetato de amonio N a pH 7;**

*Para 10 litros de solución*

- Pesar 770,8 g de acetato de amonio PA, disolver y ajustar a 10 litros con agua destilada.
- Ajustar a pH 7 con ácido acético o con amoniaco.

En el caso que no se disponga de acetato de amonio, operar a partir de ácido acético y de amonio como sigue;

*para 10 litros de solución;*

- 575 ml de ácido acético cristalizante, d = 1,05
- 910 ml de amonio, d = 0,92
- completar a 10 litros con agua destilada.
- ajustar a pH 7.

**Es recomendable no conservar la solución extractora más de 15 días**

- **Solución de óxido de lantano a 1%**

- disolver 11,728g de óxido de lantano en 50 ml de ácido clorhídrico concentrado y completar a 1 litro con agua destilada.

- **Soluciones estándares de 1000 ppm.**

- Ca, K, Mg, Na, para espectrofotometría.

- **Filtros hechos con hojas de papel filtro**

## MODO DE OPERACION.

### 1)-EXTRACCION

**Partir de una muestra de suelo tamizada a 0,5 mm, perfectamente homogeneizada.**

- Pesar 5 g de suelo lo más precisamente posible en la balanza de precisión (a 1 mg), con varias tomas. (nunca pesar los 5 g de una sola tomada) La pesada se efectuará directamente en un vaso de 100 ml. (inscribir de manera indeleble el número de la muestra sobre este vaso)
- Agregar 50 ml de la solución extractora (acetato de amonio).
- Mezclar bien con una varilla de vidrio.
- Dejar en contacto durante 18 horas.  
Lo ideal es poner en contacto a las 14 horas y agitar 2 o 3 veces la solución antes de dejar el laboratorio (15h30).
- Instalar el embudo con su filtro arriba de un balón aforado de 100 ml, marcando el número de la muestra.
- Después de las 18 horas de contacto, verter la solución sobrenadante sobre el filtro sin hacer pasar el suelo. Para evitar que salpique, ayudarse con la varilla de vidrio.
- Agregar en el vaso alrededor de 20 ml de solución extractora, agitar con la varilla de vidrio y dejar en contacto una hora.
- Filtrar, depositando el suelo sobre el filtro.
- Enjuagar bien el vaso que ha servido para la extracción, por medio de una piseta que contenga la solución de extracción, manteniendolo encima del filtro.
- Dejar escurrir completamente el suelo y lavar el filtro por medio de pequeños chorros de ~~agua~~ <sup>acetato.</sup> con la piseta, dejando escurrir bien entre dos lavados. (proceder con movimientos circulares, del exterior al interior, reuniendo el suelo en la parte baja del filtro)
- Continuar así hasta llegar a un volumen ligeramente inferior a 100 ml (alrededor de 2 a 3 mm bajo la línea de aforo)
- Sacar el balón y aforarlo muy precisamente con la solución extractora (o agua destilada) por medio de una "mini piseta".
- Tapar el balón y homogeneizar cuidadosamente por volteadas sucesivas.

### ATENCION

Cuidar de no poner los dedos en contacto con la solución extractora o con las tapas utilizadas para el

cierre de los balones. (contaminación por el sodio).

## **2)-DOSIFICACION**

### **2a-DILUCION**

A partir de la solución precedente, efectuar una dilución a 100 como sigue;

- Poner delante de cada balón de 100 ml un vaso de plástico de 50 ml con el número de la muestra. (en el caso de que se trabaje con muestras para investigación, no proceder a estas operaciones porque la medida del volumen a tomar se hace por medio de una pipeta volumétrica de 1 ml, eso con el fin de tener una mayor precisión)
- Enjuagar este vaso con un poco de la solución contenida dentro del balón.
- Verter después alrededor de 20 ml de esta solución en el vaso.
- Con la ayuda de la pipeta automática de 5 ml, previamente regulada a 1 ml, tomar 1 ml de la solución y pasarla a un balón aforado de 100 ml numerado, conteniendo 5ml de la solución de óxido de lantano a 1%. (introducir esta solución con la ayuda de un distribuidor automático arreglado a 5 ml).
- Completar con agua destilada y aforar muy precisamente a 100 ml.
- Tapar el balón y homogeneizar cuidadosamente por volteadas sucesivas.

### **2b-PREPARACION DEL ESPECTROFOTOMETRO.**

Al llegar al laboratorio en la mañana, conectar el espectrofotómetro y poner las lámparas en contacto, (ver la tabla adjunta sobre corriente). No pasar bruscamente a la intensidad máxima, esperar alrededor de 5 segundos entre cada aumento de corriente. Una lectura de buena calidad demanda, por lo menos, 4 horas de estabilización para la parte electrónica y alrededor de 20 mn para las lámparas.

### **1ba-ENCENDIDO**

**Operaciones a efectuar en el siguiente orden;**

- Llevar la longitud de onda del aparato sobre la correspondiente del elemento que se va a leer. (revisar la tabla para el elemento indicado).
- Ajustar el ancho de la banda.

- Desmontar cuidadosamente el mechero, llenar la trampa con agua destilada y montar nuevamente el mechero.
- poner un vaso plástico con agua destilada (fresca) bajo el tubo de aspiración del mechero.
- Verificar la buena ubicación del mechero de acuerdo a la luz emitida por la lámpara.
- Pasar sobre "simple haz" y buscar la señal máxima, manipulando los tornillos de reglaje de la lámpara y pasar de nuevo sobre "doble haz".
- Pasar sobre la posición "concentración".
- Conectar el compresor de aire.
- Verificar que esté cerrado el manómetro de la botella de acetileno.
- Abrir la llave de la botella de acetileno una media vuelta solamente
- Abrir el manómetro del acetileno y llevarlo a una presión alrededor de 1 Kg. (cuidado de no pasar esta presión)
- Cuando la señal luminosa del aparato indica "READY" encender la llama.

#### **2ba-CALIBRACION**

Efectuar la calibración del aparato por medio de la gama de patrones. (esta debe sacarse de la refrigeradora una hora antes de la lectura, de manera que esté a la temperatura ambiente para su utilización).

- Dejar la llama en funcionamiento durante 3 o 4 minutos antes de la calibración.
- Regular las presiones del aire y del acetileno (entre 56 y 58 para el aire, 9 para el acetileno). En ciertos casos, es necesario disminuir la presión del aire y aumentar la del acetileno, a fin de facilitar el encendido de la llama, llevar después a las presiones arriba indicadas.
- Fijar el cero del aparato con agua destilada.  
Las pruebas efectuadas nos mostraron que para esta determinación no es necesario utilizar la solución extractora para fijar el cero.
- Escoger 3 puntos del medio de la gama de patrones y entrarlos sucesivamente del más bajo al más alto, recalibrando el cero entre cada punto.

**El espectrofotómetro está listo**

## 2 c - LECTURA

- Introducir el tubo de aspiración dentro del balón que contiene la muestra a dosificar, esperar la estabilización de la lectura (alrededor de 7 segundos) y anotar la lectura obtenida.
- El resultado leído debe situarse dentro de los dos primeros tercios de la curva de estandarización. En el caso contrario, cambiar de gama de patrones a fin de "encuadrar" la muestra, o bien cambiar la dilución de la muestra.

### **Ejemplo**

Aparato calibrado con la ayuda de los tres puntos siguientes;

1ppm, 2ppm, 5ppm.

La lectura de la muestra debe estar comprendida entre 1 y 3,5 ppm máximo, si deseamos una lectura precisa.

- Si la lectura obtenida está superior, diluir de nuevo la muestra.
- Si la lectura está inferior, estandarizar con puntos de gama inferiores.

