

SEGUNDA SECCION
SECRETARIA DE MEDIO AMBIENTE
Y RECURSOS NATURALES

NORMA Oficial Mexicana NOM-021-RECNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos. Estudios, muestreo y análisis.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales.

CASSIO LUISELLI FERNANDEZ, Subsecretario de Fomento y Normatividad Ambiental de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales, con fundamento en lo dispuesto en los artículos 32 bis fracciones I, II, III, IV y V de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 1 y 6 fracción VIII del Reglamento Interior de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales; 1o. fracciones V, VI y VII, 5o. fracciones V y XI, 6o., 36 fracción V, 37 y 37 Bis, 98 fracciones I, II, III y IV, 99 fracción VII, 101 Bis, 102, 160 y 171 de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente; 1o., 2o., 5o. fracciones I y XVIII y 44 de la Ley Forestal; 1o. y 2o. fracción XIX del Reglamento de la Ley Forestal; 40 fracción X, 47 fracción IV de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, 34 de su Reglamento, y

CONSIDERANDO

Que en cumplimiento a lo dispuesto en la fracción I del artículo 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, con fecha 17 de octubre de 2000 se publicó en el **Diario Oficial de la Federación**, con carácter de Proyecto la presente Norma bajo la denominación NOM-021-RECNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos, estudios, muestreo y análisis; a fin de que los interesados en un plazo de 60 días naturales presentaran sus comentarios al Comité Consultivo Nacional de Normalización para la Conservación, Protección, Restauración y Aprovechamiento de los Recursos Forestales de Suelos y Costas.

Que de acuerdo con lo que disponen las fracciones II y III del artículo 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, al término del plazo para realizar comentarios al proyecto, se formularon las respuestas y modificaciones al proyecto de Norma Oficial Mexicana, publicándolos en el **Diario Oficial de la Federación** el día 7 de diciembre de 2001.

Que habiéndose cumplido el procedimiento establecido en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización para la elaboración de normas oficiales mexicanas, el Comité Consultivo Nacional de Normalización para la Conservación, Protección, Restauración y Aprovechamiento de los Recursos Forestales de Suelos y Costas, en sesión celebrada el 14 de agosto de 2001, aprobó la Norma Oficial Mexicana NOM-021-RECNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos. Estudios, muestreo y análisis, su respuesta a los comentarios y modificaciones a la Norma.

Por lo que he tenido a bien expedir la siguiente: Norma Oficial Mexicana NOM-021-RECNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos. Estudios, muestreo y análisis.

**NORMA OFICIAL MEXICANA (NOM) NOM-021-RECNAT-2000, QUE ESTABLECE
LAS ESPECIFICACIONES DE FERTILIDAD, SALINIDAD Y CLASIFICACION
DE SUELOS. ESTUDIOS, MUESTREO Y ANALISIS**

INDICE

0. Introducción
1. Objetivo y campo de aplicación
2. Referencias
3. Definiciones
4. Especificaciones de los suelos
5. Determinaciones de suelos por propósito
6. Evaluación de la conformidad en el muestreo de suelos
7. Evaluación de la conformidad en los análisis de suelos
8. Grado de concordancia con normas y recomendaciones internacionales
9. Bibliografía
10. Observancia de esta Norma

0. Introducción

0.1 Que es atribución de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, fomentar la conservación, protección, restauración y aprovechamiento del recurso suelo, mediante la aplicación de las prácticas tendientes a prevenir el deterioro de sus propiedades físicas, químicas y biológicas.

0.2 Que los estándares de muestreo, análisis, informes e interpretaciones de suelos con propósitos de fertilidad, salinidad y clasificación para estudios e inventarios de suelos, que realizan personas físicas y morales deben estar debidamente regulados, con la finalidad de proporcionar a los usuarios un servicio de calidad.

0.3 Que los resultados finales de los análisis se ven afectados por deficiencias en el procedimiento de colección de las muestras, y con ello se realiza un diagnóstico erróneo, generándose en los análisis, recomendaciones sesgadas al utilizar resultados no representativos del área de muestreo.

0.4 Que se requiere establecer las especificaciones a fin de homologar los análisis de suelos en materia de fertilidad, de salinidad y de clasificación de suelos, a fin de garantizar su correcta ejecución.

0.5 Que los métodos analíticos son ejecutados en diferentes formas y con materiales diferentes y, en consecuencia, se afecta el resultado final y, por lo tanto, la confiabilidad de la información analítica y de sus resultados es baja.

0.6 Que existe una gran heterogeneidad en los reportes e informes de resultados en cuanto a las unidades de medida, ya que los informes de resultados de análisis no son uniformes ni están actualizados con relación al Sistema Internacional de Unidades, generándose errores de interpretación y de aplicación de los resultados al emplear incorrectamente las unidades de medida.

0.7 Que las normas y medidas que se observarán en la regulación y fomento de las actividades de muestreo y analíticas tendrán como propósito prevenir y controlar la degradación de los suelos y procurar su restauración, así como lograr un manejo sustentable que contribuya al desarrollo socioeconómico de propietarios o poseedores de dichos recursos.

0.8 Que corresponde a la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, en coordinación con las demás dependencias del Ejecutivo Federal, participar en la conservación y restauración de los suelos, y aplicar las técnicas conducentes.

0.9 Que en virtud de lo anterior, se hace necesario expedir la presente Norma a fin de establecer las especificaciones para los estudios analíticos de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos a que deberán sujetarse las personas físicas y morales que realicen estudios en la materia en el país.

1. Objetivo y campo de aplicación

1.1 La presente Norma es de observancia obligatoria en todo el territorio nacional y tiene por objetivo establecer las especificaciones técnicas de muestreo y análisis de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos, a partir de sus características específicas de constitución, formación y distribución.

2. Referencias

2.1 Norma Oficial Mexicana NOM-060-ECOL-1994, Que establece las especificaciones para mitigar los efectos adversos ocasionados en los suelos y cuerpos de agua por el aprovechamiento forestal, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 13 de mayo de 1994.

2.2 Norma Oficial Mexicana NOM-062-ECOL-1994, Que establece las especificaciones para mitigar los efectos adversos sobre la biodiversidad que se ocasionan por el cambio de uso del suelo de terrenos forestales a agropecuarios, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 13 de mayo de 1994.

2.3 Norma Oficial Mexicana NOM-083-ECOL-1996, Que establece las condiciones que deben reunir los sitios destinados a la disposición final de los residuos sólidos municipales, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 25 de noviembre de 1996.

2.4 Norma Oficial Mexicana NOM-001-ECOL-1996, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 6 de enero de 1997.

2.5 Norma Mexicana NMX-CC-13-1992, Criterios generales para la operación de los laboratorios de pruebas, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 25 de junio de 1992.

3. Definiciones

Para efectos de esta Norma, se entiende por:

3.1 Acidez. Medida de la actividad de los iones hidrógeno y aluminio en un suelo húmedo, se expresa como valores reducidos de pH.

3.2 Análisis del suelo. Prueba física, química o microbiológica que estima alguna de las fracciones que constituyen al suelo.

3.3 Anión. Ion con carga eléctrica negativa, resultado de la ganancia de electrones en su estructura.

3.4 Capacidad de intercambio catiónico. Es la suma de cationes intercambiables adsorbidos por un suelo, expresados en miliequivalentes por cada 100 g de suelo secado al horno y actualmente en Cmol (+) Kg^{-1} .

3.5 Catión. Ion cargado positivamente, debido a la pérdida de electrones. Los cationes más comunes del suelo son: calcio, magnesio, sodio, potasio, amonio e hidrógeno.

3.6 Clasificación taxonómica de suelos. Agrupación sistemática de los suelos dentro de un grupo o una categoría teniendo como base sus características. La denominación de los suelos de un área se basa en un sistema internacional, la Secretaría adopta como sistema oficial a la Leyenda del Mapa Mundial de Suelos, FAO/UNESCO/ISRIC versión 1988 y la Taxonomía de Suelos.

3.7 Clasificación interpretativa de suelos. Agrupación de suelos previamente cartografiados con un propósito específico.

3.8 Conductividad eléctrica. Propiedad de un material que le permite conducir el flujo de la electricidad.

3.9 Densidad aparente. Masa por unidad de volumen de un suelo que se ha secado a un peso constante a 105°C . Comúnmente se expresa en gramos por centímetro cúbico.

3.10 Extracto de saturación. La solución del suelo obtenida cuando el suelo se encuentra en su punto de saturación con agua.

3.11 Extracto de suelo. La solución del suelo separada del mismo por filtración, centrifugación, succión o presión.

3.12 Fertilidad. La cualidad que permite a un suelo proporcionar los compuestos apropiados, en las cantidades debidas y en el balance adecuado para el crecimiento de plantas específicas cuando otros factores, tales como la luz, temperatura y condiciones físicas del suelo, son favorables.

3.13 Horizonte. Capa del suelo paralela a la superficie de la tierra que tienen características distintivas producto de los procesos físicos, químicos y biológicos, de formación del suelo.

3.14 Horizonte de diagnóstico de suelo. Horizontes conceptualizados a partir de un conjunto de parámetros cuantitativos de las propiedades del suelo, con utilidad básica en la Clasificación de Suelos.

3.15 Micronutrimiento. Elementos que son esenciales para el desarrollo de la planta pero que se requieren sólo en cantidades usualmente menores a 50 mg kg^{-1} de tejido; tales como hierro, cobre, zinc, manganeso, molibdeno, cloro, boro, cobalto y níquel.

3.16 Muestra compuesta. Muestra constituida por varias submuestras simples de suelo, las cuales provienen de una superficie de terreno relativamente homogénea.

3.17 Muestreo. Procedimiento para obtener una o más muestras representativas de un terreno.

3.18 Nutrientes intercambiables. Conjunto de iones que están absorbidos sobre la superficie de las arcillas mediante un mecanismo de atracción electrostática.

3.19 Pasta de saturación. Mezcla particular entre suelo y agua donde la pasta tiene la propiedad de reflejar la luz, fluir la mezcla y que tiende a unirse cuando es cortada con una espátula.

3.20 Perfil de suelo. Corte vertical de un suelo que exhibe todos los horizontes genéticos que lo integran y parte del material subyacente relativamente inalterado.

3.21 pH. Logaritmo negativo de la actividad de los iones de hidrógeno en el suelo. El grado de acidez o alcalinidad de un suelo, expresado en términos de la escala de pH, de 0 a 14.

3.22 Porcentaje de saturación de bases. Proporción de la superficie absorbente de un suelo que es saturada con cationes intercambiables diferentes al hidrógeno y al aluminio. Se expresa como un porcentaje de la capacidad total de intercambio catiónico.

3.23 Porcentaje de sodio intercambiable. Porcentaje de sodio absorbido sobre la superficie de las arcillas en proporción a la concentración de los cationes intercambiables.

3.24 Reacción del suelo. Grado de acidez o alcalinidad de un suelo, expresada en términos del valor de pH.

3.25 Salinidad. Concentración de sales en el perfil del suelo que puede afectar el crecimiento y desarrollo de los cultivos.

3.26 Secretaría. La Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales.

3.27 Solución del suelo. El agua del suelo que contienen los iones en solución.

3.28 Suelo. Colección de cuerpos naturales formados por sólidos (minerales y orgánicos), líquidos y gases, sobre la superficie de los terrenos. Presenta, ya sea, horizontes o capas, que se diferencian del material de origen como resultado de adiciones, pérdidas, migraciones, y transformaciones de energía y materia; o por la habilidad de soportar raíces de plantas en un ambiente natural.

3.29 Textura del suelo. La proporción relativa por tamaños de partículas de arena, limo y arcilla. Las cuales al combinarse generan las clases texturales.

4. Especificaciones de los suelos

4.1 Suelo ácido. Específicamente un suelo con pH menor a 7.0 originado por la presencia de iones activos de hidrógeno y/o aluminio. El valor del pH disminuye a medida que aumenta la actividad de esos dos iones.

4.2 Suelo calcáreo. Suelo que contiene suficiente carbonato de calcio como para que haga efervescencia cuando se trata con ácido clorhídrico al 10% o que contiene más de 2% de carbonato de calcio.

4.3 Suelo fértil. Es un suelo con propiedades químicas, físicas o biológicas en las proporciones óptimas o ligeramente arriba o debajo de los contenidos más adecuados.

4.4 Suelos minerales. Suelos desarrollados a partir de materiales de rocas minerales los cuales tienen bajos contenidos de materia orgánica.

4.5 Suelos genéricos. Denominación de los suelos que por su aptitud o uso actual se denominan como forestales, de agostadero, cafetaleros, agrícolas, etc.

4.6 Suelo orgánico. Suelo turbosos con un 16% o más de materia orgánica en todo el perfil de suelo.

4.7 Suelo productivo. Suelo en el cual las condiciones físicas, químicas y biológicas le favorecen para la producción potencial de los cultivos adecuados a una región en particular.

4.8 Suelo salino. Suelo que contiene suficientes sales solubles como para reducir el crecimiento de las plantas, con conductividad eléctrica (CE) en la pasta de saturación igual o mayor a 4 dS m⁻¹.

4.9 Suelo salino sódico. Suelo que contiene suficiente sodio intercambiable para interferir con el crecimiento de la mayoría de los cultivos y que contiene cantidades apreciables de sales solubles. El porcentaje de sodio intercambiable es mayor de 15, la conductividad del extracto de saturación mayor de 4 dS m⁻¹.

4.10 Suelo sódico. Suelo en el cual el porcentaje de sodio intercambiable es de 15 o más, o el que contiene el sodio suficiente como para afectar adversamente las propiedades físicas y la permeabilidad.

5. Determinaciones de suelos por propósito

Entre toda la gama de métodos, las alternativas consideradas en esta regulación se enfocan hacia la evaluación de los suelos según el propósito, ya sea, de fertilidad, de salinidad o de clasificación. Para tal efecto, se hace uso de las metodologías más reconocidas en el ámbito nacional e internacional, mejor estudiadas, con una mejor y más fácil interpretación, las que presentan mayor correlación con la disponibilidad nutricional y, sobre todo, aquellas que se pueden realizar con sencillez y economía.

5.1 Determinación de la fertilidad del suelo

Para realizar estudios e inventarios con propósitos de evaluar la fertilidad de los suelos, es necesario en primera instancia ejecutar el procedimiento de muestreo en campo recomendado para tal fin, además de la realización de una serie de determinaciones analíticas y finalmente la elaboración de las interpretaciones respectivas a los análisis y su informe correspondiente para la entrega de la información a los solicitantes de estas evaluaciones. Adicionalmente se enviará copia de la información referida al Inventario Nacional de Suelos para su integración en las bases de datos respectivas. Las principales determinaciones analíticas para evaluaciones de fertilidad consideradas en la presente NOM son las siguientes:

AS-01	Preparación de la muestra.
AS-02	pH: medido en agua.
AS-03	Densidad aparente.
AS-04	Densidad real.
AS-05	Contenido de humedad del suelo.
AS-06	Retención de humedad.
AS-07	Contenido de materia orgánica.
AS-08	Nitrógeno inorgánico.
AS-09	Determinación de la textura del suelo.
AS-10	Fósforo extraíble en suelos de neutros a alcalinos.
AS-11	Fósforo extraíble, en suelos de ácidos a neutros.
AS-12	Capacidad de intercambio catiónico y cationes intercambiables (calcio, magnesio, sodio y potasio) en suelos neutros.

- AS-13 Capacidad de intercambio catiónico y cationes intercambiables (calcio, magnesio, sodio y potasio) en suelos ácidos y calcáreos.
- AS-14 Contenido de micronutrientes disponibles (hierro, manganeso, zinc y cobre) y metales contaminantes (plomo, cadmio y níquel).
- AS-15 Determinación del contenido de boro.

5.2 Determinación de la salinidad del suelo

Para realizar estudios e inventarios con propósitos de evaluar la salinidad de los suelos, es necesario ejecutar el procedimiento de muestreo en campo recomendado para tal fin, además de la realización de una serie de determinaciones analíticas y finalmente la elaboración de las interpretaciones respectivas a los análisis y su informe correspondiente para la entrega de la información a los solicitantes de estas evaluaciones. Adicionalmente se enviará copia de la información referida al Inventario Nacional de Suelos para su integración en las bases de datos respectivas. Las principales determinaciones analíticas para evaluaciones de salinidad consideradas en la presente NOM son las siguientes:

- AS-01 Preparación de la muestra.
- AS-02 Determinación de pH medido en el extracto de saturación.
- AS-05 Humedad del suelo.
- AS-16 Obtención del extracto de saturación.
- AS-17 Determinación del porcentaje de saturación.
- AS-18 Medición de la conductividad eléctrica.
- AS-19 Determinación de cationes solubles (calcio, magnesio, sodio y potasio) en el extracto de saturación.
- AS-20 Determinación de aniones solubles (carbonatos, bicarbonatos, cloruros y sulfatos) en el extracto de saturación.
- AS-21 Determinación del porcentaje de saturación de bases (PSB), relación de adsorción de sodio (RAS) y por ciento de sodio intercambiable (PSI).

5.3 Determinaciones para clasificación de suelos

Para realizar estudios e inventarios con propósitos de clasificar suelos, es necesario realizar el muestreo en campo respectivo, además de conducir una serie de determinaciones analíticas, las cuales para este fin, la mayoría de las determinaciones son diferentes a las anteriores, con las interpretaciones respectivas a los análisis y su informe correspondiente para la entrega de la información a los solicitantes de estas evaluaciones. Adicionalmente se enviará copia de la información referida al Inventario Nacional de Suelos para su integración en las bases de datos respectivas. Las principales determinaciones analíticas para evaluaciones para clasificar suelos consideradas en la presente NOM son las siguientes:

- AS-01 Preparación de la muestra.
- AS-02 pH medido en agua.
- AS-23 pH medido en cloruro de calcio.
- AS-24 pH medido en cloruro de potasio.
- AS-03 Densidad aparente.
- AS-05 Humedad del suelo.
- AS-06 Curva de retención de humedad.
- AS-07 Materia orgánica.
- AS-12 Capacidad de intercambio catiónico y cationes intercambiables (calcio, magnesio, sodio y potasio) en suelos neutros.
- AS-13 Capacidad de intercambio catiónico y cationes intercambiables (calcio, magnesio, sodio y potasio) en suelos ácidos y calcáreos.
- AS-18 Medición de la conductividad eléctrica.
- AS-19 Determinación de cationes solubles (calcio, magnesio, sodio y potasio) en el extracto de saturación.
- AS-20 Determinación de aniones solubles (carbonatos, bicarbonatos, cloruros y sulfatos) en el extracto de saturación.
- AS-21 Determinación del porcentaje de saturación de bases (PSB), relación de adsorción de sodio (RAS) y por ciento de sodio intercambiable (PSI).

- AS-22 Determinación del color del suelo.
- AS-26 Determinación de fósforo soluble en ácido cítrico.
- AS-27 Retención de fósforo.
- AS-28 Determinación del tamaño de partículas elementales.
- AS-29 Determinación de carbonatos en el suelo.
- AS-30 Determinación de carbonatos de calcio.
- AS-31 Determinación de yeso.
- AS-32 Medición de la acidez extraíble.
- AS-33 Medición de la acidez y aluminio intercambiables.
- AS-34 Determinación de hierro, aluminio, manganeso y silicio extraíbles con ditionito-citrato: método de Merha y Jackson.
- AS-35 Determinación de hierro, aluminio, manganeso y silicio extraíbles con ditionito-citrato: método de Holmgren.
- AS-36 Determinación de hierro, aluminio y silicio extraíbles con oxalato de amonio ácido.
- AS-37 Determinación de hierro, aluminio y silicio extraíbles con pirofosfato de sodio.
- AS-38 Análisis elemental de arcillas.