## PREPARACION DE LA GAMA PATRON

El material utilizado para la preparación de la gama debe estar exento de toda contaminación. Jamás lavarlo con detergente, siempre utilizar una solución sulfo-crómica, después enjuagar abundantemente con agua destilada. (además, en el caso de las buretas, antes de la utilización, enjuagar dos veces con la solución a medir ).

Utilizar las soluciones estandares (stock) a 1000 ppm de Ca, Mg, K, Na, para espectrofotometría.

A partir de estas soluciones arriba indicadas, preparar sucesivamente soluciones a 500, 100, 10 y 1 ppm como sigue para cada elemento;

### **Solución a 500 ppm;**

Poner 50 ml de la solución "stock", por medio de una bureta de 50 ml, en un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

### **Solución a 100 ppm**

Poner 20 ml de la solución de 500 ppm en un balón aforado de 100 ml por medio de una bureta de 25 ml. Completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

### **Solución a 10 ppm**

Poner 10 ml de la solución de 100 ppm en un balón aforado de 100 ml por medio de una bureta de 10 ml, Completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

### **Solución a 1 ppm**

Poner 10 ml de la solución de 10 ppm en un balón aforado de 100 ml por medio de una bureta de 10 ml, completar y aforar muy precisamante con agua destilada.

#### GAMA PATRON "COMPLEJA" A CONFECCIONAR

	1	2	3	4	5	6	7
Ca	0,1	0,2	0,6	1,0	2,0	3,0	5,0 ppm
Mg	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0 ppm
K	0,06	0,1	0,2	0,5	1,0	1,2	1,5 ppm
Na	0,04	0,08	0,1	0,2	0,4	0,8	1,0 ppm

#### PROCEDIMIENTO

Para una mejor comprensión, las soluciones de 10 y de 1 ppm serán en adelante designadas así;

Solución A para 10 ppm.

Solución B para 1 ppm.

(en el caso del calcio, tendremos una solución C, correspondiente a 100 ppm).

- Tomar 7 balones aforados de 100 ml, perfectamente limpios.
- Inscribir CC (cationes de cambio) sobre cada balón y numerarles de 1 a 7 de manera bien clara a fin de evitar los errores.
- Preparar 2 buretas de 10 ml, conteniendo, una, la solución A, y otra, la solución B del elemento a verter. (una tercera con la solución C para el calcio).

#### Volúmenes a verter;

	Ca	Mg	K	Na
1	sol B = 10 ml	sol B = 05 ml	sol B = 06 ml	sol B = 04 ml
2	sol B = 20 ml	sol B = 10 ml	sol B = 10 ml	sol B = 08 ml
3	sol A = 06 ml	sol B = 20 ml	sol B = 20 ml	sol B = 10 ml
4	sol A = 10 ml	sol A = 04 ml	sol A = 05 ml	sol B = 20 ml
5	sol A = 20 ml	sol A = 06 ml	sol A = 10 ml	sol A = 04 ml
6	sol C = 03 ml	sol A = 08 ml	sol A = 12 ml	sol A = 08 ml
7	sol C = 05 ml	sol A = 10 ml	sol A = 15 ml	sol A = 10 ml

- Agregar en cada balón 1 ml de solución de acetato de amonio normal a pH 7 (a fin de estar en el mismo medio que las muestras a dosificar), y 5 ml de la solución de óxido de lantano a 1%, aforar a 100 ml de manera muy precisa y homogeneizar perfectamente.

**La gama patrón siempre debe estar conservada en la refrigeradora.**

**Límites de lectura del espectrofotómetro:**

- Ca, de 0,01 a 5 ppm.
- Mg, de 0,003 a 1 ppm.
- K, de 0,03 a 2 ppm.
- Na, de 0,003 a 1,5 ppm.

**CONTROLES**

**Para cada serie:**

- Una muestra preparada por duplicado.
- Un testigo constituido por una muestra de valor conocido.

**CALCULOS**

Los resultados están expresados en miliequivalentes por 100 g de suelo seco al aire.

**Para 5 g de suelo en 100 ml de solución extractora.**

Multiplicar los resultados obtenidos en la lectura por los siguientes factores;

**1- Dilución de uno en cien: (1/100)**

Ca;	10,0.
Mg;	16,4.
K;	5,1
Na;	8,5

**2- Dilución de dos en cien: (1/50)**

Ca;	5,0
Mg;	8,2
K;	2,55
Na;	4,25.

## **NOTA**

En el caso de que nos encontremos en presencia de un suelo calcáreo, la lectura obtenida para el calcio no tiene mayor significación, porque, además del calcio de cambio, se determina también una cierta cantidad de calcio correspondiente a los carbonatos disueltos por la solución de extracción. Además, la relación entre la capacidad de intercambio y el total de los cationes tampoco tiene significación.

Generalmente, se puede considerar la diferencia entre la capacidad de intercambio y la suma del K, Na, y Mg como una aproximación del valor del calcio.

Los tres métodos abajo indicados permiten más o menos obtener un valor aproximado del calcio.

### **1- Extracción a un pH de 8,2.**

Este método utiliza una solución de acetato de amonio con un pH cercano al de un suelo calcáreo, la disolución de los carbonatos se restringe considerablemente. (en teoría)

### **2- Doble extracción.**

Con dos extracciones consecutivas con acetato de amonio pH 7, extraemos en la primera el calcio de cambio más el calcio de los carbonatos disueltos y en la segunda, únicamente (por lo menos, teóricamente) el calcio de los carbonatos disueltos.

La diferencia entre los dos resultados puede ser considerada como un valor cercano al contenido real de la muestra en calcio de cambio.

### **3- Extracción con acetato de amonio en medio alcohólico.**

Se puede pensar que los carbonatos no son solubles en el alcohol, o por lo menos de manera muy débil, pero los resultados obtenidos con los primeros ensayos no parecen muy satisfactorios.

## **CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICA**

Extracción con acetato de amonio normal a pH 7

### **OBJETIVO**

Definir la cantidad de cationes susceptibles de estar fijados por el suelo, y permitir obtener información sobre el tipo de arcilla. Obtener el porcentaje de saturación en relación con los cationes de cambio.

Ver al fin del capítulo la capacidad de cambio de las principales arcillas.

### **PRINCIPIO ANALITICO**

Saturación del suelo por una solución de acetato de amonio normal a pH 7. Eliminación del exceso de acetato con el metanol, destilación en medio alcalino del amonio fijado por el suelo y titulación de la solución recogida por medio de ácido sulfúrico N/10.

## **MATERIAL**

- Balanza de precisión, (1/10 de mg)
- Vasos de 100 ml.
- Agitadores (varillas de 10 a 15 cm de longitud y 0,5 cm de diámetro).
- Rampa de filtración, equipada con embudos Buchner de 8-9 cm de diámetro y conectada a una bomba de vacío. (20 puestos)
- Kitasato de 500 ml.
- Destilador tipo Kjeldahl. (24 reverberos).
- Probetas de 50 y 25 ml.
- Matraces de 800 ml.
- Erlenmeyers de 500 ml.
- Erlenmeyers de 100 ml.
- Bureta de 50 ml.
- Distribuidor automático de 30 ml.