6. Evaluación de la conformidad para muestreo de suelos

6.1 Muestreo para determinar fertilidad de suelos

El muestreo de suelos es un procedimiento para la obtención de una o más muestras representativas en un terreno. El muestreo se realizará con base en los parámetros a ser evaluados. Mediante el muestreo la heterogeneidad de los parámetros del suelo a ser evaluados pueden ser estimados en su valor promedio, colectando un determinado número de muestras o de muestras compuestas derivadas de submuestras.

Equipo y material

El material y equipo mínimo necesario para la colecta de muestras de suelo en campo.

1. Barrena de cilindro cerrado o pala recta. La herramienta de muestreo debe garantizar que la muestra obtenida tenga el mismo volumen en espesor y profundidad, de un tamaño suficiente que facilite y permita la formación de las muestras compuestas, que sea fácil de limpiar, resistente al desgaste, útil en suelos arenosos secos y en arcillosos húmedos, y que no contamine las muestras con impurezas.
2. La barrena debe ser fácil de manejar y permitir rapidez en el muestreo.
3. Bolsas de plástico transparente con capacidad para dos kilogramos de suelo.
4. Marcadores de tinta indeleble.
5. Libreta de notas y bolígrafo.
6. Plano, mapa o fotografía aérea de la zona de muestreo.

Procedimiento

1. Subdivisión de unidades de muestreo.

- 1.1. Establecer objetivos para definir las unidades de muestreo.
- 1.2. La unidad de muestreo debe ser un área donde el tipo de suelo en cuanto a textura, color, pendiente, cultivo, manejo, etc., sea aparentemente homogéneo.
- 1.3. Disminuir la heterogeneidad de los atributos que se van a determinar, delimitando las unidades de muestreo o áreas aparentemente homogéneas en el terreno.
- 1.4. Las unidades de muestreo pueden tener una extensión de dos a ocho hectáreas o más si el área en cuestión es muy homogénea. Unidades de muestreo menores a dos hectáreas pueden considerarse cuando el muestreo se practica para cultivos económicamente redituables y mayores a ocho hectáreas cuando se trata de terrenos visualmente homogéneos y manejados de manera uniforme.
2. **Número de submuestras.** Se ha observado que las muestras individuales pueden presentar mayor variación y consumen más tiempo y recursos económicos que las muestras compuestas, por lo que resulta más conveniente colectar y analizar muestras compuestas.
 - 2.1 El número de muestras individuales que deben componer una muestra compuesta varía entre 15 y 40, dependiendo de la heterogeneidad y tamaño de la unidad de muestreo, aunque el número de submuestras es independiente del tamaño de la población.

2.2 Cuando la unidad de muestreo alcance una extensión entre dos y ocho hectáreas se podrán coleccionar entre 10 y 25 submuestras, conservando precisión. De manera práctica se ha calculado que la máxima precisión en el muestreo se puede alcanzar al coleccionar hasta 40 submuestras por muestra.

3. Ubicación de sitios de muestreo.

3.1 Existen varios procedimientos para definir el sitio de colecta de la muestra, siendo el más práctico el muestreo en zig zag, a lo largo de una línea dentro de la unidad de muestreo.

3.2 El muestreo en zig zag inicia por un lado del terreno, escogiendo al azar el punto de partida para definir el plano de muestreo que cubra homogéneamente la unidad de muestreo.

3.3 Ya definido el plano de muestreo se decide la distancia entre los diferentes puntos de muestreo, en relación con el número de submuestras elegido según el objetivo del muestreo.

4. Profundidad de muestreo.

4.1 La profundidad del muestreo se determina en función del objetivo que se persigue.

4.2 Cuando el muestreo es para evaluar la fertilidad de los suelos se debe hacer un muestreo a la profundidad de máxima exploración radical del cultivo en cuestión.

4.3 Generalmente, el muestreo en la mayoría de los cultivos se recomienda realizar a una profundidad entre 0-20 o 0-30 cm.

4.4 Particularmente, del muestreo de suelos con pastos o prados se sugiere hacer un muestreo a una profundidad entre 5 a 10 cm.

4.5 En frutales la recomendación es hacer un muestreo a intervalos de 30 cm hasta el sitio de máxima densidad de raíces.

4.6 En el caso de suelos con sales el muestreo se realiza a la profundidad donde germina la semilla, es decir, de cero a cinco cm.

4.7 Es importante señalar que las profundidades a las que se ha hecho referencia, comienzan a contar después de haber removido los residuos orgánicos no descompuestos.

5. Muestra compuesta.

5.1 La muestra compuesta se debe preparar con submuestras que contengan un mismo volumen de suelo y podrán ser sometidas a un buen proceso de homogeneización.

5.2 La homogeneización de las submuestras debe realizarse dentro de una tina de plástico, con capacidad para 30 kilogramos de suelo, evitando la contaminación con otros materiales.

5.3 El mezclado dentro de la tina de plástico se realiza con una pala de aluminio o de acero inoxidable, de uso manual.

5.4 Después del mezclado de las muestras se forma una torta circular, la que se divide en cuatro partes iguales, de las cuales se desechan dos cuartos opuestos y con los dos restantes se repite el proceso de mezclado indicado anteriormente.

5.5 Repetir el proceso tantas veces como sea necesario, hasta que la muestra final tenga un peso de 1.5 kg.

5.6 La homogeneización de las submuestras puede realizarse en campo cuando se tienen muchas submuestras o en el laboratorio si la cantidad de submuestras es pequeña.

Informe

Debe incluir la información que se indica a continuación:

1. Nombre del productor o interesado.
2. Clave de identificación del lugar donde fue colectada la muestra, si fuera posible sobre un plano o mapa referenciado.
3. Nombre del cultivo establecido o con qué fines se realiza el muestreo.
4. Identificación propia de la muestra.
5. Fecha de colecta de la prueba.

Comentarios

1. Es importante conocer más acerca de la historia del terreno a muestrear y del cultivo, datos como fórmula de fertilización edáfica o foliar, dosis aplicadas, época de aplicación, manejo en general del suelo y del cultivo, rendimientos promedios del cultivo y características climáticas y de relieve de la región. Cuando esta información se obtiene previa al muestreo, es de gran utilidad para definir las unidades de muestreo.
2. Se debe cuidar que los materiales y herramientas utilizados en el muestreo no adicione sustancias o elementos extraños que puedan aumentar la concentración de algún nutrimento en la muestra o que los sustraigan.

6.2 Muestreo para determinar salinidad y/o sodicidad

El muestreo de suelos es un procedimiento para obtener una o más muestras representativas en un terreno. Mediante el muestreo la heterogeneidad de los parámetros del suelo a ser evaluados son estimados en su valor promedio, colectando un determinado número de muestras.

Material y equipo

El material y equipo mínimo necesario para la colecta de muestras de suelo en campo.

1. Barrena de cilindro cerrado o pala recta. La herramienta de muestreo debe garantizar que la muestra obtenida tenga el mismo volumen en espesor y profundidad, de un tamaño suficiente que facilite y permita la formación de las muestras, que sea fácil de limpiar, resistentes al desgaste, útil en suelos arenosos secos y arcillosos húmedos, y que no contamine las muestras con impurezas.
2. La barrena debe ser fácil de manejar y permitir rapidez en el muestreo.
3. Bolsas de plástico transparente con capacidad para dos kilogramos de suelo.
4. Marcadores de tinta indeleble.
5. Libreta de notas y bolígrafo.
6. Plano, mapa, fotomapa del área de muestreo.

Procedimiento

1. Subdivisión de unidades de muestreo.

1. Establecer objetivos para definir las unidades de muestreo.
2. La unidad de muestreo debe ser un área donde el tipo de suelo en cuanto a textura, color, pendiente, cultivo, manejo, etc., sea aparentemente homogéneo.
3. Disminuir la heterogeneidad de los atributos que se van a determinar, delimitando las unidades de muestreo o áreas aparentemente homogéneas en el terreno.
4. Las unidades de muestreo pueden tener una extensión de dos a ocho hectáreas o más si el área en cuestión es muy homogénea. Unidades de muestreo menores a dos hectáreas pueden considerarse.
5. Cuando el muestreo se practica para cultivos económicamente redituables y mayores a ocho hectáreas.
6. Cuando se trata de terrenos planos y manejados de manera uniforme.

2. Número de muestras.

1. Se ha observado que las muestras individuales pueden presentar mayor variación y consumen más tiempo y recursos económicos que las muestras compuestas, sin embargo resulta más conveniente colectar y analizar muestras simples cuando se trata de evaluar la salinidad de un suelo.
2. El número de sitios de muestreo varía dependiendo de la heterogeneidad y tamaño de la unidad de muestreo.

3. Ubicación de sitios de muestreo.

1. Existen varios procedimientos para definir el sitio de colecta de la muestra, siendo el más práctico el muestreo en zig zag a lo largo de una línea, dentro de la unidad de muestreo.
2. El muestreo en zig zag inicia por un lado del terreno, escogiendo al azar el punto de partida para definir el plano de muestreo que cubra homogéneamente la unidad de muestreo.
3. Ya definido el plano de muestreo se decide la distancia entre los diferentes puntos de muestreo en relación con el número de muestras elegido.
4. Se recomienda hacer un muestreo por separado a los manchones evidentemente salinos (costras de sal, sin vegetación o muy raquítica).

4. Profundidad de muestreo.

1. La profundidad del muestreo se determina en función del objetivo que se persigue.
2. Cuando el muestreo es para evaluar la salinidad del suelo se debe hacer un muestreo a la profundidad de máxima exploración radical del cultivo y estratificarse cada 20 cm.
3. La colecta de la muestra se hará de cada una de las capas estratificadas.
4. Es importante señalar que las profundidades a las que se ha hecho referencia, comienzan a contar después de haber removido los residuos orgánicos no descompuestos.

Informe

Debe incluir la información que se indica a continuación:

1. Nombre del productor o interesado.
2. Clave de identificación del lugar donde fue colectada la muestra, si fuera posible un plano.
3. Nombre del cultivo establecido o finalidad de los análisis.
4. Identificación propia de la muestra.
5. Fecha de colecta de la prueba.

Comentario

Se debe cuidar que los materiales y herramientas utilizados en el muestreo no adicione sustancias o elementos extraños que puedan aumentar la concentración de nutrimentos en la muestra, o que los sustraigan.

6.3. Muestreo con propósitos de clasificación de suelos

El suelo es subdividido en estratos y horizontes que evidencian la naturaleza de su desarrollo. Para estudiar sus atributos es necesario obtener muestras lo más representativas posible, tanto de cada sitio de muestreo como del área a estudiar. El muestreo para clasificación y levantamientos de suelos involucra una gran simplificación de la realidad, ya que por razones prácticas incluye la toma de unas muestras sumamente pequeñas y la obtención de datos de análisis de suelos requiere de una muestra todavía más pequeña.

Este muestreo se realizará después de que se hayan hecho los análisis de parámetros detallados en material cartográfico, como fotografías aéreas y/o imágenes de satélite, etc., y que mediante técnicas fotogramétricas y ahora computacionales, se ubican áreas con el mismo patrón de distribución de suelos a mayor o menor escala, en las que se precisan puntos de muestreo representativos. En el sitio de colecta de muestras, después de la apertura del perfil representativo, se obtienen muestras de cada uno de los estratos u horizontes que lo constituyen.

Material y equipo

El material necesario requerido para realizar el muestreo se señala a continuación:

1. Previo a la toma de muestra es necesario la apertura del perfil del suelo, para lo que se requiere una pala recta y una pala curva, para excavar y extraer el suelo más o menos suelto, y cuando esté compacto o ligeramente endurecido, se requerirá además un zapapico para aflojar el suelo.
2. Una vez hecho el pozo se requerirá de un martillo pedológico, una espátula o cuchillo de acero inoxidable para marcar la separación de límites y transición de estratos u horizontes y facilitar la colecta de la muestra de cada capa, conjuntamente con la pala recta.
3. También se requiere de bolsas de plástico con capacidad aproximada de 2 kg para depositar las muestras.
4. Otros materiales necesarios que deben tenerse son: mochila pedológica, etiquetas, marcadores, libretas de notas, mapas, planos y fotografías aéreas del área de estudio, cámara fotográfica o video, geoposicionador y formatos de campo.

Procedimiento**1. Ubicación de puntos de muestreo.**

1. Se establecen los criterios para definir los puntos de muestreo representativos (perfil típico).
2. El punto de muestreo debe ser lo más representativo posible del área, tomando como base los perfiles y barrenaciones que se han realizado previamente en la etapa de reconocimiento del patrón naturaleza y desarrollo de los suelos.

2. Toma de muestra.

1. De cada perfil representativo de muestreo se tomarán tantas muestras como horizontes comprenda el perfil, siempre en orden de abajo hacia arriba.
2. La muestra se colectará de aproximadamente un kg de peso seco o cuando éste se encuentre húmedo deberá ser de dos kg.
3. La muestra será tomada de todo el espesor de la capa (horizonte) y a la misma profundidad.
4. Ocasionalmente dentro de un horizonte o varios del perfil del suelo, se presentan variantes como motas, manchas, etc., mismas que deberán ser muestreadas por separado y además de los análisis generales, para estas muestras se solicitarán análisis especiales.
5. Una vez obtenida la muestra, se registrará la misma conteniendo los datos siguientes: lugar, número de perfil, profundidad o espesor de la capa y fecha de muestreo.

3. Parámetros que deberán analizarse en cada muestra.

1. Los análisis de las muestras de suelo con fines de clasificación serán aquellos parámetros que sirvan para definir las unidades de clasificación, así como a las subunidades de las mismas, cuando éstos sean distintivos de naturaleza química o física, ya que ocasionalmente las subunidades de clasificación se definen por otros parámetros que no son analíticos como: color, etc.
2. Una vez obtenidos los resultados de los análisis de las muestras de cada perfil y específicamente para cada uno de los horizontes de suelo, se analizarán conjuntamente con otros parámetros que se anotan en la descripción del perfil (color, estructura, consistencia, porosidad, etc.), asignando los horizontes genéticos del perfil del suelo y subdivisiones (nomenclatura FAO), posteriormente, se definen los horizontes de diagnóstico tanto superficiales como subsuperficiales con propósito de diagnóstico (Mólico, Umbrico, Hístico, Ocrico o Argílico, Nátrico, Cámbico, Espódico, Gypsicico, etc.), presentes en el mismo y así, clasificar el suelo.

Informe

Para la fácil identificación de la muestra, ésta debe incluir la información que se indica:

1. Nombre del interesado.
2. Nombre del lugar donde se extrajo.
3. Cultivo existente o que se pretende sembrar.
4. Número de perfil.
5. Espesor y número denominación del horizonte.
6. Fecha de colecta.
7. Observaciones.

Comentarios

1. Con el conocimiento y experiencia que se tenga en trabajos pedológicos, en algunas condiciones particulares, climáticas o geológicas, se desarrollan características donde es conveniente realizar análisis adicionales a los de rutina, por ejemplo: hierro y aluminio extraíble en condiciones de acidez o en suelos de Ando, arcilla dispersable en agua, tipos y especies de arcilla, sobre todo cuando se trata de horizontes ferralíticos, argílicos, o bien para suelos con exceso de sales son necesarios algunos cálculos y determinaciones más específicas como contenido de yeso, RAS, etc., cuando se trata de definir unidades de suelos como los Solonetz, Solonchaks o Gypsisoles.
2. Es necesario realizar barrenaciones de referencia en toda el área de estudio para delimitar la superficie dominada por un perfil representativo.
3. Se describen las condiciones generales del sitio de referencia como: clima, topografía, vegetación, geología, altitud, etc. Una vez realizados los análisis y de acuerdo a sus características físicas, químicas, descripción del perfil y datos adicionales de clima, se ubicarán en una taxa de acuerdo al esquema de FAO/UNESCO/ISRIC o a la taxonomía de suelos.

7. Evaluación de la conformidad en los análisis de suelos**7.1. Análisis para evaluar la fertilidad de suelos**

7.1.1. La preparación de muestras del suelo se realizará a través del método AS-01.

Principio y aplicación

Método de preparación de las muestras de suelo con el propósito de caracterizarlo y/o almacenarlo para posteriormente utilizarlo para el mismo propósito. Una vez obtenida la muestra de suelo debe ser llevada al laboratorio en donde deberá ser preparada, para posteriormente someterla a los procesos de análisis correspondientes. La preparación de la muestra es tan importante como el muestreo y análisis de la misma, ya que los errores cometidos en este proceso pueden invalidar el resultado del análisis químico. La preparación de la muestra de suelo incluye el traslado, recepción, registro, secado, molienda, tamizado, homogeneizado, y el almacenamiento para su conservación. Con el propósito de evitar la contaminación de la muestra de suelo y asegurar mayor precisión y exactitud en el resultado del análisis, se deberá realizar esta operación en un lugar especial y limpio. Aspectos a considerar al momento de coleccionar y preparar la muestra de suelo para analizar metales tóxicos:

- ### Debido a que los elementos a estudiar se encuentran generalmente a muy bajas concentraciones, el riesgo de contaminar con los diferentes dispositivos para coleccionar y preparar la muestra es relativamente alta.
- ### Se evitará el uso de material metálico en mal estado o deteriorado, así como el que contiene pintura como protección, dado que son fuente de contaminación con zinc, cadmio y plomo.
- ### La muestra debe ser almacenada en bolsas de polietileno. Cuando sea tamizada debe realizarse esa actividad con un tamiz con malla de nylon.

Material y equipo

1. Etiquetas.
2. Hojas de plástico de 40 x 70 cm.
3. Mazo de madera.
4. Cilindro de madera.
5. Libreta de registro.
6. Tamices de acero inoxidable de malla < 2 mm.
7. Frascos de vidrio de 1 l o cajas de cartón de 2.0 kg de capacidad.

Procedimiento**1. Traslado de la muestra al laboratorio.**

1. Una vez obtenida la muestra en el campo, ésta debe ser cuidadosamente mezclada y reducidas de tamaño las partículas más grandes.
2. Cada muestra debe ir acompañada de una identificación, donde se indique claramente su procedencia, nombre del interesado, profundidad de colecta, relieve, cultivo, historial de fertilización, aplicación de mejoradores, etc., así como las determinaciones requeridas, según el propósito del estudio.
3. Durante el traslado es necesario evitar el efecto de factores como la humedad exterior, O₂, CO₂, luz, calor y otros materiales que puedan cambiar la naturaleza de la muestra.
4. Se debe evitar manejar la muestra con materiales que puedan contaminarla, como por ejemplo: recipientes que se oxiden, cintas adhesivas, etc.

2. Recepción y registro.

1. Al llegar las muestras al laboratorio deberán registrarse con la identificación de campo y una lista de las determinaciones requeridas, incluyendo los métodos.
2. La identificación de campo de la muestra debe incluir los siguientes datos: (a) nombre del interesado; (b) procedencia; (c) fecha del muestreo; (d) número de muestras o submuestras; (e) profundidad de colecta; (f) pendiente del terreno; (g) manejo del terreno, etc.
3. El laboratorio asignará un número de registro a cada muestra, registro que conviene se realice con números seriados, para facilidad del manejo interno.

3. Secado.

1. El secado se realiza con el propósito de facilitar el manejo de la muestra, mejorar la homogeneización y disminuir los cambios químicos indeseables.
2. Las muestras de suelo se secarán al ambiente.
3. El secado debe realizarse extendiendo la muestra de suelo sobre una superficie que no contamine. Puede secarse sobre charolas de plástico, vidrio, aluminio, fibra de vidrio o sobre una superficie de polietileno o papel.
4. La muestra debe extenderse logrando una profundidad inferior de 2.5 cm, colocarse a la sombra a una temperatura no mayor a 35°C y una humedad relativa entre 30 y 70%.

4. Molienda.

1. Para realizar la molienda, deben retirarse con anticipación de la muestra, las rocas y el material orgánico visible.
2. La molienda se realiza con un mazo de madera.

5. Tamizado.

1. El suelo molido se hace pasar por un tamiz con aberturas de dos mm de diámetro (malla 10) de acero inoxidable. Este grado de fineza es conveniente para la mayoría de los análisis requeridos con el propósito de diagnosticar la fertilidad de un suelo.
2. Una vez tamizado el material se separa 1.5 kg de suelo, cantidad suficiente para realizar las determinaciones químicas y físicas que permitirán caracterizar el suelo desde el punto de vista de su fertilidad.

6. Homogeneizado.

1. Este paso es necesario para evitar sesgo en la selección de la submuestra que va a ser destinada para las determinaciones analíticas.
2. El homogeneizado puede lograrse utilizando bolsas de plástico (pueden ser las mismas donde estaban originalmente las muestras), haciendo girar la muestra en todas direcciones.

7. Pesado.

Tamizada y debidamente homogeneizada la muestra de suelo se extrae la submuestra que va a ser utilizada para cada una de las determinaciones analíticas. Esto debe realizarse con espátulas y con la ayuda de pinceles de pelo de camello para limpiar completamente la espátula. La submuestra extraída debe ser pesada con balanza de precisión, de preferencia con aproximación de 0.1%, con respecto a la magnitud de la pesada que se desea realizar.

8. Almacenamiento.

1. Una vez que las determinaciones analíticas han sido realizadas, las muestras deben almacenarse para posteriores comprobaciones u otros usos. Para esto pueden ser utilizados los frascos de vidrio o de plástico perfectamente cerrados, para disminuir los cambios químicos.
2. Estos recipientes deben permanecer herméticamente cerrados y debidamente clasificados. Para esto se recomienda conservar el número de registro del laboratorio, junto con la fineza del material.
3. La muestra almacenada puede sufrir cambios lo cual debe tenerse presente para posteriores usos. En todo caso, es conveniente especificar si los resultados analíticos provienen de muestras recientes o con cierto grado de almacenamiento.

7.1.2. La determinación del pH del suelo medido en agua se realizará a través del método AS-02

Principio y aplicación

Método electrométrico para la determinación del pH en muestras de suelo en una solución de agua pura. La evaluación electrométrica del pH se basa en la determinación de la actividad del ion H mediante el uso de un electrodo cuya membrana es sensitiva al H. En el caso de los suelos el pH se mide potenciométricamente en la suspensión sobrenadante de una mezcla de relación suelo: agua 1:2.

El pH es una de las mediciones más comunes e importantes en los análisis químicos rutinarios de suelo, ya que controla reacciones químicas y biológicas en el suelo. La determinación del pH es afectada por varios factores tales como: el tipo y cantidad de constituyentes orgánicos e inorgánicos que contribuyen a la acidez del suelo, la concentración de sales en la solución, la relación suelo: solución, la presión parcial de bióxido de carbono y el efecto de la suspensión asociado con el potencial de unión, etc.

Reactivos

Los reactivos utilizados en esta determinación deben ser grado analítico y el agua utilizada en la preparación de las soluciones debe ser destilada o desionizada.

1. Agua destilada o desionizada.
2. Soluciones reguladoras de referencia, pH 4.00, 7.00 y 10.00, las cuales se adquieren preparadas o concentradas para diluirse de acuerdo a la instrucción. Estas soluciones deben estar a temperatura ambiente al momento de calibrar el medidor de pH.

Material y equipo

1. Potenciómetro o medidor de pH equipado con electrodo de vidrio en combinación con electrodo de referencia.
2. Balanza con 0.1 g de sensibilidad.
3. Frascos de vidrio o plástico transparente de boca ancha con capacidad de 50 a 100 ml.
4. Pipeta volumétrica de 20 ml.
5. Varilla de vidrio que sirva como agitador manual.
6. Piceta.
7. Cinta métrica.

Procedimiento

1. Pesar 10 g de suelo en un frasco de vidrio o plástico de boca ancha.
2. Adicionar 20 ml. de agua destilada al frasco conteniendo el suelo.
3. Con una varilla de vidrio, agitar manualmente la mezcla de suelo: agua a intervalos de 5 minutos, durante 30 minutos.
4. Dejar reposar durante 15 minutos.
5. Calibrar el medidor de pH con las soluciones reguladoras pH 4.00 y 7.00 o 7.00 y 10.00 según el suelo, enjuagando con agua destilada los electrodos antes de iniciar las lecturas de las muestras.
6. Agite nuevamente la suspensión e introduzca el electrodo en la suspensión.
7. Registre el pH al momento en que la lectura se haya estabilizado.

Informe de la prueba

Debe incluir la información que a continuación se indica:

1. Datos completos de identificación de la muestra.
2. Reportar el valor con número entero y una cifra decimal.
3. Fecha de realización de la prueba.

Comentarios

1. Previo a la lectura calibrar el potenciómetro de pH con solución amortiguadora de referencia para los intervalos dentro de los cuales se va a medir.
2. Las soluciones amortiguadoras de referencia deben conservarse en refrigeración y colocarlas a temperatura ambiente al momento de la calibración del equipo.
3. No se deberá almacenar las soluciones amortiguadoras por mucho tiempo.
4. Muestras de suelo conteniendo una alta concentración de materia orgánica tiende a formar gruesos grumos cuando la relación suelo: solución es similar a la de un suelo mineral, en este caso se deberán de utilizar relaciones más amplias.

Interpretación de resultados

Para la clasificación del suelo en cuanto a su valor de pH se presenta el cuadro siguiente:

Clasificación	pH
Fuertemente ácido	< 5.0
Moderadamente ácido	5.1 - 6.5
Neutro	6.6 - 7.3
Medianamente alcalino	7.4 - 8.5
Fuertemente alcalino	> 8.5

7.1.3. La determinación de la densidad aparente del suelo se realizará a través del método AS-03 utilizando parafina.

Principio y aplicación

Método del terrón parafinado para la determinación de la densidad aparente de los suelos. La densidad aparente de una muestra de suelo es calculada a partir del conocimiento de dos parámetros: la masa del suelo y el volumen total, es decir el volumen de los sólidos y el volumen ocupado por el espacio poroso. En el caso de la masa, ésta se conoce pesando la muestra (terrón) y en el caso del volumen, éste es determinado de manera indirecta recubriendo el terrón con una capa de parafina y pesándolo sumergido en un líquido (agua).

Materiales y equipo

1. Terrones de suelo con un diámetro máximo de 2 cm.
2. Hilo de algodón para cocer ropa.
3. Parafina a punto de fusión (56-60°C).
4. Vaso de precipitados de 500 ml.
5. Termómetro.
6. Estufa.
7. Balanza analítica.

Procedimiento

1. Secar dos o tres terrones de aproximadamente dos cm a la estufa a 105°C hasta peso constante.
2. A uno de estos terrones atarle un hilo procurando que quede bien sujeto y en el otro extremo del hilo hacer una lazada para sujetarla al brazo del platillo de la balanza.
3. Pesar el terrón sujetando la lazada al brazo del platillo de la balanza, éste será el peso del terrón al aire (Pt) a.
4. Sumergir el terrón rápidamente en la parafina derretida a 60°C cuidando que quede totalmente cubierto por una capa delgada y uniforme.

5. Pesar el terrón parafinado al aire que será: (Ptp)a.
6. Pesar el terrón parafinado sumergido en el agua adecuando al interior de la balanza para que se registre únicamente el peso del terrón sumergido en el agua, que será: (Ptp) w.

Cálculos

1. Volumen de H₂O desplazada por el terrón
(Ptp) a - (ptp) w = considerando una $\rho_w = 1 \text{ g/cm}^3$ que es igual (Vt + Vp)
2. (Ptp)a - (Pt)a = Peso de la parafina (Pp)
3. Pp = Vp = Volumen de la parafina (Vp)
4. (Vt + Vp) - Vp = Volumen del terrón (Vt)

$\frac{(Pt)a}{Vt} = \text{Densidad aparente}$

ρ_w = densidad de H₂O

ρ_p = Densidad de la parafina (0.90 g/cm³)

Comentarios

Corregir el valor de la densidad del agua por efecto de temperatura, de acuerdo con el siguiente cuadro de equivalencias:

RELACION DE LA DENSIDAD DEL AGUA CON LA TEMPERATURA

Temperatura (°C)	Densidad del agua (g cm ³)
10	0.99970
12	0.99950
14	0.99924
16	0.99894
18	0.99860
20	0.99820
22	0.99770
24	0.99730
26	0.99678
28	0.99623
30	0.99565
32	0.99503
34	0.99437
36	0.99369

INTERPRETACION DE RESULTADOS

Tipos de suelos	g/cm ³
Orgánicos y volcánicos	Menor de 1.00
Minerales	
Arcillosos	1.0 1.19
Francosos	1.20 1.32
Arenosos	Mayor a 1.32

7.1.4. La determinación de la densidad real con el picnómetro se realizará a través del método AS-04.

Principio y aplicación

Método del picnómetro para la determinación de la densidad real de los suelos. La densidad real de un suelo puede ser calculada a partir del conocimiento de dos parámetros: la masa y el volumen de una cierta cantidad del suelo. La masa es determinada pesando directamente el suelo y el volumen de manera indirecta por el cálculo de la masa y la densidad del agua (o cualquier otro fluido) desplazado por la muestra de suelo.

Pretratamiento de la muestra

1. Destrucción de la materia orgánica. Se utiliza el mismo procedimiento del método de determinación de textura por la Pipeta Lowy.

Materiales y equipo

1. Picnómetros o matraces aforados de 25 ml.
2. Desecador de vacío.
3. Bomba de vacío.
4. Balanza analítica.
5. Suelo seco tamizado con tamiz de 2 mm.
6. Agua destilada y hervida (fría).
7. Embudo de plástico.
8. Termómetros.

Procedimiento

1. Pesar un matraz o picnómetro limpio y perfectamente seco (1).
2. Colocar en el interior del picnómetro 5 g de suelo usando un embudo plástico.
3. Anotar el peso del matraz con suelo, manteniendo el matraz completamente limpio (evitar humedad y/o grasa en las manos) (2).
4. Adicionar agua destilada hervida recientemente y fría hasta la mitad del volumen de matraz; girar éste entre los dedos con mucha suavidad y colocarlo en el desecador de vacío.
5. Hacer vacío durante 15 minutos para eliminar todo el aire retenido en el suelo. La succión de la bomba deberá aumentarse paulatinamente para evitar pérdidas de material por formación de espuma.
6. Dejar reposar dentro del desecador por 30 minutos aproximadamente y eliminar el vacío del desecador paulatinamente, sacar el matraz y llenar hasta aforo con agua destilada hervida y fría, secar perfectamente el exterior y pesar en la balanza analítica (3).
7. Tomar la temperatura de la suspensión.
8. Vaciar el matraz, enjuagarlo perfectamente y llenarlo hasta aforo con agua destilada, hervida y fría.
9. Pesar el matraz con agua y tomar la temperatura, anotarla (4).

Cálculos

Peso de las partículas del suelo (ρ_s)

$$\rho_s = (2) - (1).$$

Volumen de las partículas del suelo (V_s)

$$V_s = \frac{(4) - (1)}{\rho_w} - \frac{(3) - (2)}{\rho_w} = \frac{\text{Peso del agua desplazada por partículas del suelo}}{\text{Densidad del agua}}$$

$$\text{Densidad real } (\rho_s) = \frac{\rho_s}{V_s}$$

Comentarios

Corregir el valor de la densidad del agua por efecto de temperatura, de acuerdo con el siguiente cuadro de equivalencias:

RELACION DE LA DENSIDAD DEL AGUA CON LA TEMPERATURA

Temperatura (°C)	Densidad del agua (g cm ³)
10	0.99970
12	0.99950
14	0.99924
16	0.99894
18	0.99860
20	0.99820
22	0.99770
24	0.99730
26	0.99678
28	0.99623
30	0.99565
32	0.99503
34	0.99437
36	0.99369

7.1.5. La determinación del contenido de humedad del suelo por gravimetría, se realizará a través del método AS-05.

Principio y aplicación

Método gravimétrico para la determinación del contenido de humedad de los suelos, sean estos orgánicos o minerales. El método se basa en la medición o determinación de la cantidad de agua expresada en gramos que contiene una muestra de suelo. Esta masa de agua se referencia de la masa de suelo seco de la muestra. La determinación de la masa de agua se realiza por la diferencia en peso entre la masa de suelo húmedo y la masa de suelo seco. Se considera como suelo seco aquél secado a la estufa a 105°C hasta obtener un peso constante.

Material y equipo

Botes de aluminio para humedad

Estufa con circulación forzada de aire y temperatura controlada

Balanza con aproximación de 0.01 g

Pinzas

Desecador

Procedimiento

1. Lave y limpie perfectamente e identifique los botes de aluminio a utilizar.
2. Los botes con todo y tapa introdúzcalos a la estufa durante 8 horas como mínimo a una temperatura de 105°C posteriormente registre el peso y vuelva a introducir los botes a la estufa hasta que se logre un peso constante en las muestras, todo este procedimiento previo al enfriamiento de los botes que se colocan en un desecador.
3. Utilizando las pinzas, saque los botes del desecador de vacío hasta que se enfríen y péselos con todo y tapa, éste será el peso del bote (PB).
4. Obtenga la muestra deseada, se recomienda sean de 30 a 50 gramos, aproximadamente, y colóquela en el bote de aluminio, en caso de que la muestra vaya a ser transportada es necesario tapar y sellar herméticamente el bote con parafilm.
5. Pese el bote con el suelo húmedo, este peso deberá ser el peso del bote más el suelo húmedo (PB + Psh).
6. Destape el bote con el suelo húmedo, coloque la tapa en la parte inferior e introdúzcalo a la estufa a una temperatura de 105°C.
7. Después de 24 horas saque el bote de la estufa tápelo y colóquelo en el desecador de vacío hasta que se enfríe, posteriormente pese el bote con la muestra seca, este peso será el peso del bote más el peso del suelo seco (PB + Pss).
8. Vuelva a introducir el bote a la estufa y una hora después sáquelo, enfríe en un desecador y pese; repetir este procedimiento hasta obtener el peso constante.

Cálculos

Con los datos obtenidos en el procedimiento, aplicar la siguiente ecuación:

$$\theta_g = \frac{(P B + P s h) - (P B + P s s)}{(P B + P s s) - P B} \times 100$$

Donde:

###g = Contenido de humedad gravimétrica expresado en porcentaje (%).

PB = Peso del bote con tapa (g).

Psh = Peso de suelo húmedo (g).

PB+Psh = Peso del bote más peso del suelo húmedo (g).

PB + Pss = Peso del bote más peso del suelo seco (g).

Comentarios

En muestras de suelos orgánicos, el secado a 105°C puede producir pérdida de masa por oxidación y volatilización de componentes orgánicos. Sin embargo bajo este método esto es inevitable.

El método gravimétrico tiene la ventaja de ser simple y no utilizar equipo sofisticado. La desventaja es que las mediciones no son *in situ* y el muestreo es destructivo al sitio.

7.1.6. La determinación de la curva de retención de humedad por el método del plato y membrana de presión se realizará a través del método AS-06.

Principio y aplicación

Método para la determinación de la curva de retención de humedad. Este método consiste en establecer una serie de puntos que relacionan los contenidos de humedad de una muestra de suelo con valores de potencial o succiones. Por lo general se aplican succiones de 0.3, 0.5, 1.5, 10 y 15 atmósferas, haciendo las determinaciones correspondientes de humedad por el método gravimétrico y posteriormente se traza la gráfica correspondiente, se obtiene una curva de forma hiperbólica la cual se ajusta por medio de una regresión simple.

Reactivos

En este método sólo se emplea agua destilada.

Material y equipo

Suelo seco y tamizado con la malla de 2 mm.

Olla y membrana de presión.

Compresora.

Platos de presión de un bar.

Anillos de hule.

Botes de aluminio.

Aros de lámina para saturación de platos.

Espátula.

Picetas.

Procedimiento

La preparación de la muestra para su proceso tanto en la olla como en la membrana de presión es semejante y consiste esencialmente en los siguientes pasos:

Olla y membrana de presión.

1. Coloque el plato de hasta 1 bar sobre un aro de lámina para saturación de tal manera que el diafragma quede suspendido y se levante el bordo sobresaliente para evitar escurrimientos.
2. Con un vaso de precipitado ya calibrado coloque aproximadamente 25 g de suelo seco y tamizado sobre los anillos de hule que previamente fueron colocados sobre el plato o la membrana de presión; el vaciado debe ser enérgico para evitar segregación de partículas, es posible acomodar hasta 15 muestras por plato y en este caso hay necesidad de tomar el tubo conector de drenaje como punto de referencia para hacer un croquis de localización.
3. Agregue agua destilada a la superficie del plato o membrana, cuidando de no aplicarla sobre las muestras, hasta lograr una lámina de 8-10 mm o que la lámina llegue cerca del bordo superior de los anillos de hule. Conecte al mismo tiempo una manguera de tubo de drenaje del plato para que se introduzca agua al diafragma. Deje las muestras saturando por lo menos durante 16 horas.
4. Pasado el tiempo de saturación, elimine el exceso de agua sobre el plato o la membrana con una pipeta y coloque el plato con la muestra dentro de la olla de presión conectando la manguera de drenaje.
5. Cierre la olla con su tapa, colocando por pares y en forma alternada los pernos, aplique una presión uniforme a todas las tuercas mariposa auxiliándose con una llave.
6. Encienda el compresor y espere a que se genere una presión de por lo menos 200 libras por pulgada cuadrada. Aplique la presión deseada y manténgala hasta obtener el equilibrio que se logra cuando deba de escurrir agua por las perforaciones laterales, el tiempo de equilibrio puede alcanzarse en 18, 24, 36 y 48 horas. La presión a aplicar para el caso de la olla es de 0.3 atm, la cual permite obtener el contenido de humedad a capacidad de campo (cc), en el caso de la membrana es de 15 atm para obtener el contenido de humedad a punto de marchites permanente (pmp).
7. Elimine totalmente la presión dentro de la olla o membrana, remueva la tapa de la olla, aflojando por pares y en forma alternada las tuercas mariposa, desconecte los tubos de desagüe del plato y del tanque y saque las muestras.
8. Remueva las muestras de suelo con ayuda de una espátula, colocándolas dentro de botes de aluminio previamente pesados y pese para obtener el peso de suelo húmedo, posteriormente meta a la estufa para el secado hasta peso constante (24 horas) y obtenga el peso de suelo seco.