## **REACTIVOS**

- **Solución de acetato de amonio normal a pH 7.**  
Ver, para la preparación de esta solución, el párrafo "reactivos" tratado en el capítulo de los cationes de cambio.
- **Metanol PA**
- **Oxido de magnesio técnico**  
Calcinado una hora a la mufla a 800 o 900°C y conservar lo después en un desecador.
- **Solución de ácido bórico al 2% en agua destilada.**  
*Para dos litros;*
  - Pesar 40 g de ácido bórico PA. introducirlos en un balón aforado de 2 litros y aforar con agua destilada.
- **Solución de ácido sulfúrico N/10 normalizada**  
A partir de una solución normal, verter en un balón aforado 100 ml de esta solución por medio de una bureta, dejar enfriar y aforar muy precisamente con agua destilada.
- **Indicador "Rojo de Tashiro"**  
Para su preparación, reportarse al capítulo que trata del nitrógeno total.

## **MODO DE OPERACION**

### **1)- EXTRACCION.**

**Partir de una muestra de suelo tamizado a 0.5 mm, perfectamente homogeneizada.**

- Pesar 5 g de suelo lo más precisamente posible en la balanza de precisión, (a 1 mg), con varias alícuotas. **(nunca pesar los 5g de una sola tomada**

La pesada se efectuará directamente en un vaso de 100 ml. Inscribir de manera bien clara el número de la muestra sobre el vaso.

- Agregar 50 ml de solución de acetato de amonio normal a pH 7 por medio de una probeta. Verificar el pH de la solución antes de utilizarla.

- Agitar la mezcla con ayuda de una varilla de vidrio (10 segundos).

- Dejar en contacto durante 18 horas.

Como para los cationes de cambio, lo ideal será de dejar en contacto a las 14 horas y agitar 2 o 3 veces la solución antes de salir del laboratorio.

- Instalar los embudos Buchner sobre los kitsatos de 500 ml.

Instalar en cada embudo dos filtros de tamaño adecuado, estos filtros deben cubrir completamente el fondo, a fin de evitar las pérdidas de muestra. Los filtros están "pegados" con la ayuda de un chorro de agua.

- Pasar la solución sobrenadante sobre el filtro. (bomba en funcionamiento)

- Agregar de nuevo 20 ml de la solución extractante en el vaso conteniendo la muestra.

Agitar con la varilla de vidrio y dejar en contacto 1 hora, agitando 2 o 3 veces la solución en este tiempo.

- Filtrar, haciendo pasar el máximo de suelo sobre el filtro. (bomba en funcionamiento).

- Enjuagar el vaso que sirvió para la extracción con pequeñas fracciones de acetato de amonio, (3 veces 10 ml), pasando cada vez sobre el filtro. Entre cada lavado, dejar en contacto un momento antes de accionar la bomba. Cuidado de no dejar suelo en el vaso.

- Enjuagar el filtro con metanol, 4 veces 10 ml, (eliminación del exceso de acetato de amonio), accionando la bomba únicamente para los tres primeros enjuagues. Dejar que el suelo se escurra naturalmente con el último lavado.

- Preparar los matraces de 800 ml, y numerarlos.

- Instalar un embudo de diámetro grande sobre el matraz.

- Mantener arriba del embudo el Buchner que contiene la muestra y por medio de una espátula, ayudándose de una piseta con agua destilada, hacer pasar el suelo y los filtros en el matraz. Cuidar de

que el Buchner quede bien enjuagado.

- Agregar una medida de óxido de magnesio (alrededor de 5 gramos) algunas gotas de fenolftaleína y enjuagar el cuello con un chorro de piseta.
- Llevar el volumen alrededor de 450 ml con agua destilada, enjuagando bien el cuello del matraz. Debemos obtener una coloración rosada. En el caso contrario, reagregar una medida de óxido de magnesio.

## 2)- DESTILACION.

- Instalar, bajo el tubo de salida del refrigerante, un erlenmeyer de 500 ml con el número de la muestra correspondiente, conteniendo 25 ml de ácido bórico al 2%, (medidos, por medio de un distribuidor automático) y 5 o 6 gotas de "Rojo de Tashiro". Ver que el tubo de salida del destilador esté completamente sumergido a fin de evitar las pérdidas por volatilización. Si es necesario, agregar agua destilada.
- Conectar el matraz al aparato de destilación.
- Destilar de 280 a 300 ml. Verificar el fin de la destilación con ayuda de un papel indicador de pH (a la salida del tubo de destilación).  
El pH debe estar neutro a ligeramente ácido, esto indica el fin de la destilación del amonio. (antes de medir el pH, enjuagar el tubo de salida con un pequeño chorro de piseta)
- Una vez llegado al volumen necesario o con un pH satisfactorio, apagar el calentador y bajar el erlenmeyer dejando pasar las últimas gotas del destilado.
- Enjuagar bien el tubo de salida con un chorro de piseta antes de sacar el erlenmeyer.
- Poner en el lugar del erlenmeyer retirado, un pequeño recipiente, (erlenmeyer de 100 ml) lleno de agua destilada para el lavado del destilador.

## 3)- TITULACION.

- Con la ayuda de una bureta de 25 o 50 ml, titular la solución recogida con la solución de ácido sulfúrico N/10. El viraje de color se hace del verde al rojo.
- Anotar el volumen gastado en el cuaderno.

### CONTROLES.

Para cada serie;

- Un "blanco" que lleve todos los reactivos utilizados.
- Un testigo constituido por una muestra de concentración conocida.
- Una muestra preparada por duplicado.

### CALCULOS.

Para un peso inicial de 5 g de muestra, 1 ml de ácido sulfúrico N/10 corresponde a 2 meq de capacidad de intercambio por 100 g de suelo seco al aire.

Entonces;

$$\text{ml de H}_2\text{SO}_4 \text{ consumido} \times 2 = \underline{\text{meq de capacidad /100 g de suelo seco.}}$$

### NOTAS.

Nos parece que para suelos con alta capacidad de intercambio, este método no está perfectamente adaptado, (dejando entrever un fenómeno de "saturación").

Sin embargo, por la falta de material adecuado, (centrífuga), no es posible actualmente, desarrollar otro método.

Para los suelos alofánicos, es preferible trabajar sobre muestras frescas. En este caso partir de un peso de suelo más importante (8 o 9 gramos). Proceder, paralelamente al análisis, a la determinación de la humedad y corregir en consecuencia los resultados obtenidos.

## ALGUNAS CAPACIDADES DE CAMBIO

Los valores de capacidad estan expresados en miliequivalente por 100 g del material considerado.

- Materia orgánica (humus),	150 - 250 meq.
- Caolinita, (1:1),	5 - 15 meq.
- Halosita, (1:1),	20 meq.
- Illita, (2:1),	10 - 50 meq.
- Vermiculita, (2:1),	100 - 150 meq.
- Montmorillonita, (2:1),	15 - 150 meq.
- Glauconita, (2:1),	5 - 40 meq..
- Clorita, (2:2),	10 - 40 meq.
- Amorfos:	
- Alofana,	alrededor de 100 meq.
- Oxido de Fe amorfo,	10 - 25 meq.
- Opalo,	11 - 34 meq.

## **DIAGNOSTICO FOLIAR**

**PERDIDAS AL FUEGO.  
NITROGENO, FOSFORO, CALCIO, MAGNESIO, POTASIO, SODIO.**

### **OBJETIVO**

La determinación en la planta de los elementos, arriba indicados, nos permite diagnosticar una carencia o una toxicidad y así, en relación con los análisis de suelo, recomendar una fertilización adecuada.

### **PRINCIPIOS ANALITICOS**

#### **NITROGENO TOTAL**

Mineralización ácida de la muestra, destilación en medio básico y titulación por volumetría. (acidimetría)

#### **PERDIDAS AL FUEGO.**

Destrucción de la materia orgánica en la mufla, y determinación por pesada de las pérdidas que consideramos como materia orgánica.