Cálculos

Para el cálculo de la curva de retención de humedad se utiliza como base el porcentaje de humedad a capacidad de campo y punto de marchites permanente, el valor de g_{cc} y de g_{pmp} se obtiene por medio de la siguiente fórmula:

$$\theta_g = \frac{(P_{sh} - P_{ss})}{P_{ss}} \times 100$$

g = Contenido de humedad a cc o pmp.

P_{sh} = Peso del suelo húmedo.

P_{ss} = Peso del suelo seco.

Posteriormente con estos datos y aplicando la ecuación del Palacios (1963) se encuentra los contenidos de humedad a la presión de 0.1, 1, 3.2, 10, 20, 50, 250 y 1500 kpa o cualquier otra presión siempre y cuando esté dentro de los rangos de cc y pmp.

$\log g = (K - \log(T - C)) / n$

$C = -0.000014 g_{cc}^{27} + 0.3$

$n = (\log(T_{pmp} - C) - \log(T_{cc} - C)) / (\log P_{pmp} - \log g_{cc})$

$K = \log(T_{pmp} - C) + n \log g_{pmp}$

Donde:

g = humedad en porcentaje.

T = presión elegida.

T_{cc} = presión a cc.

T_{pmp} = presión a pmp.

g_{cc} = porcentaje de humedad a cc.

g_{pmp} = porcentaje de humedad a pmp.

C_c = Capacidad de campo.

P_{pm} = Punto de marchites permanente.

7.1.7. El procedimiento para la determinación de materia orgánica del suelo se realizará a través del método AS-07, de Walkley y Black.

Principio y aplicación

La determinación de materia orgánica del suelo se evalúa a través del contenido de carbono orgánico con el método de Walkley y Black. Este método se basa en la oxidación del carbono orgánico del suelo por medio de una disolución de dicromato de potasio y el calor de reacción que se genera al mezclarla con ácido sulfúrico concentrado. Después de un cierto tiempo de espera la mezcla se diluye, se adiciona ácido fosfórico para evitar interferencias de Fe^{3+} y el dicromato de potasio residual es valorado con sulfato ferroso. Con este procedimiento se detecta entre un 70 y 84% del carbón orgánico total por lo que es necesario introducir un factor de corrección, el cual puede variar entre suelo y suelo. En los suelos de México se recomienda utilizar el factor 1.298 (1/0.77).

Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa.

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

Material

Matraces Erlenmeyer de 500 ml.

Bureta para $K_2Cr_2O_7$ (50 ml).

Bureta para $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (50 ml).

Pipeta volumétrica (10 ml).

Probeta de vidrio (25 ml).

Procedimiento

1. Pesar 0.5 g de suelo seco y pasado por un tamiz de 0.5 mm y colocarlo en un matraz Erlenmeyer de 500 ml. Procesar un blanco con reactivos por triplicado.
2. Adicionar exactamente 10 ml de dicromato de potasio 1 N girando el matraz cuidadosamente para que entre en contacto con todo el suelo.
3. Agregar cuidadosamente con una bureta 20 ml de H₂SO₄ concentrado a la suspensión, girar nuevamente el matraz y agitar de esa forma durante un minuto.
4. Dejar reposar durante 30 minutos sobre una lámina de asbesto o sobre una mesa de madera, evitando las mesas de acero o cemento.
5. Añadir 200 ml de agua destilada.
6. Añadir 5 ml de H₃PO₄ concentrado.
7. Adicionar de 5 a 10 gotas del indicador de difenilamina.
8. Titular con la disolución de sulfato ferroso gota a gota hasta un punto final verde claro.

Cálculos

$$\% \text{ C Orgánico} = \left(\frac{B - T}{g} \right) (N) (0.39) \text{ m c f}$$

Donde:

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

T = Volumen de sulfato ferroso gastado para valorar la muestra (ml).

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

g = Peso de la muestra empleada (g).

mcf = factor de corrección de humedad.

$$\% \text{ Materia orgánica} = \% \text{ C Orgánico} \times 1.724$$

Observaciones

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

El factor 0.39 resulta de multiplicar $\frac{12}{4000} \times \frac{1}{0.77} \times 100 \equiv 0.39$

Donde: $\frac{12}{4000}$ es el peso miliequivalente del C, $\frac{1}{0.77}$ es un factor de corrección debido a que se supone que el método sólo oxida 77% del C, y 100 es la conversión a porcentaje. En la mayoría de los laboratorios se sigue usando el factor de Van Benmelen de 1.724 para estimar la M.O. a partir de C orgánico, el cual resulta de la suposición de que la M.O. contiene un 58% de C, $\frac{1}{0.58} = 1.724$

Alternativamente puede emplearse una solución de sulfato ferroso amónico 0.5N pesar 196.1 g de Fe(NH₄)₂(SO₄)₂·6H₂O, disolverlos en 800 ml de agua destilada con 20 ml de H₂SO₄ concentrado y diluir a 1 L.

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

$$C_c = C - \frac{Cl^-}{12}$$

Donde:

C_c = Contenido de C orgánico en el suelo en porcentaje.

C = Contenido de C orgánico determinado por el método en porcentaje.

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

Interpretación de Resultados de Materia Orgánica

Los valores de referencia para clasificar la concentración de la materia orgánica en los suelos minerales y volcánicos se presenta en el cuadro siguiente:

Clase	Materia orgánica (%)	
	Suelos volcánicos	Suelos no volcánicos
Muy bajo	< 4.0	< 0.5
Bajo	4.1 - 6.0	0.6 - 1.5
Medio	6.1 - 10.9	1.6 - 3.5
Alto	11.0 - 16.0	3.6 - 6.0
Muy Alto	> 16.1	> 6.0

7.1.8. La determinación de nitrógeno inorgánico del suelo se realizará a través del método AS-08.

Principio y aplicación

Método para la determinación de nitrógeno inorgánico extraíble con el procedimiento micro-Kjeldahl. Se utiliza como índice de disponibilidad de nitrógeno en el suelo. Se realizará su evaluación para generar recomendaciones de fertilización. El nitrógeno inorgánico determinado con este procedimiento ha mostrado una alta relación con la respuesta de la planta en estudios de correlación de métodos químicos. Se basa en la extracción del amonio intercambiable por equilibrio de la muestra de suelo con KCl 2 N y su determinación por destilación mediante arrastre de vapor en presencia de MgO. La adición de la aleación de Devarda permite incluir la determinación de nitratos y nitritos.

Reactivos

1. Óxido de magnesio (MgO). Se calcina en una mufla a 600-700°C durante dos horas y se almacena en frascos con tapa hermética, después de enfriarlo en desecador provisto de gránulos de KOH.
2. Solución de ácido bórico con indicador. Disolver 20 g de H₃BO₃ puro en 700 ml de agua caliente y transferir la solución fría a un matraz volumétrico de 1 litro que contenga 200 ml de etanol (96%) y 20 ml de la solución indicadora descrita más abajo. Ajustar a pH de 5.0 con NaOH 0.05 N. Complete el volumen de 1 litro.
3. Mezcla de indicadores. Disolver 0.300 g de verde de bromocresol y 0.165 g de rojo de metilo en 500 ml de etanol (96%).
4. Aleación de Devarda. En (Al:Zn:Cu 10:9:1). Moler si es necesario en un molino de bolas o mortero hasta que el 75% pase un tamiz de 300 mallas.
5. Ácido sulfúrico 0.005 N. Estandarizarlo con THAM (trihidroximetilaminometano).
6. Solución patrón de 50 ppm de N-NH₄ y N-NO₃. Pesar 0.236 g de (NH₄)₂SO₄ y 0.361 g de KNO₃ desecados y diluirlos a 1 litro con agua destilada. Guardar en refrigerador.
7. Solución de cloruro de potasio 2 N. Disolver 1490.8 g de KCl grado reactivo en 8 litros de agua y diluir la solución a 10 litros.

Material y equipo

1. Balanza analítica.
2. Matraces de destilación.
3. Destilador con arrastre de vapor.
4. Microburetas de 5 ml, graduadas a intervalos de 0.01 ml.
5. Matraces Erlenmeyer de 125 ml.
6. Agitador de vaivén regulado a 180 oscilaciones por minuto.

Procedimiento

1. Pesar 5 g de suelo y colocar en un bote de polietileno de 100 ml de capacidad o en un matraz Erlenmeyer de 125 ml.
2. Agregar 50 ml de solución de KCl 2 N y agitar por 60 minutos en agitador de acción recíproca regulado a 180 rpm y centrifugar 5 minutos. Decantar o filtrar si es necesario.
3. Colocar 10 ml de solución H₃BO₃ con indicador en un matraz Erlenmeyer de 125 ml y conectarlo en un tubo de salida del refrigerante, de modo que éste quede en contacto con el líquido.
4. Pipetear una alícuota de 10 a 20 ml del extracto de suelo y colocar en un matraz de destilación y agregar 0.2 g de MgO calcinado y 0.2 g de aleación de Devarda.

5. Conectar el aparato de destilación y destilar hasta completar aproximadamente 30 ml en 3-4 minutos (6-7 ml min⁻¹).
6. Titular la muestra y los blancos (se preparan de forma similar a las muestras) con ácido sulfúrico 0.005 N. En el punto final el color cambia de verde a rosa tenue.

Cálculos

Calcular la cantidad de nitrógeno inorgánico con la siguiente ecuación:

$$N \text{ (ppm)} = (M-B) \times N \times 14 \times (V_i / a) \times 1/p \times 1000$$

Donde:

- M y B= Son los mililitros de ácido sulfúrico usados en la titulación de muestra y el blanco, respectivamente.
- N= La normalidad del ácido.
- V_i= Es el volumen del extractante.
- a= La alícuota destilada.
- p= El peso de la muestra en gramos.

Informe de la prueba

Se reporta la cantidad de N inorgánico (nitratos + amonio + nitritos) en miligramos por kilogramo de suelo (mg Kg⁻¹). Se recomienda el uso de una cifra decimal. Adjunto al resultado debe citarse el método empleado.

Sensibilidad

Con este procedimiento es posible detectar concentraciones de aproximadamente 0.5 mg Kg⁻¹ de nitrógeno inorgánico en el suelo, suficiente para fines de diagnóstico.

Comentarios

No es necesario utilizar cantidades exactas de MgO o de aleación de Devarda en el método descrito, es conveniente el uso de cucharillas de vidrio calibradas a las cantidades referidas.

Interpretación de resultados de Nitrógeno inorgánico

Los resultados de los análisis de nitrógeno inorgánico pueden interpretarse conforme al siguiente cuadro. Los datos que se presentan en él son referidos para aplicarse a cereales de grano pequeño.

Clase	N inorgánico en el suelo mg Kg ⁻¹
Muy bajo	0 - 10
Bajo	10 - 20
Medio	20 - 40
Alto	40 - 60
Muy alto	> 60

7.1.9. La determinación de la textura del suelo por el procedimiento de Bouyoucos se realizará a través del método AS-09.

Principio y aplicación

Método para la determinación de la textura del suelo por el procedimiento de Bouyoucos. La textura del suelo define como la proporción relativa de grupos dimensionales de partículas. Proporciona una idea general de las propiedades físicas del suelo. Su determinación es rápida y aproximada. En general el problema es separar los agregados y analizar sólo las partículas. En el presente método se elimina la agregación debida a materia orgánica y la floculación debida a los cationes calcio y magnesio. No se eliminan otros cementantes como carbonatos. El tiempo de lectura se ha escogido de 40 segundos para la separación de partículas mayores de 0.05 mm (arena) y de 2 horas para partículas de diámetro mayores de 0.002 mm (limo y arena). Estos límites han sido establecidos por el Departamento de Agricultura de Estados Unidos y se han usado para construir el triángulo de texturas.

Reactivos

1. Agua oxigenada al 30%.
2. Oxalato de sodio saturado. Disolver 30 g de oxalato de sodio en 1 litro de agua.
3. Metasilicato de sodio con 36 g L⁻¹ de lectura con el hidrómetro. Disolver 50 g de metasilicato de sodio en 1 litro de agua ajustar la solución hasta que se obtenga una lectura de 36 con el hidrómetro.
4. Hexametáfosfato de sodio (calgón). Disolver 50 g de (Na₃PO₃)₆ en agua destilada y aforar a un litro.

Material y equipo

1. Hidrómetro de Bouyoucos con escala de 0-60.
2. Probetas de 1000 cc.
3. Cilindro de Bouyoucos.
4. Agitador con motor para dispersión.
5. Agitador de mano.
6. Termómetro de -10 a 110°C.

Procedimiento

1. Pesar 60 g de suelo de textura fino o 120 g de suelo de textura gruesa en un vaso de precipitados de 500 ml agregar 40 ml de agua oxigenada y poner a evaporar hasta sequedad, agregar otros 40 ml y observar la reacción. Evaporar nuevamente a sequedad. Repetir hasta que no haya efervescencia al agua oxigenada.
2. En general dos ataques son suficientes para la mayoría de suelos. Después de eliminar la materia orgánica y llevar a sequedad el suelo, pesar 50 g de suelo de textura arcillosa o 100 g de suelo de textura arenosa y ponerlos en un vaso de precipitados de 250 ml. Adicionar agua hasta cubrir la superficie con una lámina de 2 cm. Agregar 5 ml de oxalato de sodio y 5 ml de metasilicato de sodio y dejar reposar durante 15 minutos. Si el suelo tiene mucha arcilla puede prolongarse el tiempo hasta media hora.
3. Pasar las muestras de los vasos de precipitado a las copas del agitador mecánico, pasando todo el material con la ayuda de una piceta. Activar los agitadores y proceder a dispersar cinco minutos. Al finalizar el tiempo de agitación, bajar la copa del dispersor y pasar el contenido a una probeta de 1000 ml o al cilindro de Bouyoucos enjuagando la copa con ayuda de una piceta.
4. Agregar agua destilada hasta completar un litro con el hidrómetro dentro de la suspensión en el caso de la probeta y si utiliza el cilindro de Bouyoucos llevar a la marca inferior (1113 ml) con el hidrómetro dentro de la suspensión. Sacar el hidrómetro y suspender el suelo con un agitador de mano operando durante un minuto.
5. Tomar las lecturas del hidrómetro a los 40 segundos y después de 2 horas de terminada la dispersión con el agitador de mano.
6. Para hacer una lectura, colocar el hidrómetro dentro de la probeta 20 segundos antes del momento de la determinación, cuidando de alterar lo menos posible la suspensión. Después de hacer la lectura se seca el hidrómetro, se lava, se seca y se toma la temperatura. Si por alguna razón al hacer la lectura se acumula espuma alrededor del hidrómetro, agregar unas gotas de alcohol etílico.

Cálculos

Corregir las lecturas del hidrómetro agregando 0.36 por cada grado centígrado arriba de 19.5°C restando la misma cantidad por cada grado abajo de dicha temperatura (tabla de corrección por temperatura). La lectura a los 40 segundos multiplicada por 2 es igual al porcentaje de arcilla más limo. Restando de 100 se obtiene el porcentaje de arena. La lectura obtenida a 2 horas multiplicadas por 2 es igual al porcentaje de arcilla. El porcentaje de limo se obtiene por diferencia. Cuando se usan 100 g no debe multiplicarse por 2 ya que el hidrómetro está calibrado en porcentajes considerando 100 g de suelo. Con los porcentajes de limo, arena y arcilla se determina la textura correspondiente con el triángulo de texturas.

TABLA DE CORRECCION POR TEMPERATURA

TEMP. °C	CORRECCION	TEMP. °C	CORRECCION
15.0	- 1.62	21.5	+ 0.18
15.5	- 1.44	22.0	+ 0.90
16.0	- 1.26	22.5	+ 1.08
16.5	- 1.08	23.0	+ 1.26
17.0	- 0.90	23.5	+ 1.44
17.5	- 0.72	24.0	+ 1.62
18.0	- 0.54	24.5	+ 1.80
18.5	- 0.36	25.0	+ 1.98
19.0	- 0.18	25.5	+ 2.15
19.5	- 0	26.0	+ 2.34
20.0	+ 0.18	26.5	+ 2.52
20.5	+ 0.36	27.0	+ 2.70
21.0	+ 0.54	27.5	+ 2.858
		28.0	+ 3.06

INTERPRETACION DE RESULTADOS

Clave	Clase de textura
R	Arcillosa
RI	Arcillo limosa
Ra	Arcillo arenosa
Cr	Franco arcillosa
CrI	Franco arcillo limosa
Cra	Franco arcillo arenosa
C	Francosas
Cl	Franco limosa
L	Limosa
Ca	Franco arenosa
Ac	Areno francosa
A	Arenosa

7.1.10. La determinación del fósforo aprovechable para suelos neutros y alcalinos se realizará a través del método AS-10, por el procedimiento de Olsen y colaboradores.

Principio y aplicación

Este método, es ampliamente utilizado en estudios de fertilidad de suelos para la determinación de fósforo disponible tanto en suelos neutros como alcalinos. El fósforo determinado con este procedimiento ha mostrado una estrecha relación con la respuesta de los cultivos. El fósforo es extraído del suelo con una solución de NaHCO_3 0.5 M ajustada a un pH de 8.5. En suelos neutros, calcáreos o alcalinos, conteniendo fosfatos de calcio, este extractante disminuye la concentración de Ca en solución a través de una precipitación del CaCO_3 , por tanto la concentración de P en solución se incrementa. En suelos ácidos conteniendo fosfatos de Al y Fe tales como la variscita y estregita, la concentración de P en solución, se incrementa conforme el pH se eleva. Este extractante evita que se presenten reacciones secundarias en suelos ácidos y calcáreos debido a que el nivel de Al, Ca y Fe se mantiene muy bajo en dicha solución.

Reactivos

1. Hidróxido de sodio 1M. Disolver 4 g de NaOH en 100 ml de agua.
2. Bicarbonato de sodio (NaHCO_3) 0.5 M. Disolver 42 g de NaHCO_3 en aproximadamente 1 litro de agua. Ajustar el pH de esta solución a 8.5 mediante la adición de solución de NaOH 1 M. Llevar a volumen con agua destilada. Algunos autores recomiendan adicionar aceite mineral para evitar la exposición de la solución al aire. Guardar la solución en un recipiente de polietileno y revisar el pH de la solución antes de usarse, de requerirse, volver a ajustar a 8.5.
3. Solución de tartrato de antimonio y potasio al 0.5%. Pese 0.5 g de $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$, transféralo a un matraz volumétrico de 100 ml disuélvalo y afore con agua destilada.
4. Solución de molibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$. Disolver 20 g de molibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ en 300 ml de agua destilada. Agregue lentamente bajo constante agitación y con cuidado, 450 ml de H_2SO_4 (14 N) (194.4 ml H_2SO_4 concentrado diluido a 500 ml con agua da una concentración de aproximadamente 14 N). Agregue 100 ml de una solución al 0.5% (p/v) de tartrato de antimonio y potasio. Diluya las mezclas a 1 L con agua destilada. Este frasco se debe tapar y con papel aluminio, proteger de la luz.
5. Solución reductora con ácido ascórbico. Disolver 0.50 g de ácido ascórbico con un poco de solución de molibdato de amonio y aforar a 100 ml con la misma solución. Esta solución es preparada cada vez que se vaya a formar color.

6. Solución patrón de fósforo (200 mg L^{-1}). Pesar exactamente 0.8786 g de fosfato de potasio monobásico (KH_2PO_4) seco al horno a 105°C , disolver en agua y aforar a 1 litro . Guardar en envase de plástico o vidrio y conservar en refrigeración. Algunos autores recomiendan adicionar 25 ml de $\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 7 N}$ antes de aforar para conservar la solución libre de contaminantes biológicos.
7. Solución patrón de 5 mg L^{-1} de P Diluir 5 ml de la solución de 200 mg L^{-1} de P a 200 ml con agua destilada. Preparar fresca cada 5 días.

Material y equipo

1. Tubos de polietileno de 100 ml .
2. Papel Whatman No. 42 o equivalente.
3. Agitador mecánico recíproco, ajustado a 180 oscilaciones por minuto.
4. Balanza analítica.
5. Matraces volumétricos de 50 ml .
6. Bureta de 10 ml .
7. Espectrofotómetro para leer a 880 nm y celdas de vidrio.

Procedimiento

1. Pesar 2.5 g de suelo previamente tamizado por malla de 2 mm y colocarlos en los tubos de polietileno.
2. Adicionar 50 ml de la solución extractora tapar y agitar la suspensión en agitador de acción recíproca durante 30 min. a 180 oscilaciones por minuto.
3. Filtrar inmediatamente a través de papel filtro Whatman No. 42 u otro de calidad similar.
4. Preparar blancos a partir de alícuotas de solución extractora y adicionando todos los reactivos como en las muestras.
5. Tomar una alícuota de 5 ml (o 10 ml si la concentración de P es muy baja) del filtrado y colocarla en un matraz aforado de 50 ml .
6. Agregar 5.0 ml de la solución reductora, agitar y aforar. Leer después de 30 min. pero antes de una hora a una longitud de onda 882 nm (leer previamente la curva de calibración).
7. Preparar una curva de calibración con patrones de $0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8$ y 1.0 mg L^{-1} de P.
8. Pipetear $0, 1, 2, 4, 6$ y 10 ml de una solución de 5 mg L^{-1} de P a matraces aforados de 50 ml .
9. Adicionar un volumen de solución extractante de $\text{NaHCO}_3 \text{ 0.5 M}$ igual a la alícuota empleada para medir en las muestras desconocidas.
10. Llevar a aproximadamente 40 ml con agua y adicionar 5 ml de la solución reductora con ácido ascórbico, aforar.
11. Agitar nuevamente. Leer después de 30 minutos pero antes de una hora a 882 nm , leer las muestras y los patrones al mismo tiempo de reacción, contando el tiempo desde que se agrega el reactivo que genera el complejo hasta el momento de la lectura.

Cálculos

$$P \text{ (mg Kg}^{-1} \text{ de suelo)} = CC \times Vi/p \times Vf/a$$

Donde:

CC= mg L^{-1} de P en la solución. Se obtiene graficando la curva de calibración (absorbancia contra mg L^{-1}) e interpolando en la misma los valores de absorbancia de las muestras analizadas a las cuales previamente se les ha estado el valor promedio de los blancos o por medio de una regresión simple.

Vi= volumen de la solución extractora adicionada.

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

Vf= volumen final de la solución colorimétrica a leer.

a= alícuota de la muestra empleada para la cuantificación.

Informe de la prueba

Los resultados se expresan en mg Kg^{-1} . Se deberá expresar mediante el uso de una cifra decimal. Adjunto al resultado debe especificarse el método empleado.

Comentarios

Se usarán recipientes de plástico para almacenar la solución extractante. En caso de utilizar vidrio, esta solución deberá prepararse cada mes.

Interpretación de resultados Fósforo Olsen

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

Clase	mg Kg ⁻¹ de P
Bajo	< 5.5
Medio	5.5 – 11
Alto	> 11

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

7.1.11. La determinación del fósforo extraíble en suelos neutros y ácidos se realizará a través del método AS-11, por el procedimiento de Bray y Kurtz 1.

Principio y aplicación

Este método, es ampliamente utilizado en estudios de fertilidad de suelos para la determinación de fósforo disponible en suelos ácidos. El fósforo determinado con este procedimiento ha mostrado una estrecha relación con la respuesta de los cultivos. La solución extractora de P consiste de una combinación de HCl y NH₄F la cual remueve formas de P ácido solubles como los fosfatos de calcio y una porción de fosfatos de aluminio y hierro. El NH₄F disuelve los fosfatos de aluminio y de hierro al formar un ion complejo con estos iones metálicos en solución ácida.

Reactivos

1. Solución de fluoruro de amonio 1 N. Disolver 37 g de NH₄F en agua destilada y diluir hasta un litro. Conservar esta solución en botella de polietileno.
2. Acido clorhídrico 0.5 N. Diluir 20.4 ml de HCl concentrado hasta 500 ml con agua destilada.
3. Solución extractora Bray-kurtz 1. Mezclar 30 ml de la solución de fluoruro de amonio 1 N con 50 ml de la solución de ácido clorhídrico 0.5 N y diluir a un litro con agua destilada. La solución resultante es 0.03 N en NH₄F y 0.025 N en HCl y es estable por más de un año si se conserva en frasco de polietileno.
4. Solución de tartrato de antimonio y potasio al 0.5%. Pese 0.5 g de K(SbO) C₄H₄O₆.1/2 H₂O, transféralo a un matraz volumétrico de 100 ml disuélvalo y afore con agua destilada.
5. Solución de molibdato de amonio [(NH₄)₆Mo₇O₂₄. 4H₂O]. Disolver 20 g de molibdato de amonio [(NH₄)₆Mo₇O₂₄. 4H₂O]. en 300 ml de agua destilada. Agregue lentamente bajo constante agitación y con cuidado, 450 ml de H₂SO₄ (14 N) (194.4 ml H₂SO₄) concentrado diluido a 500 ml con agua da una concentración de aproximadamente 14 N). Agregue 100 ml de una solución al 0.5% (p/v) de tartrato de antimonio y potasio. Diluya las mezclas a 1 litro con agua destilada. Este frasco se debe mantener tapado y con papel aluminio y protegido de la luz.
6. Solución reductora con ácido ascórbico. Disolver 0.50 g de ácido ascórbico con un poco de solución patrón de molibdato de amonio y aforar a 100 ml con la misma solución. Esta solución es preparada cada vez que se vaya a formar color.
7. Solución patrón de 200 mg L⁻¹ de P. Disolver 0.8786 g de fosfato dihidrógeno de potasio (KH₂PO₄), seco al horno, en agua y diluirla a un litro. Esta solución contiene 200 mg L⁻¹ y debe guardarse refrigerada en frasco de plástico o de vidrio blando (no Pyrex) para evitar contaminación con arsénico. Algunos autores recomiendan agregar antes de enrasar 25 ml de H₂SO₄ 7 N, lo cual ayudará a su conservación indefinida.
8. Solución patrón de 10 mg L⁻¹ de P. Diluir 10 ml (medidos con bureta) de la solución de 200 mg L⁻¹ P en 200 ml con agua destilada.

Material y equipo

1. Tubos de polietileno de 50 ml.
2. Papel Whatman No. 42.
3. Balanza analítica.
4. Espectrofotómetro para hacer lecturas a 880 nm y celdas.

5. Agitador mecánico recíproco ajustado a 180 oscilaciones por minuto.
6. Bureta de 10 ml.
7. Matraces volumétricos de 50 ml.

Procedimiento

1. Pesar 2.5 g de suelo previamente tamizado por malla de 2 mm y colocarlo en un tubo de polietileno de 50 ml.
2. Adicionar 25 ml de la solución extractora taparlo.
3. Agitar la suspensión en agitador de acción recíproca regulado a 180 oscilaciones por minuto, por 5 min.
4. El extracto se filtra a través de papel Whatman No. 42 u otro de calidad similar. Debe recordarse que algunos papeles filtro pueden contener cantidades altas de fósforo.
5. Tomar una alícuota de 2 a 40 ml del extracto, dependiendo de la concentración de P en solución (alícuotas de 5 a 10 ml son en general adecuadas para suelos bajos y medios en P) y colocarla en un matraz aforado de 50 ml.
6. Adicionar agua hasta completar aproximadamente 40 ml. Si es que se usa una alícuota inferior a este volumen.
7. Agregar 5 ml de la solución reductora, agitar y completar a volumen.
8. Esperar 30 minutos y leer la intensidad de la absorción de luz a 882 nm (nanómetros).
9. Preparar blancos siguiendo el mismo procedimiento que en las muestras.
10. Preparar una curva de calibración que contenga puntos correspondientes a 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 y 5 mg L⁻¹ de P. Para ello colocar en matraces aforados de 50 ml 0, 5, 10, 15, 20 y 25 ml de la solución de 10 mg L⁻¹ de P y proseguir en la forma descrita para las muestras.
11. Adicionar un volumen de solución extractante igual a la alícuota empleada para medir en las muestras conocidas.
12. Llevar a aproximadamente 40 ml con agua y adicionar 5 ml de la solución reductora, agitar y completar a volumen.
13. Esperar 30 minutos y leer la intensidad de la absorción de luz a 862 nm (nanómetros).

Cálculos

$$P \text{ (mg Kg}^{-1} \text{ de suelo)} = CC \times V_f/A \times V_i/p$$

Donde:

CC= mg L⁻¹ de P en la solución. Se obtiene graficando la curva de calibración (absorbancia contra mg L⁻¹) e interpolando en la misma los valores de absorbancia de las muestras analizadas a las cuales previamente se les ha restado el valor promedio de los blancos o por medio de una regresión simple.

V_f= volumen final de la solución colorimétrica, ml.

A= alícuota del extracto usado colorimetría, ml.

V_i= volumen de la solución empleada para hacer el extracto, ml.

p= peso de la muestra seca al aire.

Informe de la prueba

Los resultados del contenido de P disponible en el suelo se reportan en miligramos por kilogramo de suelo (mg Kg⁻¹). Se recomienda el uso de una cifra decimal. Adjunto al resultado debe hacerse referencia al método empleado.

Interpretación de resultados de Fósforo Bray y Kurtz 1

Los resultados de los análisis de suelos pueden ser interpretados de manera aproximada con el siguiente cuadro.

Clase	Mg Kg ⁻¹ de P
Bajo	< 15
Medio	15 - 30
Alto	> 30

Es necesario considerar que para cada condición climática y cultivo existe un nivel diferente de aprovechamiento del fósforo del suelo. Por lo que si se conocen los criterios de interpretación para algún suelo y cultivo determinado, éstos se reportarán junto con el resultado del análisis.

7.1.12. La determinación de la capacidad de intercambio catiónico y bases intercambiables del suelo se realizará a través del método AS-12, con acetato de amonio.

Principio y aplicación

Método para la determinación de la capacidad de intercambio catiónico (CIC) y bases intercambiables (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ y K^+) de los suelos, empleando acetato de amonio 1N, pH 7.0, como solución saturante. El método para la determinación consiste en la saturación de la superficie de intercambio con un catión índice, el ion amonio; lavado del exceso de saturante con alcohol; desplazamiento del catión índice con potasio y determinación del amonio mediante destilación. El amonio se emplea como catión índice debido a su fácil determinación, poca presencia en los suelos y porque no precipita al entrar en contacto con el suelo. La concentración normal que se usa asegura una completa saturación de la superficie de intercambio y como está amortiguada a pH 7.0, se logra mantener un cierto valor de pH. El lavado con alcohol pretende desplazar el exceso de saturante y minimizar la pérdida del amonio adsorbido.

Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa, cuando se hable de agua se debe entender agua desionizada o destilada. Las soluciones para este análisis deben almacenarse en recipientes de polietileno.

1. Solución de acetato de amonio 1.0N, pH 7.0. Diluir 57 ml de ácido acético glacial (99.5%) con agua a un volumen de aproximadamente 500 ml. Agregar 60 ml de hidróxido de amonio concentrado, diluir con agua a un volumen de 990 ml, mezclar completamente, ajustar a pH 7.0 y diluir a un volumen final de 1 litro con agua.
2. Una alternativa en el punto anterior consiste en pesar y disolver 77 g de acetato de amonio ($\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$) en 900 ml de agua y de ser necesario ajustar a pH 7.0 y entonces completar a un litro con agua.
3. Alcohol etílico, usar $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ grado industrial.
4. Solución de cloruro de sodio al 10%. Pesar 100 g de cloruro de sodio grado analítico y disolver en 1 L de agua empleando un matraz aforado.
5. Solución de cloruro de amonio 1N. Pesar 53.50 g de NH_4Cl y disolver en agua. Ajustar a pH 7.0 con hidróxido de amonio y diluir a 1 litro empleando un matraz aforado.
6. Solución de cloruro de amonio 0.25N. Pesar 13.38 g de NH_4Cl y disolver en agua. Ajustar a pH 7.0 con hidróxido de amonio y diluir a 1 litro empleando un matraz aforado.
7. Indicador mixto. Mezclar volúmenes iguales de rojo de metilo al 0.66% y de verde de bromocresol al 0.99%. Ambos disueltos en etanol al 95%.
8. Solución de ácido bórico. Usar H_3BO_3 al 2% en agua destilada que contenga 10 ml del indicador por litro.
9. Ácido clorhídrico diluido valorado. Usar HCl 0.01 N.
10. Hidróxido de sodio al 40%. Disolver 400 g. de NaOH en agua destilada y llevar a 1000 ml.
11. Nitrato de plata 0.1 N. Disolver 16.98 g de AgNO_3 en agua destilada y llevar a 1000 ml.
12. Solución de lantano acidificada. Pesar 7.742 g de $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en un matraz volumétrico de 250 ml con agua destilada añadir 17.5 ml de HNO_3 concentrado y aforar.
13. Solución diluida de lantano acidificada. Tomar 50 ml de la solución de lantano acidificada en un matraz volumétrico de 500 ml y aforar con agua destilada.
14. Solución de cloruro de cesio acidificada. Disolver 11.12 g de CsCl y 250 ml de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ en 500 ml de agua en un matraz volumétrico de 1000 ml, añadir 20 ml de HNO_3 2 M y aforar con agua.
15. Solución de ácido nítrico 2 M. Diluir 7 ml de HNO_3 concentrado en agua, aforar a 100 ml en un matraz volumétrico.

Material

1. Tubos de centrifuga de 50 ml con fondo redondo.
2. Agitador mecánico.
3. Centrifuga con capacidad para 8 o 16 tubos.
4. Matraces volumétricos de 100 ml.
5. Matraces Erlenmeyer de 125 ml.
6. Aparato de destilación.

Procedimiento

1. Pesarse 5 g de suelo secado al aire y tamizado por malla de abertura de 2 mm y transferirlo a un tubo de centrifuga de 50 ml. Agregar 33 ml de solución de acetato de amonio. Tapar y agitar en posición horizontal durante 10 minutos. Luego, centrifugar hasta que el líquido sobrenadante esté claro. Esto se logra fácilmente centrifugando a 2500 rpm. Decantar el líquido en un matraz de 100 ml y repetir la extracción otras dos veces, aforar con acetato de amonio y guardarlo para la posterior determinación de las bases intercambiables (solución A).
2. Agregar 30 ml de la solución de cloruro de amonio 1N; agitar durante 10 minutos y luego centrifugar hasta que el líquido sobrenadante esté claro y desecharlo. Adicionar 30 ml de la solución de cloruro de amonio 0.25N, agitar durante 10 minutos, centrifugar y desechar el sobrenadante. Lavar la muestra con porciones de alcohol de 30 ml agitando durante 10 minutos, centrifugar y eliminar el sobrenadante cada vez. El lavado termina cuando la prueba de cloruros en el decantado sea mínima.
3. Prueba de cloruros. Pipetear 10 ml del sobrenadante alcohólico en un tubo de ensaye y agregar 4 o 5 gotas de nitrato de plata, si se observa un ligero precipitado blanco, la reacción es positiva y se debe continuar el lavado hasta que la prueba de cloruros sea negativa.
4. Reemplazar el amonio adsorbido con tres porciones de 33 ml de cloruro de sodio al 10%, agitando durante 10 minutos y centrifugando cada vez. Decantar cada reemplazo en un matraz volumétrico de 100 ml y completar al volumen. Determinar el amonio a partir de una alícuota de 10 ml, la cual se transfiere a un matraz Kjeldahl de 300 ml, se le agregan aproximadamente 8 ml de NaOH al 40% y se conecta al aparato de destilación microkjeldahl. Recoger el producto de la destilación en un matraz Erlenmeyer que contenga 10 ml de mezcla de indicador y ácido bórico. Determinar por titulación con HCl 0.01N.

Cálculos

Si se pesan 5 g de muestra entonces la capacidad de intercambio catiónico expresado en $\text{Cmol}(+) \text{Kg}^{-1}$ de suelo (CIC) se calculará de la forma siguiente:

$$\text{CIC} = 200 (V) (N)$$

En donde:

V = volumen (ml) de HCl empleado al titular lo destilado en la solución borada.

N = normalidad del HCl.

$$200 = \frac{100}{\text{alícuota}} \times \frac{100}{\text{peso de suelo}};$$

alícuota = 10 ml y peso de suelo = 5 g.

Presentación de resultados

Expresar el resultado solamente con una cifra decimal, por ejemplo: $14.5 \text{ Cmol}(+) \text{Kg}^{-1}$ de suelo secado al aire.

Determinación de Ca y Mg intercambiables

1. Pipetear 0.5 ml de la solución A en un tubo de ensaye.
2. Añadir 9.5 ml de la solución diluida de lantano y mezclar.
3. Medir la concentración de Ca y Mg en las series estándar, el blanco y la muestra por espectrofotometría de absorción atómica a una longitud de onda de 422.7 y 285.2 nm, respectivamente, usando una flama de aire-acetileno.

Cálculos

$$\text{Ca (Cmol}(+) \text{Kg}^{-1}) = (a - b) \times \frac{100}{1000} \times 20 \times \frac{1000}{10w} \times \frac{2}{40.08} = 9.98 \times \frac{a - b}{w}$$

$$\text{Mg (Cmol}(+) \text{Kg}^{-1}) = (a - b) \times \frac{100}{1000} \times 20 \times \frac{1000}{10w} \times \frac{2}{24.32} = 16.447 \times \frac{a - b}{w}$$

Donde:

a= Concentración de Ca o Mg medido en la muestra (mg L^{-1}).

b= Concentración de Ca o Mg medido en el blanco (mg L^{-1}).

w= Peso del suelo seco (g)

Determinación de Na y K intercambiables

1. Pipetear 1.0 ml de la solución A en un tubo de ensaye.
2. Añadir 1.0 ml de la solución de cloruro de cesio acidificada.
3. Añadir 8 ml de agua y mezclar.
4. Medir la concentración de Na y K en las muestras el blanco y las series estándar por espectrofotometría de emisión de flama.

Cálculos

$$\text{Na (Cmol (+) Kg}^{-1}\text{)} = (a - b) \times \frac{100}{1000} \times 10 \times \frac{1000}{10w} \times \frac{1}{23.00} = 4.347 \times \frac{a - b}{w}$$

$$\text{K (Cmol (+) Kg}^{-1}\text{)} = (a - b) \times \frac{100}{1000} \times 10 \times \frac{1000}{10w} \times \frac{1}{39.1} = 2.557 \times \frac{a - b}{w}$$

Donde:

a= Concentración de Na o K medido en la muestra (mg L⁻¹).

b= Concentración de Na o K medido en el blanco (mg L⁻¹).

w= Peso del suelo seco (g).