#### **ELEMENTOS MENORES**

Sobre las cenizas obtenidas con la calcinación a la mufla, disolución en medio ácido y dosificación por medio de un espectrofotómetro de absorción atómica para el Ca, Mg, K, Na, y colorimetría para el P.

## **PREPARACION DE LAS MUESTRAS**

- Cuando ingresan al laboratorio, las hojas son inmediatamente puestas a secar a la estufa a 60°C hasta desecación completa. (cuatro, cinco días o más, según la naturaleza de las muestras)
- Una vez seca, la muestra es molida en el molino de hojas. (con el tamiz número 60)  
No olvidar de limpiar bien el molino entre cada muestra. (con una brocha y aire a presión).
- Conservar la muestra así molida dentro de una bolsa de papel bien cerrada. En la eventualidad de que una muestra no haya estado completamente seca después de molida, ponerla de nuevo a la estufa durante 24 o 48 horas más hasta desecación completa.

## **1 - DETERMINACION DEL NITROGENO TOTAL**

### **MATERIAL**

- Balanza analítica. (1/10 de mg)
- Aparato de Kjeldahl (mineralización y destilación).
- Matraz de 800 ml.
- Erlenmeyer de 500 ml
- Bureta de precisión de 50 ml.
- Probeta de 100 ml.
- Distribuidor automático de 30 ml.
- Núcleos de ebullición (3 a 4 mm de diámetro), o piedra pómez.

### **REACTIVOS.**

- **Acido sulfúrico concentrado.**
- **Acido sulfúrico N/10 normalizado.**  
(desde ampolla de solución N)
- **Acido salicílico en polvo PA.**
- **Catalizador.**  
mezclar bien en un mortero de porcelana, y moler finamente los siguientes constituyentes;
  - 100 g de sulfato de potasio PA,
  - 20 g de sulfato de cobre PA,
  - 2 g de selenio en polvo PA.
- **Hidróxido de sodio 10N (40%).**  
Para la preparación de esta solución, reportarse al capítulo Nitrógeno total.
- **Hidróxido de sodio N/10 normalizado.**  
(desde ampolla de solución N)
- **Indicador "Rojo de Tashiro".**  
mezclar las dos soluciones siguientes;
  - una parte de rojo de methyl a 0,1% en el etanol,
  - tres partes de verde de bromocresol a 0,1% en el etanol.

## **MODO DE OPERACION**

- Pesar muy precisamente 0,4 g de muestra seca con una balanza analítica. (1/10 de mg) La pesada se efectuará en un cuadro de papel cigarillo o papel higiénico de aproximadamente 5 x 5 cm.
- Cerrar después el papel, hacer una bola e introducirlo dentro de un matraz de 800 ml (esto a fin de evitar que la muestra se adhiera a las paredes) La numeración de la muestra debe ser puesta de manera indeleble sobre el matraz.
- Agregar 4 o 5 núcleos de ebullición. La función de estos núcleos es de asegurar una mezcla de la muestra en el curso de la mineralización y así evitar puntos de sobrecalentamiento (así como en la destilación). A los núcleos, los podemos reemplazar con piedra pómez.
- Humedecer ligeramente la muestra con un chorro de agua destilada.
- Agregar 0,1 g de ácido salicílico en polvo con la ayuda de una medida.
- Agregar cuidadosamente 10 ml de ácido sulfúrico concentrado.
- Instalar el matraz sobre el aparato de mineralización y calentar muy suavemente durante 10 mn (posición sobre LOW). Dejar después en reposo durante una noche. Evitar de mover el matraz a fin de evitar una dispersión de la muestra sobre las paredes, lo que perjudica para la mineralización.
- Después de una noche de reposo, agregar 2 g del catalizador (por medio de una medida), y de nuevo 10 ml de ácido sulfúrico concentrado P.A.
- Poner en marcha el calentamiento, dejándolo en LOW hasta la decoloración de la solución, después pasar sobre la posición "3", por 30 minutos. No mover el matraz hasta que la solución no esté decolorada.

### **En ningún caso la muestra debe llegar a sequedad**

- Dejar enfriar durante la noche.
- Agregar dentro del matraz (cuidadosamente) alrededor de 450 a 500 ml de agua destilada y dejar enfriar 5 mn.
- Instalar, bajo el tubo de salida del refrigerante, un erlenmeyer de 500 ml con el número de la muestra correspondiente, conteniendo 30 ml de ácido sulfúrico N/10, (medidos muy precisamente por medio de una bureta) y 5 o 6 gotas de "Rojo de Tashiro". Ver que el tubo de salida del destilador esté completamente sumergido a fin de evitar las pérdidas por volatilización. Si es necesario, agregar agua destilada.  
En el caso de muestras de rutina se puede reemplazar la solución de ácido sulfúrico N/10 por una de ácido bórico a 2% en agua que se titula después con ácido sulfúrico N/10)
- Adicionar en el matraz 100 ml de sosa 10 N, haciéndole fluir lentamente por las paredes del matraz sin mezclar.

**(Mantener el cuello del matraz alejado de la cara a fin evitar un accidente por las salpicaduras en caso de mala manipulación.)**

- Conectar el matraz al aparato de destilación y únicamente en este momento, agitar el matraz a fin de homogeneizar la solución.
- Destilar de 280 a 300 ml. Verificar el fin de la destilación con ayuda de un papel indicador de pH (a la salida del tubo de destilación). El pH debe estar neutro o ligeramente ácido, esto indica el fin de la destilación del amonio.
- Apagar el calentamiento y bajar el erlenmeyer dejando pasar las últimas gotas del destilado.
- Enjuagar bien el tubo de salida con un chorro de piseta antes de sacar el erlenmeyer.
- Con la ayuda de una bureta de 25 o 50 ml, titular la solución recogida con la de hidróxido de sodio N/10. El viraje de color se hace del rojo al verde.

### **CONTROLES.**

**Para cada serie;**

- Un "blanco" que lleve todos los reactivos utilizados.
- Un testigo constituido por una muestra de concentración conocida.
- Una muestra preparada por duplicado.

### **CALCULOS.**

**Así**

- **A**, el volumen de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1/10 contenido en el erlenmeyer.
- **B**, el volumen de NaOH 1/10 consumido por la dosificación de la muestra.
- **C**, el volumen de NaOH 1/10 consumido por la dosificación del "blanco".
- **P**, el peso de la muestra.

**1 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> N/10 consumido corresponde a 1,4 mg de nitrógeno**

**Obtenemos así**

$$\frac{(A-B) - (A-C) \times 1.4}{P} = \text{mg de nitrógeno por 1 g de muestra.}$$

dividir para 1000 y multiplicar por 100 para obtener el porcentaje de nitrógeno.

**Entonces**

$$\frac{(A-B) - (A-C) \times 1.4}{P \cdot 10} = \underline{\underline{\% \text{ de nitrógeno total de muestra seca a } 60^{\circ}\text{C}}}$$

## **2- PERDIDAS AL FUEGO (porcentaje de materia orgánica)**

### **MATERIAL**

- Balanza analítica (1/10 de mg).
- Mufla.
- Desecador.
- Crisoles de porcelana de alrededor de 30 ml de contenido.

### **REACTIVOS**

Ninguno.