Comentarios

La CIC no deberá expresarse como me/100 g, ya que las unidades preferidas por el SI son Cmol(+) kg⁻¹, pero para que los valores de la CIC sean familiares se dividirá por 100. Por lo tanto, la CIC es expresada como Cmol (+) kg⁻¹. El signo (+) es añadido para indicar que la CIC deberá ser expresada como moles de cationes monovalentes; por lo tanto los iones divalentes cuentan el doble.

Interpretación de resultados de la Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC)

La Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC) es una propiedad química a partir de la cual es posible inferir acerca del tipo de arcilla presente, de la magnitud de la reserva nutricional y del grado de intemperismo de los suelos. El resultado numérico de la determinación sirve además como base en el cálculo del porcentaje de saturación de bases que es un dato ampliamente usado en los estudios pedológicos y de fertilidad. Para poder inferir sobre los minerales arcillosos presentes en los suelos hay que considerar la medición hecha por Grim (1953) en los silicatos laminares del tipo 1:1 y 2:1 empleando acetato de amonio 1N, pH 7.0.

Grupo	CIC (Cmol(+) Kg ⁻¹)
Caolinitas	3 - 15
Esmectitas	80 - 150
Micas hidratadas	10 - 40
Vermiculitas	100 - 150
Cloritas	10 - 40

Con respecto al grado de intemperismo se considera que un valor de CIC inferior a 10 Cmol (+) Kg⁻¹ de suelo en un horizonte B con más de 30 a 40% de arcilla indica la ausencia de minerales primarios intemperizables y la acumulación de minerales secundarios del grupo caolinítico y óxidos libres. Por lo que respecta a la reserva nutricional se considera que ésta es abundante cuando la CIC es mayor de 25 Cmol (+) Kg⁻¹ de suelo. La fertilidad se realizará de conformidad con clasificación elaborada con los resultados analíticos obtenidos con métodos apropiados tanto en suelos ácidos como alcalinos.

Clase	CIC (Cmol(+) Kg ⁻¹)
Muy alta	> 40
Alta	25 - 40
Media	15 - 25
Baja	5 - 15
Muy baja	> 5

Interpretación de resultados de calcio, magnesio y potasio (Ca, Mg y K). Los resultados de los análisis de las bases intercambiables pueden interpretarse en el siguiente cuadro:

CLASE	Ca	Mg	K
Muy baja	menor - 2	menor - 0.5	menor - 0.2
Baja	2 - 5	0.5 - 1.3	0.2 - 0.3
Media	5 - 10	1.3 - 3.0	0.3 - 0.6
Alta	mayor - 10	mayor - 3.0	mayor - 0.6

7.1.13. La determinación de la capacidad de intercambio catiónico en suelos ácidos y calcáreos y bases intercambiables, se realizará a través del método AS-13, con tiourea de plata.

Principio y aplicación

Método para determinar la Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC) y bases intercambiables (Ca, Mg, Na y K) de los suelos ácidos y calcáreos, empleando tiourea de plata (Ag TU) 0.01 M como solución saturante. El procedimiento consiste en equilibrar una muestra de suelos con una solución de Ag TU 0.01M. La afinidad de este reactivo por las cargas negativas de las partículas del suelo permite una completa saturación, aun cuando el suelo contenga relativamente altas concentraciones de otras sales. Esto requiere de una sola etapa, o sea, la extracción y centrifugación para que el intercambio sea completo. Por lo tanto el sobrenadante contendrá todos los cationes intercambiables.

Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico cuando se hable de agua se debe entender agua desionizada o destilada. Las soluciones para este análisis deben almacenarse en recipientes de polietileno.

1. Solución de nitrato de plata 0.04M. Disolver 3.4 g de AgNO₃ en 500 ml de agua.
2. Solución de tiourea de plata 0.01M. Disolver 15.0 g de tiourea en un litro de agua y filtrar a través de papel Whatman 42 o su equivalente recibiendo el filtrado de un frasco volumétrico de 2000 ml. Agregar mientras mezcla la solución de nitrato de plata 0.04 M y aforar con agua. Almacenar en la oscuridad.
3. Solución de tiourea 0.1 M. Disolver 7.5 g de tiourea en un litro de agua y filtrar a través de papel Whatman 42 o su equivalente.
4. Solución estándar de 500 mg L⁻¹ de Ag. Disolver 0.3937 g de AgNO₃ en agua en un matraz volumétrico de 500 ml y aforar el volumen con agua. Almacenar en la oscuridad.
5. Solución estándar diluida de 100 mg L⁻¹ de Ag, Pipetear 20 ml de la solución estándar en un matraz volumétrico de 100 ml y diluir al volumen con agua. Almacenar en condiciones de oscuridad.
6. Solución de ácido nítrico 1 M. Diluir 70 ml de HNO₃ concentrado en agua aforando a 1000 ml en un matraz volumétrico.
7. Series estándar. Pipetear en matraces volumétricos de 100 ml 0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 ml. respectivamente, de la solución diluida estándar y agregar 0.5 ml de la solución de tiourea 0.1 M, adicionar 10 ml de la solución de HNO₃ 1 M a cada uno, y aforar el volumen con agua. La concentración de Ag en esta serie estándar es de 0, 2, 4, 6, 8 mg L⁻¹.
8. Solución de lantano acidificada. Pesar 7.742 g de La(NO₃)₃ 6H₂O en un matraz volumétrico de 250 ml, añadir algo de agua y 17.5 ml de HNO₃ concentrado, aforar con agua.
9. Solución estándar de 1000 mg L⁻¹ de Ca. Pesar 2.5 g de CaCO₃ en un vaso de precipitado de 250 ml, añadir aproximadamente 100 ml de agua, y 12.5 ml de HCl 4M hervir para eliminar el CO₂ (si permanecen partículas de CaCO₃ añadir 2 ml más de HCl 4M). Enfriar y transferir la solución a un matraz volumétrico de un litro y aforar con agua.
10. Solución estándar de 100 mg L⁻¹ de Mg. Pesar 1.013 g de MgSO₄ 7H₂O en un matraz volumétrico de un litro y aforar con agua.
11. Solución estándar mezclada, 100 mg L⁻¹ de Ca y 10 mg L⁻¹ de Mg tomar 10 ml de la solución estándar de 1000 mg L⁻¹ de Ca y 10 ml de la solución estándar de 100 mg L⁻¹ de Mg en un matraz volumétrico de 100 ml y aforar con agua.

12. Solución diluida de lantano acidificada. Tomar 50 ml de la solución de lantano acidificada en un matraz volumétrico de 500 ml y aforar con agua.
13. Series estándar. Pipetear 0, 2.0, 3.0, 4.0 y 5.0 ml, respectivamente, de la solución estándar mezclada en seis matraces volumétricos de 100 ml y agregar 5.0 ml de tiourea 0.1 M y 9.5 ml de la solución diluida de lantano y aforar. La concentración de las series estándar es de: 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 y 0.5 mg L⁻¹ de Mg y 0, 1, 2, 3, 4 y 5 mg L⁻¹ de Ca y Mg.
14. Solución de cloruro de cesio acidificada. Disolver 11.12 g de CsCl y 250 g de Al(NO₃)₃ 9H₂O en aproximadamente 500 ml de agua en un matraz volumétrico de 1000 ml, añadir 20 ml de HNO₃ 2M y aforar con agua.
15. Solución de ácido nítrico 2 M. Diluir 7 ml de HNO₃ concentrado en agua aforando a 100 ml en un matraz volumétrico.
16. Solución estándar de 1000 m L⁻¹ de K y 400 mg L⁻¹ de Na. Disolver 1.9068 g de KCl y 1.0168 g NaCl en agua en un matraz volumétrico de 1000 ml y aforar con agua.
17. Solución estándar diluida de 100 mg L⁻¹ de K y 40 mg L⁻¹ de Na. Pipetear 25 ml de la solución estándar en un matraz volumétrico de 250 ml, aforar con agua.
18. Serie estándar de Na y K. Pipetear 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 y 5.0 ml de la solución estándar diluida en seis matraces volumétricos de 100 ml, respectivamente, añadir un poco de agua, 10 ml de tiourea 0.1 M y 9 ml de la solución de CsCl aforar con agua y mezclar. Esta serie estándar tiene concentraciones de: 0, 1, 2, 3, 4 y 5 mg L⁻¹ de K y 0,0.4, 0.8, 1.2, 1.6 y 2 mg L⁻¹ de Na.

Material y equipo

1. Material común de laboratorio.
2. Tubos de centrifuga de polipropileno de 50 ml de capacidad con tapón de rosca.
3. Agitador mecánico de agitación recíproca.
4. Centrifuga.
5. Espectrofotómetro de absorción atómica.

Procedimiento para determinar CIC

1. Pesar 1 g de muestra pasada por un tamiz de 0.5 mm de abertura.
2. Pasarlo a un tubo de centrifuga de polietileno de 50 ml.
3. Añadir 30 ml de la solución de tiourea de plata 0.01 M.
4. Preparar un blanco, es decir, a un tubo de centrifuga sin suelo, añadir 30 ml de la solución de tiourea de plata 0.01 M.
5. Tapar y agitar en posición horizontal durante cuatro horas.
6. Centrifugar a 2500 rpm durante 10 minutos.
7. Filtrar a través de papel filtro No. 41 o equivalente (solución A).
8. Pipetear 0.5 ml de esta solución a matraces volumétricos de 100 ml, diluir aproximadamente a 50 ml con agua, añadir 10 ml de HNO₃ 1 M mezclar y aforar con agua.
9. Medir la concentración de Ag en las series estándar, la muestra y el blanco por espectrofotometría de absorción atómica a 328.1 nm de longitud de onda, usando una flama de aire-acetileno.

Cálculos

$$CIC (C m o l (+) K g^{-1}) = (b - a) \times 200 \times \frac{30}{1000} \times \frac{1000}{10w} \times \frac{1}{107.87} = 5.562 \times \frac{b - a}{w}$$

Donde:

a= Concentración de Ag medida en la muestra (mg L⁻¹).

b= Concentración de Ag medida en el blanco (mg L⁻¹).

w= Peso de suelo seco (g).

Determinación de Ca y Mg intercambiables

1. Pipetear 0.5 ml de la solución A en un tubo de ensaye.
2. Añadir 9.5 ml de la solución diluida de lantano y mezclar.
3. Medir la concentración de Ca y Mg en las series estándar, el blanco y la muestra por espectrofotometría de absorción atómica a una longitud de onda de 422.7 y 285.2 nm, respectivamente, usando una flama de aire-acetileno.

Cálculos

$$\text{Ca (Cmol (+) Kg}^{-1}) = (a - b) \times \frac{30}{1000} \times 20 \times \frac{1000}{10w} \times \frac{2}{40.08} = 2.994 \times \frac{a - b}{w}$$

$$\text{Mg (Cmol (+) Kg}^{-1}) = (a - b) \times \frac{30}{1000} \times 20 \times \frac{1000}{10w} \times \frac{2}{24.32} = 4.934 \times \frac{a - b}{w}$$

Donde:

a= Concentración de Ca o Mg medido en la muestra (mg L⁻¹)

b= Concentración de Ca o Mg medido en el blanco (mg L⁻¹)

w= Peso del suelo seco (g)

Determinación de Na y K intercambiables

1. Pipetear 1.0 ml de la solución A en un tubo de ensaye.
2. Añadir 1.0 ml de la solución de cloruro de cesio acidificada.
3. Añadir 8 ml de agua y mezclar.
4. Medir la concentración de Na y K en las muestras el blanco y las series estándar por espectrofotometría de emisión de flama.

Cálculos

$$\text{Na (Cmol (+) Kg}^{-1}) = (a - b) \times \frac{30}{1000} \times 10 \times \frac{1000}{10w} \times \frac{1}{23.00} = 1.304 \times \frac{a - b}{w}$$

$$\text{K (Cmol (+) Kg}^{-1}) = (a - b) \times \frac{30}{1000} \times 10 \times \frac{1000}{10w} \times \frac{1}{39.1} = 0.767 \times \frac{a - b}{w}$$

Donde:

a= Concentración de Na o K medido en la muestra (mg L⁻¹).

b= Concentración de Na o K medido en el blanco (mg L⁻¹).

w= Peso del suelo seco (g).

Comentarios

La CIC no deberá expresarse como me/100 g, ya que las unidades preferidas por el SI son mol Kg⁻¹, pero para que los valores de la CIC sean familiares se dividirá por 100. Por lo tanto, la CIC es expresada como Cmol Kg⁻¹. El signo (+) es añadido para indicar que la CIC deberá ser expresada como moles de cationes monovalentes; por lo tanto los iones divalentes cuentan el doble.

7.1.14. La determinación de micronutrientes (hierro, manganeso, zinc y cobre) disponibles y metales contaminantes (plomo, cadmio y níquel) en el suelo, se realizará a través del método AS-14.

Principios y aplicación

Método para la determinación de micronutrientes y metales contaminantes (hierro, manganeso, zinc, cobre, plomo, cadmio y níquel) del suelo. Los procedimientos analíticos tendientes a evaluar la disponibilidad de algún metal, tal como zinc, cobre, hierro, manganeso, plomo, cadmio o níquel, fundamentalmente se asocian a su capacidad para disolver o extraer alguna forma química del metal presente en el suelo. La eficiencia de extracción dependerá de la capacidad de cada solución para poder recuperar parte de aquellas formas de metales presentes en el suelo, las cuales generalmente se asocian a la cantidad de metal que es absorbido por los cultivos.

Entre las sustancias utilizadas para recuperar a los metales del suelo, destacan aquellas que emplean a compuestos orgánicos con la capacidad para formar complejos estables, tal es el caso del DTPA (ácido del dietilen-triamino-pentaacético) y del EDTA (ácido del etilen-diamino-tetraacético). Las soluciones complejantes, como el DTPA y el EDTA, tienen como finalidad el recuperar elementos metálicos que se encuentran en forma intercambiable, ligados a la materia orgánica y disolver formas precipitadas.

Reactivos

1. Los reactivos requeridos para cada una de las determinaciones deben ser de grado analítico. El agua utilizada en la preparación de las soluciones debe ser destilada y desionizada. Las soluciones estándares se deben almacenar en botellas de polietileno y en condiciones de refrigeración.
2. DTPA (ácido del dietilen-triamino-pentaacético), ácido clorhídrico HCl 1+1 (un volumen de ácido + un volumen de agua), trietanolamina, cloruro de calcio dihidratado ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Ácido nítrico (HNO_3), 1:1 ácido clorhídrico (HCl) 1:1 (1 ml de ácido en 1 mililitro de agua). Soluciones amortiguadas a pH 4, 7 y 10.
3. Para la cuantificación de metales. A partir de soluciones estándares de 1000 mg L^{-1} , que se pueden adquirir en forma comercial, se prepara la curva de calibración de cada metal. Es posible preparar las soluciones estándares empleando para ello la forma metálica, óxidos, o sales solubles del metal.
4. Solución patrón de cobre. Disolver 1.0 g de cobre metálico en 50 ml de ácido nítrico 1:1, y diluir a un litro. Un mililitro de esta solución contiene un mg de cobre.
5. Solución estándar de zinc. Disolver 1.0 g de zinc metálico en 50 ml de ácido clorhídrico 1:1 y aforar a un litro con agua. La concentración de la solución es 1 mg de Zn por cada ml.
6. Solución estándar de cadmio. Disolver 1.0 g de metal cadmio en 50 ml de ácido clorhídrico 1:1 y diluir a un litro con agua. Un ml de esta solución contiene un mg de cadmio.
7. Solución estándar de níquel. Disolver 1.0 g de metal níquel en 50 ml de ácido nítrico 1:1 y aforar a un litro con agua. Un ml de la solución contiene un mg de níquel.
8. Solución estándar de plomo. Disolver 0.1 g plomo metálico en 10 ml de ácido nítrico 1:1 y aforar a un litro. Un ml de la solución contiene 0.1 mg de plomo.
9. Solución estándar de hierro. Disolver 1.0 g de alambre de hierro en ácido nítrico 1:1 y aforar a un litro con agua. Un ml de solución contiene un mg de hierro.
10. Solución estándar de manganeso. Disolver 0.1 g de manganeso metálico en 10 ml de ácido clorhídrico concentrado, mezclar con un ml de ácido nítrico concentrado y aforar a un litro con agua. Un ml de la solución contiene 0.1 mg de manganeso.
11. Acetileno (C_2H_2) para absorción atómica.

Material y equipo

1. Diferente material de vidrio.
2. Tamiz de 2 mm de diámetro de apertura y malla de nylon.
3. Agitador eléctrico de acción recíproca.
4. Balanza analítica y granataria.
5. Potenciómetro.
6. Espectrofotómetro de absorción atómica.
7. Lámparas de cátodo hueco para cada elemento a determinar.

Interferencias

El proceso de cuantificación de los metales puede ser interferido por efecto de viscosidad de la muestra, alto contenido de sales, ionización del elemento de interés, formación de compuestos refractarios. Esos efectos pueden ser atenuados o disminuidos a un mínimo, cuando se diluye la muestra, se adicionan elementos con mayor capacidad de ionización, agentes liberadores o a través del control de la temperatura de la flama.

Extracción con DTPA**Reactivos**

Solución de DTPA 0.005 M. Para preparar un litro, disuelva 14.9 g de trietanolamina (TEA), 1.97 g de reactivo DTPA y 1.47 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en aproximadamente 300 ml de agua desionizada, agitar hasta disolver los reactivos, llevar a un volumen de 900 ml y ajustar el pH a 7.3 con ácido clorhídrico 1:1. Finalmente completar a un volumen de un litro con agua.

Extracción

1. Colocar 10.0 g de suelo seco y tamizado en malla de 2 mm de apertura, en un matraz Erlenmeyer de 125 ml y adicionar 20 ml de solución DTPA.
2. Tapar el matraz con papel parafilm o con plástico asegurándolo con una liga. Agitar horizontalmente a 120 oscilaciones por minuto durante dos horas exactamente.

3. Terminado el agitado separar la solución del suelo, mediante un filtrado con papel Whatman No. 42, si existe paso de suelo se debe refiltrar la solución.
4. De igual manera conduzca un blanco, para lo cual se procede en forma similar a la muestra problema, pero sin suelo.
5. En el extracto obtenido, es posible cuantificar a los micronutrientes; hierro, cobre, zinc, y manganeso, así como a los metales tóxicos; plomo, cadmio y níquel.

Cálculos

Los resultados de absorbancia o concentración en mg L^{-1} de cada metal se deben expresar en mg del metal en un kilogramo de suelo. Para el caso de la extracción con DTPA la fórmula de cálculo es:

$$\text{mg kg}^{-1} (\text{metal}) = \left[\frac{(M - b)(L)(F.D.)}{\text{peso suelo}} \right]$$

Donde:

M = concentración del metal en el extracto del suelo (mg L^{-1})

b = concentración del metal en el blanco (mg L^{-1})

Peso del suelo expresado en Kg (0.01 Kg)

F.D. = factor de dilución (Vt/A)

Vt = volumen total de dilución de alícuota

A = alícuota del extracto de suelo diluida

L = volumen del extracto expresado en litros

Si las lecturas obtenidas para cada metal se expresan en mg L^{-1} y no se realiza alguna dilución, la fórmula de cálculo se simplifica a:

$$\text{mgkg}^{-1} (\text{metal}) = [(2)(M - b)]_0$$

Comentarios

1. La cantidad de metal recuperada con el DTPA, depende del tiempo de contacto suelo-solución y de la forma de agitar, por lo que alguna variación en estas variables influye en la magnitud del resultado final.
2. El filtrar directamente con el papel, por ser un proceso lento, prolonga el tiempo de contacto suelo-solución, por lo cual se debe modificar el proceso de extracción a través del uso de tubos de polipropileno de 100 ml para sustituir los matraces Erlenmeyer, al final del periodo de agitado, es posible centrifugar las muestras y separar más rápidamente a la solución del suelo. Una ventaja adicional de la modificación es el de poder manejar un número mayor de muestras debido al menor espacio que ocupan en el agitador.
3. Esta opción, antes de utilizarse en cualquier análisis, debe calibrarse respecto al procedimiento original, para obtener un factor de conversión respecto a los resultados obtenidos con el procedimiento original.

Interpretación de resultados de Micronutrientes

Valores que permiten clasificar los micronutrientes extraíbles con DTPA.

Clase	Fe	Cu mg kg^{-1}	Zn	Mn
Deficiente	< 2.5	< 0.2	< 0.5	< 1.0
Marginal	2.5-4.5		0.5-1.0	
Adecuado	> 4.5	> 0.2	> 1.0	> 1.0

Los valores sugeridos de elementos tóxicos en el suelo según la tolerancia de los cultivos se indica a continuación:

Clase	Cd mg kg^{-1}	Pb	Ni
Normal	0.35	35	50
Peligroso	3-5	100-300	100

7.1.15. La determinación de boro en el suelo con azometina-h, se realizará a través del método AS-15.

Principio y aplicación

Método para la determinación de boro del suelo, usando como extractante cloruro de calcio 1.0 M y cuantificándolo con una solución de azometina-H. El método emplea azometina-H como reactivo para formar un complejo coloreado de ácido bórico en medio acuoso. La extracción del boro del suelo se hace con una solución de cloruro de calcio 1.0 M, ya que debido a la acción floculante del calcio sobre los componentes del suelo no se presenta turbidez en los extractos.

Reactivos

1. Solución amortiguadora. Disolver 250 g de acetato de amonio y 15 g de EDTA disódica en 400 ml de agua destilada. Añadir lentamente 125 ml de ácido acético glacial.
2. Azometina-H. Disolver 0.45 g de azometina-H y un g de ácido ascórbico en un matraz aforado de 100 ml, aforar al volumen. Esta solución guardarla en el refrigerador puede durar hasta 15 días sin alterarse.
3. Solución estándar de boro. Disolver 0.114 g de ácido bórico en agua destilada y aforar a un L.
4. Solución extractora de cloruro de calcio 1 M. Disolver 110.98 g de cloruro de calcio anhidro y aforar a un L.

Material y equipo

1. Material común de laboratorio.
2. Fotocolorímetro.
3. Parrilla eléctrica.

Procedimiento

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

Cálculos

$$\text{mg Kg}^{-1} \text{ B} = \frac{\text{mg L}^{-1} \text{ de la solución} \times \text{factor de la dilución}}{\text{peso de la muestra (g)}}$$

Donde:

Factor de dilución = 4 x 30

4 = Relación de volumen donde se desarrolló color

30 = ml de solución extractora.

Interpretación de resultados de Micronutrientos

Rango	ppm	
Muy bajo	Menor de 0.39	
Bajo	0.39	0.79
Medio	0.80	1.29
Alto	1.30	2.10
Muy alto	Mayor de 2.10	

7.2. Procedimientos de análisis de suelos con propósito de salinidad

7.2.1. La preparación de la muestra de suelo se realizará a través del método AS-01.

7.2.2. La obtención del extracto de saturación se realizará a través del método AS-16, por succión de vacío de la pasta de saturación.

Principio y aplicación

Método para la obtención del extracto de saturación por filtración con vacío de la pasta saturada de suelo. Este método se aplica para la obtención del extracto de saturación de muestras de suelo. El término "extracto de saturación" se usa en este método para designar al extracto acuoso que se obtiene por filtración al vacío de una pasta de suelo saturado hecha con agua destilada. El término "sales solubles del suelo" se usa en este método para referirnos a los constituyentes inorgánicos del suelo que son apreciablemente solubles en el agua. El extracto de saturación es una solución acuosa importante porque muchas propiedades del suelo como la composición de las sales solubles y la conductividad eléctrica del extracto de saturación están relacionadas con la respuesta de los cultivos a la salinidad.

Reactivos

1. Agua destilada.
2. Solución de hexametáfosfato de sodio ($\text{NaPO}_3)_6$ al 0.1% (P/V). Disolver 0.1 g de $(\text{NaPO}_3)_6$ en agua y aforar a 100 ml.

Material y equipo

1. Embudo Buchner
2. Línea de vacío
3. Bomba de succión
4. Tapón de hule monohoradado
5. Papel filtro Whatman No. 42 o su equivalente
6. Matraz kitazato
7. Tubo de plástico
8. Tubos de ensayo

Interferencias

Las muestras de suelo seco al aire no deberán secarse en la estufa antes de la extracción de sales solubles porque el calentamiento a 105°C convierte al menos una parte de yeso ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en yeso de París ($\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) el cual tiene mayor solubilidad en agua que el anterior.

Procedimiento

1. Colocar un papel filtro Whatman No. 42 en el fondo de un embudo Buchner.
2. Ajustar un tapón de hule monohoradado al embudo Buchner.
3. Para colectar el extracto de saturación colocar un tubo de ensayo en el interior de un matraz kitazato.
4. Instalar el embudo con su tapón sobre el matraz kitazato de forma que el vástago del embudo quede alineado con la boca del tubo de ensayo que se encuentra en el interior del matraz.
5. Mediante un tubo de plástico conectar el matraz kitazato con una línea de vacío.
6. Conectar a la línea de vacío un dispositivo que contenga gel de sílica entre dicha línea y la bomba de succión para prevenir la condensación de humedad en la bomba.
7. Preparar una pasta de suelo saturado y colocarla en el matraz kitazato para la extracción de la solución.
8. Transferir la pasta al embudo Buchner y activar la bomba de vacío.

Pretratamiento del extracto de saturación

Antes de guardar el extracto de saturación se debe agregar una gota de solución de $(\text{NaPO}_3)_6$ por cada 25 ml de extracto. Esto sirve para evitar la precipitación de carbonato de calcio (CaCO_3) en el extracto durante el reposo.

Conservación del extracto de saturación

Si los extractos no se van a analizar inmediatamente se conservarán a 4°C hasta que sean analizados.

7.2.3. La determinación del porcentaje de saturación se realizará a través del método AS-17, por gravimetría.

Principio y aplicación

Método para la determinación del porcentaje de saturación por el método gravimétrico.

1. Una pasta de suelo saturado es una mezcla particular de agua y suelo, por ejemplo la pasta de suelo brilla cuando refleja luz; fluye ligeramente cuando el recipiente se inclina y resbala libremente desde una espátula, excepto para aquellos suelos con alto contenido de arcilla.

Esta relación suelo agua se usa porque representa la más baja relación reproducible, de la cual puede obtenerse por vacío bastante extracto para el análisis de cationes y aniones solubles y porque esta relación con frecuencia está implicada de una manera predecible con el contenido de humedad o capacidad de campo.

Después de la preparación de una pasta de saturación se obtiene un extracto acuoso que se usa en una serie de análisis químicos como pH, iones solubles y conductividad eléctrica.

2. El porcentaje de saturación es la cantidad de agua que un suelo retiene a saturación.
3. El porcentaje de saturación indica los gramos de agua que existen en un suelo a saturación, por cada 100 gramos masa de sólidos.
4. La reproducibilidad de la determinación del porcentaje de saturación (PS) es de 5%.
5. La reproducibilidad de los resultados del PS depende que el humedecimiento de la muestra se realice hasta el punto preciso de saturación completa.
6. La información del PS se utiliza también para estimar la textura y la salinidad del suelo a diferentes contenidos de humedad en el campo.
7. Se realiza una determinación de la humedad inicial del suelo seco al aire, para calcular el peso de sólidos del contenido en la pasta de saturación.

El porcentaje de saturación se calcula a partir del peso de suelo seco a la estufa y la suma de los pesos de agua agregada y la presente inicialmente en la muestra seca al aire.

Se prepara una pasta saturada agregando agua a una muestra de suelo y agitando la mezcla con una espátula hasta que la mezcla reúna el criterio de saturación.

Reactivos

Agua destilada desionizada.

Material y equipo

1. Botes de aluminio para secado.
2. Espátula de acero inoxidable con mangos de madera.
3. Balanza electrónica con sensibilidad de + 0.01 gramo.
4. Estufa controlada termostáticamente, 105 + 5°C.
5. Termómetro, 0 a 200°C.
6. Recipientes de plástico con tapadera hermética.

Interferencias

1. Si el contenido de agua es mayor o menor que el correspondiente al punto de saturación el resultado será afectado.
2. En el caso de los suelos arenosos la presencia de agua libre sobre la superficie de la pasta da una indicación de sobresaturación.

Pretratamiento de la muestra

1. Para la determinación del porcentaje de saturación utilice suelo seco al aire, tamizado por una malla de 2 mm de diámetro.
2. Determinar humedad de acuerdo con AS-05.

Procedimiento

Para determinar el contenido inicial de humedad (Pw) de la muestra de suelo seco al aire, se procede de la siguiente manera:

1. Pesar un bote vacío con su tapadera (A).

2. Pesar en el mismo bote una muestra de cuando menos 25 g de suelo seco al aire, cribado por un tamiz de 2 mm de diámetro.
3. Registrar el peso del bote más suelo seco al aire (B).
4. Colocar el bote y su contenido en la estufa y secar durante 24 horas a 105°C, hasta peso constante.
5. Registrar el peso del bote más suelo seco a la estufa (C).

Cálculos

Para calcular el contenido de humedad (PW) de cualquier muestra de suelo al aire registre los siguientes datos:

1. Peso del bote con tapadera (A)
2. Peso del bote con suelo seco al aire (B)
3. Peso del suelo seco al aire (B-A)
4. Peso del bote con suelo seco a la estufa a 105°C (C)
5. Obtener el valor del porcentaje de humedad (PW) con la siguiente fórmula:

$$P W = \frac{B - C}{C - A} \times 100$$

NOTA: Todas las pesadas se realizan incluyendo la tapadera del bote.

Determinación del factor de humedad (FH) del suelo.

1. Pesar un bote de aluminio con su tapadera (A)
2. Colocar aproximadamente 5 g de suelo seco al aire en el bote de aluminio con su tapadera y luego pesar con precisión (B).
3. Colocar el bote y su contenido en la estufa a 105°C durante 24 horas hasta peso constante.
4. El bote con suelo seco a la estufa y debidamente tapado se dejan enfriar en un desecador.
5. Pesar el bote con tapadera y suelo seco a la estufa (C).
6. Obtener el valor del FH con la siguiente fórmula:

$$F H = \frac{C - A}{B - A}$$

Donde:

A = Peso del bote con su tapadera

B = Peso del bote con suelo seco al aire y tapadera

C = Peso del bote con suelo seco a la estufa y tapadera.

Preparación de una pasta de saturación para la cuantificación del porcentaje de saturación.

1. En un recipiente de plástico con tapadera hermética, pesar de 200 a 400 g de suelo seco al aire de contenido de humedad conocido.
2. Registrar el peso de recipiente de plástico más suelo seco al aire.
3. Agregar agua destilada al suelo mezclando lo mejor posible con ayuda de una espátula, hasta alcanzar el punto aproximado de saturación.
4. Tapar el recipiente plástico que contiene la mezcla suelo-agua, dejar reposar durante varias horas para permitir que el suelo embeba agua y agregar más agua destilada hasta obtener una pasta de suelo-agua uniformemente saturada.
5. De vez en cuando la muestra debe consolidarse golpeando el recipiente con cuidado sobre la mesa de trabajo.
6. Al saturarse el suelo la pasta brilla debido a la reflexión de luz, fluye ligeramente si se inclina el recipiente y se desliza fácilmente en la espátula, excepto en el caso de suelos con alto contenido de arcilla.
7. Después de mezclar la muestra dejar reposar preferiblemente durante la noche o al menos durante 4 horas y posteriormente verificar el criterio de saturación. La pasta no debe acumular agua en la superficie, además puede perder su brillo o endurecerse durante el reposo.

8. Si la pasta de saturación ha perdido brillo o endurecido es necesario mezclar nuevamente agregando agua, si la pasta ha acumulado agua en la superficie es necesario agregar suelo seco al aire, registrando la cantidad de suelo agregada.
9. Una vez que se obtiene el punto de saturación pesar de nuevo el recipiente con su contenido y tapadera. Registre el aumento de peso que es la cantidad de agua agregada al suelo seco al aire.
10. Calcular el porcentaje de saturación (PS) del suelo de acuerdo al contenido de humedad inicial (PW), al peso de suelo seco a la estufa utilizada y a la cantidad de agua agregada al preparar la pasta de suelo.

Cálculos

1. Peso de recipiente plástico con su tapadera (D)
2. Peso de recipiente plástico con su tapadera más suelo seco al aire (E)
3. Peso de suelo seco al aire (F) = E - D
4. Peso de suelo seco a estufa (G) = (E - D) FH
5. Contenido inicial de agua en el suelo seco al aire (H) = G (PW)
6. Peso de recipiente plástico con su tapadera más pasta de saturación (I)
7. Peso de agua agregada al suelo seco al aire para preparar la pasta de saturación (J) = I - E
8. Peso de agua agregada más agua presente desde el inicio (K) = J + H
9. Calcular el porcentaje de saturación del suelo (PS) con la fórmula siguiente:

$$P S = \left[\frac{J + H}{G} \times 100 \right]$$

Informe de la prueba

1. El resultado de la prueba de humedad (PW) se reporta como gramos de agua que existen por cada 100 gramos de suelo seco a la estufa.
2. El factor de humedad (FH) se reporta como gramos sólidos de suelo que existen por cada gramo de suelo seco al aire.
3. El resultado de la prueba de porcentaje de saturación (PS) se reporta como gramos de agua por cada 100 gramos de suelo seco a la estufa.

7.2.4. La determinación del pH del suelo medido en el extracto de saturación se realizará a través del método AS-02, con un potenciómetro.

7.2.5. La medición de la conductividad eléctrica en el extracto de saturación se realizará a través del método AS-18, con un conductímetro.

Principio y aplicación

Método para la determinación de la conductividad eléctrica del extracto de saturación de un suelo por medición electrolítica y una celda de conductividad como sensor.

1. El término extracto de saturación se usa en este método para designar al extracto acuoso que se obtiene por filtración al vacío de una pasta de suelo saturado hecha con agua destilada.
2. El término sales solubles del suelo se usa en este método para referirnos a los constituyentes inorgánicos del suelo que son apreciablemente solubles en el agua.
3. La conductividad eléctrica o conductancia específica de una solución es el recíproco de la resistencia específica de una corriente alterna medida entre las caras opuestas de un centímetro cúbico de una solución acuosa a una temperatura específica.
4. La conductividad eléctrica del extracto de saturación (CEe) es uno de los índices más difundidos para evaluar la concentración salina del suelo a nivel de laboratorio.
5. El método es aplicable a suelos con un amplio rango de valores de conductividad eléctrica del extracto de saturación.
6. El extracto se puede diluir si el valor de la conductividad está fuera del rango de medición del conductímetro usado.

7. La conductividad eléctrica es una medida de la capacidad de un material para transportar la corriente eléctrica. Una solución acuosa que contiene iones tiene esa habilidad. La conductividad de una solución electrolítica depende de la concentración total de iones presentes en agua, de la movilidad de cada uno de los iones disueltos, su valencia y de la temperatura a la que se hace la determinación.
8. El principio por el cual los instrumentos miden conductividad es simple: dos placas de conductividad o electrodos se sumergen en la muestra, se aplica un potencial o voltaje a través de las placas y se mide la corriente que fluye entre las placas.

La conductancia eléctrica (C) se determina a partir de los valores del voltaje (V) y la corriente (I).

$$C = \frac{I}{V}$$

La conductividad eléctrica (CE) se calcula multiplicando la conductancia medida por la constante de celda (L/A)

$$CE = C \times (L/A)$$

Donde:

L = Longitud de la columna de líquido entre los electrodos (cm).

A = Area de los electrodos (cm²).

La celda de conductividad es la parte del circuito que entra en contacto con la muestra.

La conductividad eléctrica del extracto de saturación (CE) se reporta en decisiemens por metro (dS m⁻¹).

Reactivos

1. Agua destilada.
2. Solución estándar de KCl 0.010 N. disolver 0.7455 g de KCl en agua destilada y aforar a un litro. La conductividad eléctrica de esta solución a 25°C es 1.412 dS m⁻¹.
3. Solución estándar de KCl 0.100 N. Disolver 7.4555 g de KCl en agua destilada y aforar a 1 L. La conductividad eléctrica de esta solución a 25°C es 12,900 dS m⁻¹. Antes de usar los medidores de conductividad éstos se deben calibrar a una conductividad estándar con una de las soluciones patrones indicadas más arriba. Escoja la solución que se aproxima a la conductividad para calibrar el medidor escoja la solución de K que más se aproxime a la conductividad de la muestra.
4. Solución para el mantenimiento de la celda de conductividad. Un electrodo sucio polarizado se debe limpiar o replatinizar para renovar la superficie activa de la celda. Consulte el manual instructivo para el mantenimiento de la celda específica.

Material y equipo

1. Actualmente existe en el mercado una diversidad de instrumentos para medir conductividad eléctrica de soluciones. Estos medidores difieren en su rango de operación, exactitud, forma de corregir las lecturas de conductividad a una temperatura específica y precisión, por lo que se recomienda seguir las instrucciones del fabricante para la manipulación del instrumento.
2. Medidor de conductividad de lectura directa.
3. Celda de conductividad del tipo flujo con compensación automática de temperatura.

Interferencias

1. La conductividad eléctrica del extracto de saturación aumenta cuando incrementa la temperatura razón por la cual los valores de la conductividad eléctrica deben ser corregidos a 25°C cuando son reportados.
2. Si el contenido de agua de la pasta saturada es mayor o menor que el correspondiente al punto de saturación las conductividades serán afectadas.
3. Para obtener resultados reproducibles los electrodos de la celda deben estar limpios y bien platinados.

Precisión y exactitud

Los valores de conductividad menores de uno son reportados con dos cifras decimales y los valores mayores de uno con tres cifras significativas en dS m⁻¹ a 25°C.

Constante de celda

1. Si la conductividad eléctrica de la solución de referencia de KCl está incorporada dentro del medidor para lecturas directas de conductividad, siga las recomendaciones del fabricante para la calibración.
2. Si el medidor seleccionado requiere que la constante de celda sea calculada, siga las instrucciones del instructivo del instrumento.

Procedimiento

1. Lavar y llenar la celda de conductividad con solución de KCl.
2. Ajustar el medidor de conductividad para leer la conductividad estándar de la solución de KCl.
3. Lavar y llenar la celda con el extracto de saturación del suelo y leer la conductividad eléctrica del extracto corregido a 25°C.

Control de calidad

Todo laboratorio que use este método deberá desarrollar protocolos de control de calidad que permitan monitorear continuamente el sesgo y la precisión de todas las determinaciones.

Informe de la prueba

Debe incluir lo siguiente:

- Identificación completa de la muestra.
- Conductividad eléctrica es decisiemens por metro (dS m^{-1}) a 25°C.
- Referencia a este método de prueba.
- Fecha de la prueba.