### **MODO DE OPERACION**

- Pesar 0,5 g de muestra perfectamente seca, en la balanza analítica, dentro de un crisol de porcelana limpio, seco y tarado. Es preferible pesar exactamente 0,5 g a fin de evitar después complicación en los cálculos. Poner el número de la muestra sobre el crisol con la ayuda de un lápiz de papel a fin de evitar que se borre la marca cuando pasa a la mufla.
- Introducir dentro de la mufla fría.
- Subir gradualmente la temperatura hasta 470, 480°C dejando la puerta entreabierta, cerrar después la puerta y dejar así por una hora. (no dejar que pase a 500°C a fin de evitar la pérdida de ciertos elementos por volatilización).
- Apagar la mufla y dejar enfriar hasta una temperatura de alrededor de 120°C.
- Pasar con mucho cuidado los crisoles que contienen las cenizas dentro de un desecador, (cuidado a las corrientes de aire) dejar enfriar y pesar muy precisamente.
- Conservar las cenizas cuidadosamente para la determinación de los elementos minerales.

## CONTROLES

Para cada serie:

- Una muestra preparada por duplicado. (cuidar de que las repeticiones no se encuentran en la misma mufla en el caso de que trabajemos con dos muflas)
- Un testigo constituido por una muestra de valor conocido.

## CALCULOS

Así:

- A, peso del crisol en gramos.
- B, peso de las cenizas obtenidas en gramos.
- C, peso de la muestra en gramos.

Entonces

$$\frac{100 \cdot (B - A)}{C} \times 100 = \% \text{ de pérdidas al fuego. (materia orgánica)}$$

### **3 - DETERMINACION DEL CALCIO, MAGNESIO, POTASIO, SODIO**

#### **MATERIAL**

Además del material necesario para las "pérdidas al fuego";

- Espectrofotómetro de absorción atómica equipado con un mechero aire-acetileno.
- Plancha eléctrica de calentamiento.
- Embudos, vástagos largo de 8 a 10 cm de diámetro.
- Pipetas de precisión de 5 y 10 ml.
- Balones aforados de 50 y 100 ml.
- Distribuidor automático de 10 ml.

**Para la preparación de la gama patrón.**

- Buretas de precisión de diferentes volúmenes.
- Balones aforados de 100 ml.

#### **REACTIVOS.**

- **Acido clorhídrico concentrado PA.**
- **Acido clorhídrico 1/2.**  
mezclar 100 ml de ácido concentrado PA con 100 ml de agua destilada.
- **Solución de óxido de lantano a 1% en medio clorhídrico.**  
disolver 11,728 g de óxido de lantano en 50 ml de ácido clorhídrico concentrado y completar a 1 litro con agua destilada.
- **Papel filtro para la preparación de los filtros.**

#### **MODO DE OPERACION.**

A partir de las cenizas obtenidas por determinación de las "pérdidas al fuego".

## 1- EXTRACCION

- Agregar dentro del crisol de porcelana conteniendo las cenizas, (una vez pesadas), en el orden siguiente;

- 2 ml de agua destilada,
- 1 ml de ácido clorhídrico concentrado P.A.

(en el caso de que veamos que las cenizas están demasiado negras a la salida de la mufla, después del enfriamiento, debemos agregar 2 ml de ácido nítrico concentrado, llevar a sequedad y pasar de nuevo a la mufla)

- Pasar sobre la plancha de calentamiento.
- Llevar a sequedad lentamente a fin de evitar las eventuales pérdidas por salpicaduras.
- Una vez seca, dejar enfriar y agregar de nuevo 2 ml de ácido clorhídrico 1/2.
- Instalar un embudo con su filtro sobre un balón aforado de 100 ml, anotar sobre este la misma numeración que el correspondiente crisol.
- Pasar el contenido del crisol sobre el filtro por medio de un chorro de agua. (cuidado con las proyecciones).
- Enjuagar cuidadosamente el crisol por medio de agua destilada a través de un chorro de agua, manteniéndole encima del filtro.
- Frotar las paredes del crisol con la ayuda de un "policía" y enjuagar por última vez con un chorro de piseta.
- Lavar bien el filtro con pequeños chorros de pisetas dirigidos del exterior al interior. Repetir la operación cuatro o cinco veces, dejando escurrir bien entre cada lavada.
- Retirar el balón aforado debajo del embudo y aforar a 100 ml muy precisamente con agua destilada.
- Tapar y homogeneizar cuidadosamente por volteadas sucesivas.

**Cuidado de no poner los dedos en contacto con la solución o bien con las tapas, a fin de evitar riesgos de contaminación por el sodio.**

## 2- DILUCION Y LECTURA

Generalmente, es necesario efectuar dos diluciones diferentes, la una a 1 en 20 y la otra a 1 en 100, a fin de estar dentro de la escala de lectura del espectrofotómetro. (además, la dilución 1 en 20 es después utilizada para la determinación del fósforo).

- Tomar 5 ml de la solución precedente, por medio de una pipeta de precisión, e introducirles en un

balón aforado a 100 ml, conteniendo 5 ml de solución de óxido de lantano al 1%.

- Aforar muy precisamente a 100 ml con agua destilada. Obtenemos así la dilución 1 en 20. Anotar en el balón el número de la muestra y la dilución de manera bien clara.

- Tomar 10 ml de la solución 1/20 con una pipeta de precisión, luego introducirles en un balón aforado de 50 ml que contenga 2,5 ml de la solución de óxido de lantano al 1%.

- Aforar muy precisamente a 50 ml con agua destilada, obtenemos la dilución a 1/100 .

**Las muestras están listas para pasarlas al espectrofotómetro.**

### **3- ENCENDIDO Y CALIBRACION DEL ESPECTROFOTOMETRO**

Ver la determinación de los cationes de cambio, en el párrafo correspondiente.

### **4- LECTURA**

- Introducir el tubo de aspiración dentro del balón conteniendo la muestra a dosificar, esperar la estabilización de la lectura (alrededor de 7 segundos) y anotar la lectura obtenida.

- El resultado leído debe situarse dentro de los dos primeros tercios de la curva de estandarización. En el caso contrario, cambiar de solución diluida, o bien, cambiar de gama de patrones, con el fin de "encontrar" la muestra.

### **PREPARACION DE LA GAMA PATRON**

El material utilizado para la preparación de la gama debe estar exento de toda contaminación. Jamás lavarlo con detergente, siempre utilizar una solución sulfo-crómica, después enjuagar abundantemente con agua destilada. (además, en el caso de las buretas, enjuagar dos veces con la solución a medir antes de la utilización)

Utilizar las soluciones estándares (stock) a 1000 ppm de Ca, Mg, K y Na, para espectrofotometría.

A partir de estas soluciones arriba indicadas, preparar sucesivamente soluciones a 500, 100, 10 y 1 ppm como sigue para cada elemento;

- Verter 50 ml de la solución "stock", por medio de una bureta de 50 ml, en un balón aforado de

100 ml, completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

**Solución a 500 ppm**

- Verter 20 ml de la solución a 500 ppm en un balón aforado de 100 ml por medio de una bureta de 25 ml, completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

**Solución a 100 ppm**

- Verter 10 ml de la solución a 100 ppm en un balón aforado de 100 ml por medio de una bureta de 10 ml, completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

**Solución a 10 ppm.**

- Verter 10 ml de la solución de 10 ppm en un balón aforado de 100 ml por medio de una bureta de 10 ml, completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

**Solución a 1 ppm**

#### **GAMA PATRON "COMPLEJA" A PREPARAR**

	<b>Ca</b>	<b>Mg</b>	<b>K</b>	<b>Na</b>
<b>1</b>	0,50	0,20	0,20	0,04 ppm
<b>2</b>	1,00	0,40	0,40	0,10 ppm
<b>3</b>	3,00	0,60	0,60	0,20 ppm
<b>4</b>	4,50	1,00	1,00	0,40 ppm

Para una mejor comprensión, las soluciones a 10 y a 1 ppm serán en adelante designadas así;

**Solución A para 10 ppm**

**Solución B para 1 ppm.**

- Tomar 4 balones aforados de 100 ml, perfectamente limpios.

- Inscribir DF (diagnostico foliar) sobre cada balón y numerarles de 1 a 4 de manera bien clara a fin de evitar los errores.

- Preparar 2 buretas de 10 ml, conteniendo, una la solución A, la otra, la solución B del elemento a verter.

#### **Volúmenes a verter**

	<b>Ca</b>	<b>Mg</b>	<b>K</b>	<b>Na</b>
1	sol A = 05 ml	sol B = 20 ml	sol B = 20 ml	sol B = 04 ml
2	sol A = 10 ml	sol A = 04 ml	sol A = 04 ml	sol B = 10 ml
3	sol A = 30 ml	sol A = 06 ml	sol A = 06 ml	sol B = 20 ml
4	sol C = 45 ml	sol A = 10 ml	sol A = 10 ml	sol A = 04 ml

- Agregar en cada balón 1 ml de solución de ácido clorhídrico 0,1 N (a fin de estar en el mismo medio que las muestras a dosificar), y 5 ml de la solución de óxido de lantano a 1%, aforar a 100 ml de manera muy precisa y homogeneizar perfectamente.

**La gama patrón debe siempre estar conservada en la refrigeradora y salida una hora antes el uso para que vuelva a la temperatura ambiente.**

#### **LIMITES DE LECTURA DEL ESPECTROFOTOMETRO**

**Ca**, de 0,01 a 5 ppm.

**Mg**, de 0,003 a 1 ppm.

**K**, de 0,03 a 2 ppm.

**Na**, de 0,003 a 1,5 ppm.

#### **CONTROLES**

**Para cada serie;**

- Un testigo constituido por una muestra de concentración conocida.
- Una muestra preparada por duplicado.

## **CALCULOS**

El porcentaje obtenido se expresa en base a materia seca.

- Multiplicar los resultados obtenidos en la lectura (en ppm) por los factores siguientes.

**para un peso de muestra de 0,5g:**

1) - DILUCION 1/20..... por 0,4

2) - DILUCION 1/100..... por 2,0

#### **4 - DETERMINACION DEL FOSFORO TOTAL**

**A partir de la solución al 1/20 preparada para la determinación de Ca, Mg, K y Na.**

##### **MATERIAL**

Además del material necesario para la extracción y las diluciones;

- Colorímetro equipado con un filtro de 660 nm.
- Baño de maría.
- Agitador para tubos de ensayo.
- Pipetas automáticas de 5 y 10 ml.
- Distribuidor automático de 5 ml.
- Tubos de ensayo.

**Para la preparación de la gama**

- Buretas de precisión de diferentes volúmenes.
- Balones aforados de 100 ml.

##### **REACTIVOS**

- **Solución sulfo-molibdico**  
Pesar 25 g de molibdato de amonio PA y disolver en un litro de ácido sulfúrico 10 N.
- **Solución de ácido ascórbico PA al 1% en agua.**
- **Fosfato de potasio mono-básico PA.**  
pasado a la estufa a 60°C por una noche y conservado en el desecador. (preparación de la gama)

## **MODO DE OPERACION**

- Tomar 10 ml de la solución al 1/20 e introducirles en un tubo de ensayo.  
Utilizar para esto una pipeta automática de 10 ml bien arreglada.
- Adicionar muy precisamente 4 ml de ácido ascórbico a 1 % y 2 ml de solución sulfomolibdica.
- Agitar cada tubo alrededor de 5 segundos sobre el agitador.
- Colocar en un baño de maría 15 mn a 70°C a fin de desarrollar la coloración (azul).
- Poner a enfriar en un baño de agua fría durante 5 minutos.
- Preparar de manera idéntica a la gama patrón.
- Efectuar la lectura en un colorímetro a 660 nm de la siguiente manera:
  - Prender el aparato por lo menos una hora antes de las lecturas.
  - Arreglar el cero por medio del botón adecuado.
  - Pasar la solución "blanco" y ajustar el ciento por ciento de transmisión.
  - Pasar los puntos de la gama, del más bajo al más alto, anotando la lectura obtenida por cada punto.
  - Pasar de nuevo el "blanco", si la lectura ha cambiado, ajustar el ciento por ciento de transmisión, y pasar de nuevo la gama.
  - Pasar ahora las muestras y anotar las lecturas obtenidas.
  - Llegado al medio de la serie, pasar de nuevo el punto 0,8 ppm de la gama a fin de verificar la buena calibración del colorímetro.

## **PREPARACION DE LA GAMA PATRON**

El material utilizado para la preparación de la gama debe estar exento de toda contaminación. Jamás lavarlo con detergente, siempre utilizar una solución sulfo-crómica, después enjuagar abundantemente con agua destilada. (además, en el caso de las buretas, enjuagar dos veces con la solución a medir antes de la utilización)

- Proceder a la preparación de una "solución madre" de 1000 ppm de fósforo, a partir del fosfato de potasio monobásico ( $\text{PO}_4\text{KH}_2$ ), pasado a la estufa 24 horas a 60°C y luego conservado en desecador.
  - pesar 4,3903 g muy precisamente en una balanza analítica.
  - Poner en un balón aforado de 1 litro, disolver y aforar muy precisamente con agua destilada.
- A partir de esta "solución madre", preparar por diluciones sucesivas, (por medio de unas buretas de

10 ml), las soluciones siguientes; **100ppm, 10ppm y 1ppm.**

- Verter 10 ml de la "solución madre" en un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

**Solución a 100ppm**

- Verter 10 ml de la solución a 100 ppm en un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

**Solución a 10ppm**

- Verter 10 ml de la solución a 10 ppm en un balón aforado de 100 ml. Completar y aforar muy precisamente con agua destilada.

**Solución a 1ppm.**

- Después, con las soluciones a 10 y 1 ppm, preparar la gama siguiente;

**0,1-0,2-0,4-0,6-0,8-1-1,2ppm.**

(utilizar una bureta de 10 ml para la medida de los volúmenes a verter).

**0,1 ppm;** verter 10 ml de la solución a 1 ppm.

**0,2 ppm;** verter 20 ml de la solución a 1 ppm.

**0,4 ppm;** verter 4 ml de la solución a 10 ppm.

**0,6 ppm;** verter 6 ml de la solución a 10 ppm.

**0,8 ppm;** verter 8 ml de la solución a 10 ppm.

**1,0 ppm;** verter 10 ml de la solución a 10 ppm

**1,2 ppm;** verter 12 ml de la solución a 10 ppm.

- Completar todos los balones con agua destilada y aforarles muy precisamente a 100 ml.

- Indicar sobre cada balón la concentración en fósforo de manera bien clara.

## **CONTROLES**

**Para cada serie;**

- un "blanco" que lleve todos los reactivos utilizados, el que va a servir para calibrar el ciento por ciento de transmitancia del colorímetro.

- un testigo constituido por una sal de fósforo de concentración conocida. (conservado en desecador)

- Una muestra preparada por duplicado

## CALCULOS

- Trazar una curva a partir de los valores obtenidos para cada punto de la gama.
- Reportar sobre esta curva la lectura obtenida por la muestra.
- Leer los resultados obtenidos en ppm.

**Así:**

$$\frac{\text{ppm leídos} \times \text{dilución} \times 100}{\text{peso de la muestra}} = \text{ppm de fósforo por 100 g de muestra}$$

**Entonces:**

$$\frac{\text{ppm por 100g}}{10000} = \frac{\% \text{ de fósforo total de muestra seca a } 60^{\circ}\text{C}}{100}$$

## FACTORES DE CONVERSION

### FORMULAS

1)- A partir de un elemento calculado en óxido o en sal, se desea obtener el valor en ion.

$$\text{Factor} = \frac{\text{numero de atomos del elemento en el radical oxido} \times \text{masa atomica del ion}}{\text{masa atomica del ion}}$$

Ejemplo;

Factor para pasar de K<sub>2</sub>O en K;

$$\frac{2 \times 39}{94,19} = \frac{78}{94,19} = 0,830$$

2) - A partir de un ion, se desea obtener el valor en óxido o en sal.

$$\text{Factor} = \frac{\text{masa moleculare del óxido}}{\text{numero de atomo del elemento en el radical oxido} \times \text{masa atomica del ion}}$$

Ejemplo;

Factor para pasar de K a K<sub>2</sub>O;

$$\frac{94,19}{2 \times 39} = \frac{94,19}{78} = 1,204$$

### APLICACION

Resultado del analisis expresado en la forma de iones: Al = 3,50 %

Para obtener el valor correspondiente en Al<sub>2</sub> O<sub>3</sub>, multiplicar por el factor correspondiente.  
(ver la tabla)

$$3,50 \times 1,889 = 6,611 \text{ \% de Al}_2 \text{ O}_3$$

**Recíprocamente;**

Si el resultado está expresado en óxido;  $\text{Al}_2\text{O}_3 = 6,611 \%$

Multiplicar por el factor 0,529 (ver la tabla) para obtener el valor en Al.  
 $6,611 \times 0,529 = 3,4975 \%$  de Al.

Sea sensiblemente 3,50, la ligera diferencia es debida al reducido número de decimales de los factores.

**En la siguiente hoja, algunos factores para los principales elementos.**

**A**, unidad a convertir,

**F**, factor de conversión,

**B**, unidad que deseamos.

A	F	B	A	F	B
Al	1,889	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	0,603	Mg
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,529	Al	" "	1,446	Mg(OH) <sub>2</sub>
			" "	2,092	CO <sub>3</sub> Mg
Ca	1,399	CaO	Mg(OH) <sub>2</sub>	0,417	Mg
" "	1,850	Ca(OH) <sub>2</sub>	" "	0,691	MgO
" "	2,497	CO <sub>3</sub> Ca	" "	1,445	Mg(OH) <sub>2</sub> CO <sub>2</sub>
" "	3,397	SO <sub>4</sub> Ca			
CaO	0,715	Ca	CO <sub>3</sub> Mg	0,288	Mg
" "	1,320	Ca(OH) <sub>2</sub>	" "	0,478	MgO
" "	1,785	CO <sub>3</sub> Ca	" "	0,692	Mg(OH) <sub>2</sub>
" "	2,428	SO <sub>4</sub> Ca			
Ca(OH) <sub>2</sub>	0,541	Ca	N	3,855	N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
" "	0,757	CaO	N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,259	
" "	1,352	CO <sub>3</sub> Ca	Na	1,348	Na <sub>2</sub> O
" "	1,840	SO <sub>4</sub> Ca	" "	2,542	ClNa
CO <sub>3</sub> Ca	0,400	Ca	Na <sub>2</sub> O	0,742	Na
" "	0,560	CaO	" "	1,886	ClNa
" "	0,740	Ca(OH) <sub>2</sub>	ClNa	0,393	Na
" "	1,360	SO <sub>4</sub> Ca	" "	0,530	Na <sub>2</sub> O
SO <sub>4</sub> Ca	0,294	Ca	" "	0,607	Cl
" "	0,412	CaO			
" "	0,544	Ca(OH) <sub>2</sub>	P	2,291	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
" "	0,735	CO <sub>3</sub> Ca	" "	3,066	P <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ---
Cl	1,648	ClNa	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,436	P
			" "	1,338	P <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ---
Fe	1,430	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ---	0,326	P
" "	1,286	FeO	" "	0,747	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,699	Fe	S	1,997	SO <sub>2</sub>
" "	0,900	FeO	" "	2,497	SO <sub>3</sub>
FeO	0,777	Fe	" "	2,996	SO <sub>4</sub> --
" "	1,111	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
	1,205	K <sub>2</sub> O	SO <sub>2</sub>	0,500	S
K <sub>2</sub> O	0,830		" "	1,249	SO <sub>3</sub>
			" "	1,499	SO <sub>4</sub> --
Mg	1,658	MgO	SO <sub>3</sub>	0,400	S
" "	2,399	Mg(OH) <sub>2</sub>	" "	0,800	SO <sub>2</sub>
" "	3,468	CO <sub>3</sub> Mg	" "	1,199	SO <sub>4</sub> --
			SO <sub>4</sub> --	0,333	S
			" "	0,667	SO <sub>2</sub>

**VALORES EN Mg DE UN MILIEQUIVALENTE PARA  
DIVERSOS ELEMENTOS**

Cationes		Aniones	
1 me de	mg	1 me de	mg
Ca <sup>++</sup>	20,0	CO <sub>3</sub> <sup>--</sup>	30,0
CaO	28,0	CO <sub>3</sub> H <sup>-</sup>	61,0
Ca(OH) <sub>2</sub>	37,0		
CaCO <sub>3</sub>	50,0	SO <sub>4</sub> <sup>--</sup>	48,0
Ca(CO <sub>3</sub> H) <sub>2</sub>	81,0	SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub>	49,0
CaCl <sub>2</sub>	55,5	SO <sub>4</sub> Ca	68,0
		SO <sub>4</sub> Mg	60,2
Mg <sup>++</sup>	12,2	SO <sub>4</sub> K <sub>2</sub>	87,1
MgO	20,2		
Mg(OH) <sub>2</sub>	29,2	Cl <sup>-</sup>	35,5
MgCO <sub>3</sub>	42,2	ClNa	58,5
Mg(CO <sub>3</sub> H) <sub>2</sub>	73,2	ClH	36,5
		Cl <sub>2</sub> Ca	55,5
Na <sup>+</sup>	23,0		
NaOH	40,0	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	62,0
Na <sub>2</sub> O	31,0		14,0
NaCl	58,5	N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	54,0
		NO <sub>3</sub> H	63,0
K <sup>+</sup>	39,1	NO <sub>3</sub> Na	85,0
KOH	56,1	NO <sub>3</sub> K	101,1
K <sub>2</sub> O	47,1		
KCl	74,6	PO <sub>4</sub> <sup>---</sup>	31,7
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	23,7
Al <sup>+++</sup>	9,0	P	10,3
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	17,0		
Al(OH) <sub>3</sub>	26,0		
Fe <sup>++</sup>	27,9		
FeO	35,9		
Fe <sup>+++</sup>	18,6		
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	26,6		
Fe(OH) <sub>3</sub>	35,6		
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	18,0		
NH <sub>3</sub>	17,0		
N	14,0		
Mn <sup>++</sup>	27,5		
MnO	35,5		

## EJEMPLO DE CALCULO

**Así;**

- un resultado de calcio expresado en porciento, 0,40%: consideramos que se trata de g por 100 g  
Valor del meq: 20 mg.

$$0,400\% \text{ Ca} = \frac{400 \text{ mg Ca}}{20 \text{ mg (valor del meq)}} = 20 \text{ meq}$$

- un resultado de sodio expresado en me por 100 g, 10 meq/100 g:  
Valor del meq: 23 mg.

$$10 \text{ me de Na/100 g} = 23 \times 10 = 230 \text{ mg de Na/100 g} = 0,230 \%$$

**PESOS DE ALGUNAS FORMULAS COMUNES**

<b><u>Formula</u></b>	<b><u>Peso</u></b>	<b><u>Formula</u></b>	<b><u>Peso</u></b>
AgBr	187.78	Fe(OH)3	106.87
AgCl	143.32	FeS	87.91
AgNO3	169.88	FeS2	119.97
Al2O3	101.96	FeSO4,7H2O	278.02
BaCO3	197.35	FeSO4 (NH4)2,	
BaCl2	208.24	SO4,6H2O	392.14
BaO	153.34	HBr	80.92
BaO2	169.34	HCl	36.46
BaF2	175.34	HClO4	100.46
BaSO4	233.40	HF	20.01
CaCO3	100.09	HNO2	47.01
CaC2O4	128.10	HNO3	63.02
CaF2	78.08	H2O2	34.02
CaO	56.08	H3PO4	97.99
Ca(OH)2	74.10	H2S	34.08
Ca(NO3)2	164.10	H2SO3	82.08
Ca3(PO4)2	310.19	H2SO4	98.08
CaSO3	120.14	HgO	216.59
CaSO4	136.14	HgS	232.65
CO	28.01	Hg2Cl2	472.08
CO2	44.01	KBr	119.01
Co(NH2)2	60.05	KBrO3	167.01
CrO3	99.99	KCN	65.12
Cr2O3	151.99	K2CO3	138.22
Cu(NO3)2	187.54	KCl	74.56
CuO	79.54	KClO3	122.55
Cu2O	143.08	KClO4	138.55
CuSO4,5H2O	249.68	K2CrO4	194.20
FeCO3	115.86	K2Cr2O7	294.20
FeO	71.85	KHCO3	100.12
Fe2O3	159.69	KHC2O4	128.13
Fe3O4	231.54	K2HPO4	174.19
Fe(OH)2	89.87	KH2PO4	136.09

<u>Formula</u>	<u>Peso</u>	<u>Formula</u>	<u>Peso</u>
KMnO4	158.04	NaNO2	69.00
KNO2	85.11	NaNO3	85.00
KNO3	101.11	Na2O	61.98
K2O	94.20	Na2O2	77.98
KOH	56.11	NaOH	40.00
K3PO4	212.01	Na3PO4	163.95
K2SO4	174.26	Na2S	78.04
MgCO3	84.32	Na2SO3	126.04
MgC2O4	112.33	Na2SO4	142.04
MgCl2	95.22	NH3	17.03
MgNH4PO4	137.33	N2H4	32.05
MgO	40.31	(NH4)2CO3	96.09
Mg(OH)2	58.33	(NH4)2C2O4	124.10
Mg2P2O7	222.56	NH4Cl	53.49
MgSO4	120.37	NH2OH	33.03
MnO2	86.94	NH4OH	35.05
Mn3O4	228.81	(NH4)2SO4	132.13
Mn(OH)2	88.96	P2O5	141.95
NaBO2	65.80	PbCO3	267.20
Na2B4O7,10H2O	381.38	PbO	223.19
NaBr	102.90	PbO2	239.19
NaC2H3O2	68.01	Pb3O4	685.57
NaCN	49.01	Pb(OH)2	241.21
Na2CO3	105.99	Pb3(PO4)2	811.51
Na2C2O4	134.00	PbS	239.25
NaCl	58.44	PbSO4	303.25
NaClO	74.44	SiO2	60.09
NaClO2	90.44	SnCl2	189.60
NaHCO3	84.01	SnO2	150.69
NaH2PO4	119.99	SnS	150.75
Na2HPO4	141.98	SO2	64.06
		SO3	80.06

## PESOS ATOMICOS INTERNACIONALES

<u>Elemento</u>	<u>Símbolo</u>	<u>N° atómico</u>	<u>Peso atómico</u>
Actinio	Ac	89	227
Aluminio	Al	13	26.98
Americio	Am	95	246
Antimonio	Sb	51	121.75
Argón	Ar	18	39.95
Arsénico	As	33	74.92
Astato	At	85	210
Azufre	S	16	32.06
Bario	Ba	56	137.34
Berilio	Be	4	9.01
Berkelio	Bk	97	247
Bismuto	Bi	83	208.98
Boro	B	5	10.81
Bromo	Br	35	79.91
Cadmio	Cd	48	112.40
Calcio	Ca	20	40.08
Californio	Cf	98	249
Carbono	C	6	12.011
Cerio	Ce	58	140.12
Cesio	Cs	55	132.91
Cinc	Zn	30	65.37
Circonio	Zr	40	91.022
Cloro	Cl	17	35.045
Cromo	Cr	24	51.99
Cobalto	Co	27	58.93
Cobre	Cu	29	63.54
Curio	Cm	96	247
Disproso	Dy	66	162.50
Einsteinio	Es	99	254
Erbio	Er	68	167.26
Escandio	Sc	21	44.96
Estaño	Sn	50	118.69
Estroncio	Sr	38	87.62
Europio	Eu	63	151.96
Fermio	Fm	100	253
Flúor	F	9	18.998
Fósforo	P	15	30.97
Franco	Fr	87	223
Gadolinio	Gd	64	157.25
Galio	Ga	31	69.72
Germanio	Ge	32	72.59
Hafnio	Hf	72	178.49
Helio	He	2	4.003

<u>Elemento</u>	<u>Símbolo</u>	<u>N° atómico</u>	<u>Peso atómico</u>
Hidrógeno		1	1.008
Hierro	Fe	26	55.85
Holmio	Ho	67	164.93
Indio	In	49	114.82
Iridio	Ir	77	192.2
Iterbio	Yb	70	173.04
Itrio	Y	39	88.91
Kriptón	Kr	36	83.80
Lantano	La	57	138.91
Lawrencio	Lw	103	257
Litio	Li	3	6.94
Lutecio	Lu	71	174.97
Magnesio	Mg	12	24.31
Manganeso	Mn	25	54.94
Mendelerio	Md	101	256
Mercurio	Hg	80	200.59
Molibdeno	Mo	42	95.94
Neodimio	Nd	60	144.24
Neón	Ne	10	20.18
Neptunio	Np	93	237
Niobio	Nb	41	92.91
Níquel	Ni	28	58.71
Nitrógeno	N	7	14.01
Nobelio	No	102	254
Oro	Au	79	196.97
Osmio	Os	76	190.2
Oxígeno	O	8	15.999
Paladio	Pd	46	106.4
Plata	Ag	47	107.87
Platino	Pt	78	195.09
Plomo	Pb	82	207.19
Plutonio	Pu	94	242
Polonio	Po	84	210
Potasio	K	19	39.10
Praseodimio	Pr	59	140.91
Prometio	Pm	61	147
Protoactinio	Pa	91	231
Radio	Ra	88	226
Radón	Rn	86	222
Renio	Re	75	186.2
Rodio	Rh	45	102.91
Rubidio	Rb	37	85.47
Rutenio	Ru	44	101.07
Samario	Sm	62	150.35
Selenio	Se	34	78.96
Silicio	Si	14	28.086
Sodio	Na	11	22.99
Talio	Tl	81	204.37
Tantalio	Ta	73	180.95
Tecnecio	Tc	43	99

<u>Elemento</u>	<u>Símbolo</u>	<u>N° atómico</u>	<u>Peso atómico</u>
Telurio	Te	52	127.60
Terbio	Tb	65	158.92
Titanio	Ti	22	47.90
Torio	Th	90	232.04
Tulio	Tm	69	168.93
Uranio	U	92	238.03
Vanadio	V	23	50.94
Wolframio	W	74	183.85
Xenón	Xe	54	131.30
Yodo	I	53	126.90