Interpretación de conductividad eléctrica

CE dS m^{-1} a 25°C	Efectos
< 1.0	Efectos despreciables de la salinidad
1.1 - 2.0	Muy ligeramente salino
2.1 - 4.0	Moderadamente salino
4.1 - 8.0	Suelo salino
8.1 - 16.0	Fuertemente salino
> 16.0	Muy fuertemente salino

7.2.6. La determinación de cationes solubles en el extracto de saturación se realizará a través del método AS-19.

Principio y aplicación

Método para determinar los cationes solubles (Ca, Mg, Na y K) en el extracto de saturación por medición en un aparato de absorción atómica (Ca y Mg) y en un espectrofotómetro de flama (Na y K). El calcio y el magnesio solubles son medidos por espectrofotometría de absorción atómica y el potasio y el sodio por espectrofotometría de emisión atómica en los extractos diluidos. Las interferencias en las mediciones son eliminadas con lantano (La) y cesio (Cs) respectivamente.

Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico cuando se hable de agua se debe entender agua desionizada o destilada. Las soluciones para este análisis deben almacenarse en recipientes de polietileno.

1. Solución de lantano acidificada. Pesar 7.742 g de $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ en un matraz volumétrico de 250 ml, añadir algo de agua y 17.5 ml de HNO_3 concentrado, aforar con agua.
2. Solución estándar de 1000 mg L^{-1} de Ca. Pesar 2.497 g de CaCO_3 en un vaso de precipitado de 250 ml, añadir aproximadamente 100 ml de agua, y 12.5 ml de HCl 4M hervir para eliminar el CO_2 (si permanecen partículas de CaCO_3 añadir 2 ml más de HCl 4M). Enfriar y transferir la solución a un matraz volumétrico de un litro y aforar con agua.

3. Solución estándar de 100 mg L⁻¹ de Mg. Pesar 1.013 g de MgSO₄ · 7 H₂O en un matraz volumétrico de un litro y aforar con agua.
4. Solución estándar mezclada, 100 mg L⁻¹ de Ca y 10 mg L⁻¹ de Mg tomar 10 ml de la solución estándar de 1000 mg L⁻¹ de Ca y 10 ml de la solución estándar de 100 mg L⁻¹ de Mg en un matraz volumétrico de 100 ml y aforar con agua.
5. Solución diluida de lantano acidificada. Tomar 50 ml de la solución de lantano acidificada en un matraz volumétrico de 500 ml y aforar con agua.
6. Solución de cloruro de cesio acidificada. Disolver 11.12 g de CsCl y 250 g de Al(NO₃)₃ · 9H₂O en aproximadamente 500 ml de agua en un matraz volumétrico de 1000 ml, añadir 20 ml de HNO₃ 2 M y aforar con agua.
7. Solución estándar de 1000 mg L⁻¹ de K y 400 mg L⁻¹ de Na. Disolver 1.9065 g de KCl y 1.0168 g NaCl en agua en un matraz volumétrico de 1000 ml y aforar con agua.
8. Solución estándar diluida de 100 mg L⁻¹ de K y 40 mg L⁻¹ de Na. Pipetear 25 ml de la solución estándar en un matraz volumétrico de 250 ml, aforar con agua.

Material y equipo

1. Material común de laboratorio.
2. Espectrofotómetro de absorción atómica.
3. Espectrofotómetro de emisión atómica (flamómetro).

Determinación de Ca y Mg

1. Series estándar. Pipetear 0, 2.0, 3.0, 4.0 y 5.0 ml, respectivamente, de la solución estándar mezclada en seis matraces volumétricos de 100 ml y agregar 5.0 ml de tiourea 0.1 M y 9.5 ml de la solución diluida de lantano y aforar con agua. La concentración de las series estándar es de: 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 y 0.5 mg L⁻¹ de Mg y 0, 1, 2, 3, 4 y 5 mg L⁻¹ de Ca.
2. Pipetear 2 ml del extracto de saturación en un tubo de ensaye, añadir 2 ml de la solución de lantano y homogeneizar.
3. Medir el Ca y Mg en el aparato de absorción atómica a una longitud de onda de 422.7 y 285.2 nm, respectivamente.

Cálculos

$$\text{Ca soluble mmol L}^{-1} = \frac{(a - b) \times d}{P E}$$

$$\text{Mg soluble mmol L}^{-1} = \frac{(a - b) \times d}{P E}$$

Donde:

a = mg L⁻¹ de Ca o Mg en el extracto diluido

b = mg L⁻¹ en el blanco

d = Factor de dilución

PE = Peso equivalente (Ca = 20 y Mg = 12.15).

Determinación de Na y K

1. Serie estándar de Na y K. Pipetear 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 y 5.0 ml de la solución estándar diluida en seis matraces volumétricos de 100 ml, respectivamente, añadir un poco de agua, 10 ml de tiourea 0.1 M y 9 ml de la solución de CsCl aforar con agua y mezclar. Esta serie estándar tiene concentraciones de: 0, 1, 2, 3, 4 y 5 mg L⁻¹ de K y 0, 0.4, 0.8, 1.2, 1.6 y 2 mg L⁻¹ de Na.
2. Pipetear 2 ml del extracto de saturación en un tubo de ensaye, añadir 2 ml de la solución de Cs y homogeneizar.
3. Medir Na y K en el espectrofotómetro de emisión atómica a una longitud de onda de 589 y 766.5 nm, respectivamente.

Cálculos

$$\text{Na soluble m mol L}^{-1} = \frac{(a - b) \times d}{PE}$$

$$\text{K soluble m mol L}^{-1} = \frac{(a - b) \times d}{PE}$$

Donde:

a = mg L⁻¹ de Na o K en el extracto diluido

b = mg L⁻¹ en el blanco

d = Factor de dilución

PE = Peso equivalente (Na = 23.0 y K = 39.1).

7.2.7. La determinación de aniones solubles en el extracto de saturación se realizará a través del método AS-20.

Principio y aplicación

Método para determinar los aniones solubles (cloruros, carbonatos, bicarbonatos y sulfatos) en el extracto de saturación, por titulación volumétrica, los tres primeros y por turbidimetría, el último. Los aniones que se encuentran principalmente en extractos acuosos de suelos (aniones solubles) son los carbonatos, bicarbonatos, sulfatos y cloruros y en menor cantidad nitratos, silicatos y fosfatos. Para la determinación de CO₃²⁻, HCO₃⁻ y Cl⁻ se pueden utilizar métodos volumétricos con una cierta exactitud. Los SO₄²⁻ pueden ser determinados por gravimetría o turbidimetría.

Reactivos

1. Acido sulfúrico 0.05 N. Diluir 3 ml de H₂SO₄ concentrado en 100 ml de H₂O destilada y aforar a 2000 ml valorado.
2. Disolución de carbonato de sodio 0.05 N. Séquese entre 3-5 g de carbonato de sodio material de referencia certificado a 250°C durante 4 h y enfríese en desecador. Pese 2.5 g y transfírase a un matraz volumétrico de 1000 ml, diluya con agua y llévase hasta la marca con agua destilada. No debe conservarse más de una semana.
3. Valoración del ácido sulfúrico 0.05 N con material de referencia certificado de carbonato de sodio. Tome 50 ml de agua, adicione 2-3 gotas de fenoftaleína hasta el vire de rosa a incoloro.
4. Fenolftaleína al 1% con etanol al 85%. Preparar 100 ml.
5. Anaranjado de metilo al 0.1% en agua destilada. Preparar 100 ml.
6. Agua destilada.
7. Cromato de potasio al 5%. Preparar 100 ml.
8. Nitrato de plata 0.025 N. Pese 4.2468 g de AgNO₃ en un matraz volumétrico de 1 L y lleve al volumen con agua.
9. Cloruro de Bario Dihidratado. (BaCl₂ 2H₂O).
10. Solución acondicionadora. Disolver 75 g de NaCl en 275 ml. de agua destilada en un matraz de 500 ml con un agitador magnético, añadir 30 ml de HCl concentrado, 50 ml de glicerol, 100 ml etanol al 96%; afore a 500 ml.
11. Solución estándar de sulfato de potasio (a partir de materiales de referencia certificados). Disolver 0.0871 g de sulfato de potasio (K₂SO₄) en 1000 ml de agua destilada.

Material y equipo

1. Material común de laboratorio.
2. Agitador electromagnético.
3. Fotocolorímetro.

Determinación de carbonatos CO_3^{2-}

1. Tomar 5 ml del extracto de saturación en un matraz Erlenmeyer de 125 ml.
2. Agregar 15 ml de agua destilada.
3. Añadir 2 a 3 gotas de fenolftaleína.
4. Si presenta un color rosado, titular con H_2SO_4 0.05 N hasta la desaparición del color, anotar este valor como "Y".

Determinación de bicarbonatos HCO_3^-

1. Al matraz procedente de la titulación con H_2SO_4 añadirle 3 gotas de anaranjado de metilo.
2. Seguir la titulación con el H_2SO_4 0.05 N. hasta un vire de naranja a canela. Anotar este valor como "Z".

Cálculos

$$\text{m mol}_{(-)} \text{L}^{-1} \text{ de } \text{CO}_3^{2-} = \frac{2Y \times \text{N del } \text{H}_2\text{SO}_4 \times 1000}{\text{mL Alícuota}}$$

$$\text{m mol}_{(-)} \text{L}^{-1} \text{ de } \text{HCO}_3^- = \frac{(Z - 2Y) \times \text{N de } \text{H}_2\text{SO}_4 \times 1000}{\text{mL Alícuota}}$$

Determinación de cloruros Cl-

1. Tomar 5 ml del extracto de saturación en un matraz Erlenmeyer de 125 ml
2. Agregar 15 ml de agua destilada
3. Adicionar 4 gotas de indicador cromato de potasio
4. Titular con AgNO_3 0.025 N. hasta un cambio de color de amarillo a rojo ladrillo

Cálculos

$$\text{m mol}_{(-)} \text{L}^{-1} \text{ de Cl} = \frac{\text{mL de } \text{AgNO}_3 \times \text{N de } \text{AgNO}_3 \times 1000}{\text{mL Alícuota}}$$

Determinación de sulfatos SO_4^{2-}

Preparación de la curva de calibración de la solución estándar de SO_4^{2-} de 1 Cmol (-) L^{-1} , se tomarán alícuotas que serán llevadas a un volumen de 100 ml en matraces aforados con agua destilada, como se indica en la tabla siguiente:

me L^{-1} SO_4^{2-}	Solución estándar de 1 me, agregar (ml)
0.0	0
0.1	10
0.2	20
0.3	30
0.4	40
0.5	50

Afore a 100 ml (con agua destilada)

1. En un matraz volumétrico de 100 ml, agregar una alícuota de 10 ml del extracto con una pipeta volumétrica y afore a 100 ml con agua destilada.
2. Vacíelo a un matraz Erlenmeyer de 125 ml y adicione 5 ml de solución acondicionadora y aproximadamente 0.2 g de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
3. Agite en un agitador electromagnético durante 60 segundos.

4. Lea inmediatamente en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 340 nm.
5. Previamente lea la curva de calibración agregando el contenido de los matraces de 100 ml a matraces Erlenmeyer de 125 ml y adicione 5 ml de solución acondicionadora y aproximadamente 0.2 g de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
6. Agite y lea en el espectrofotómetro como se indicó para las muestras.
7. Si la lectura de las muestras se sale del rango de la curva de calibración haga una dilución.

Cálculos

Graficar la curva de calibración en papel milimétrico, y determine la concentración de SO_4^{2-} por interpolación. Si efectuaron diluciones multiplicar por el factor correspondiente.

$$m \text{ mol}_{(-)} \text{ L}^{-1} \text{ de } \text{SO}_4^{2-} = a \times 10 \times d$$

Donde:

a = $\text{Cmol}(-) \text{ L}^{-1}$ calculados en la curva de calibración.

10 = Factor de dilución de la curva (100/10).

d = Factor de dilución de la muestra (si la hubo).

7.2.8. La medición del porcentaje de saturación de bases (psb), relación de adsorción de sodio (ras) y porcentaje de sodio intercambiable (psi), se cuantificará con el método AS-21.

Principio y aplicación

Método para determinar el porcentaje de saturación de bases, relación de adsorción de sodio (RAS) y porcentaje de sodio intercambiable (PSI), por medio de un cálculo matemático. En taxonomía de suelos se utiliza como uno de los criterios para definir algunos horizontes (mólico y úmbrico y las subdivisiones eutrico y dístrico). Para esta determinación se utiliza una fórmula matemática en la cual se sustituyen los valores de las bases extraídas con acetato de amonio 1 N pH 7, así como la CIC obtenida con el mismo reactivo.

Cálculos

$$\text{Porcentaje de Saturación de Bases} = \frac{\text{Suma de bases extractables con acento de amonio (Cmol (+) Kg}^{-1})}{\text{CIC (Cmol (+) kg}^{-1})} \times 100$$

$$\text{Relación de Adsorción de Sodio} = \frac{\text{Na}}{\sqrt{\frac{\text{Ca} + \text{Mg}}{2}}}$$

Nota: Para obtener el RAS los iones se cuantifican en el extracto de la pasta de saturación y se expresan en mmoles L^{-1} .

$$\text{Porcentaje de Sodio Intercambiable} = \frac{\text{Nai}}{\text{CIC}} \times 100$$

Donde:

Nai = sodio intercambiable (C mol (+) Kg^{-1})

7.3. Procedimientos de análisis para clasificación de suelos

7.3.1 El procedimiento para el análisis de suelos con el propósito de evaluar los parámetros que permitan caracterizarlo de acuerdo al sistema de clasificación FAO/UNESCO/ISRIC (versión 1988 y posteriores) y de la Taxonomía de Suelos, consta de las siguientes fases: preparación de la muestra, determinación de las variables químicas y físicas e interpretación de los resultados.

7.3.2. La preparación de la muestra de suelo para medir variables químicas y físicas para clasificación de suelos se realizará a través del método AS-01.

7.3.3. La determinación del contenido de humedad del suelo por gravimetría, se realizará a través del método AS-05.

7.3.4. La determinación de la curva de retención de humedad por el método del plato de presión se realizará a través del método AS-06.

7.3.5. La determinación del color se realizará a través del método AS-22, utilizando la carta Munsell de colores de suelos.

Principio y aplicación

Método de la Tabla Munsell para la determinación del color de los suelos minerales y orgánicos. La determinación se basa en el igualamiento del color observado en el suelo tanto en seco como en húmedo respecto al color registrado en las tarjetas de color, ubicadas en cada una de las páginas de la Tabla Munsell, donde se manejan los parámetros de matiz (Hue), Brillo (Value) e Intensidad (Chroma).

Material y equipo

1. Tablas de color Munsell (Munsell Soil Color Charts).
2. Placa de porcelana con huecos.
3. Piceta.
4. Tamiz con aberturas de dos mm de diámetro.

Procedimiento

Determinación en seco.

1. Tome aproximadamente 100 g del suelo previamente secado al aire y páselo por el tamiz de abertura dos mm.
2. De la muestra de suelo tamizado tome una pequeña cantidad, suficiente para enrasar uno de los huecos de la placa de porcelana.
3. Tome la cápsula de porcelana y colóquela abajo de la página de la tabla Munsell, ubicando la muestra de suelo por abajo de cada orificio de la carta junto al cual se tiene la tarjetita con el color.
4. Recorra las páginas que considere tienen una mayor similitud entre el color que presenta el suelo y el color de las tarjetas, hasta encontrar el color que más se parezca al del suelo.
5. Una vez ubicado el color registre el valor del Hue que se encuentra en la parte superior derecha de la página, asimismo, registre el valor del Value ubicado en el eje vertical de la página y el valor del Chroma ubicado en el eje x de la página.

Determinación en húmedo.

Para la determinación en húmedo se sigue el mismo procedimiento anterior con la diferencia que una vez colocado el suelo en la placa de porcelana se humedece sin saturarlo, teniendo cuidado de no exceder el agua, para evitar que brille.

7.3.6. La determinación de la densidad aparente del suelo se realizará a través del método AS-03 utilizando parafina.

7.3.7. La determinación de la densidad real por el método del picnómetro se realizará a través del método AS-04.

7.3.8. La determinación de la reacción del suelo, pH, en agua se realizará a través del método AS-02, medido con potenciómetro.

7.3.9. La determinación de la reacción del suelo, pH, en suelos no salinos, se realizará a través del método AS-23, medido con potenciómetro.

Principio y aplicación

Método electrométrico para determinar pH en muestras de suelo en una solución de CaCl_2 0.01 M. El uso de CaCl_2 0.01 M en la determinación del pH se fundamenta en que la solución de la mayoría de los suelos no salinos presentan una concentración de Ca cercana a 0.01 M, aunque esta generalización es muy gruesa. Al respecto al adicionar la solución, el Ca provoca la floculación del suelo y desplaza los H^+ de los sitios de intercambio hacia la solución del suelo, disminuyendo el valor de pH; además como la concentración de Ca es relativamente baja, el desplazamiento es parcial y los resultados obtenidos son ligeramente menores (entre 0.1 y 0.4 unidades de pH) en relación a los obtenidos con agua pura. La determinación del pH en una solución de CaCl_2 0.01 M tiene la ventaja de que el resultado obtenido es independiente de la concentración de sales presente en suelos no salinos, la lectura se estabiliza más rápido y el valor de pH casi no es afectado por la relación suelo: solución en un intervalo amplio, sin embargo, es conveniente utilizar la relación 1:2 y cuando se utilice el pH con propósitos de clasificación de suelos éste debe medirse en una relación 1:2.5. Las diferencias del pH determinado en un suelo húmedo o seco son no significativas, el resultado del pH no es afectado por el tiempo de almacenaje del suelo seco.

Reactivos

Los reactivos utilizados en esta determinación deben ser grado analítico y el agua utilizada en la preparación de las soluciones debe ser destilada o desionizada.

1. Agua destilada o desionizada.
2. Solución de cloruro de calcio a una concentración 0.01 M pesar 1.1 g de CaCl_2 disolverlo en un matraz volumétrico de 1000 ml y aforar.
3. Soluciones reguladoras de referencia, pH 4.00 y 7.00, las cuales se adquieren preparadas o concentradas para diluirse de acuerdo a la instrucción. Estas soluciones deben estar a temperatura ambiente al momento de calibrar el medidor de pH.

Material y equipo

1. Potenciómetro o medidor de pH equipado con electrodo de vidrio en combinación con electrodo de referencia.
2. Balanza con 0.1 g de sensibilidad.
3. Frascos de vidrio o plástico transparente de boca ancha con capacidad de 50 a 100 ml.
4. Pipeta volumétrica de 20 ml.
5. Varilla de vidrio que sirva como agitador manual.
6. Piceta.

Procedimiento

1. Pesar 10 g de suelo y colocarlo en un frasco de vidrio o de plástico de boca ancha.
2. Adicionar 20 ml de la solución de cloruro de calcio 0.01 M en el frasco conteniendo el suelo.
3. Con una varilla de vidrio agitar manualmente la mezcla de suelo: agua a intervalos de 5 minutos, durante 30 minutos.
4. Dejar reposar durante 15 minutos.
5. Calibrar el medidor de pH con las soluciones reguladoras pH 4.00 y 7.00 o 7.00 y 10.00 de acuerdo al tipo de suelo, enjuagando con agua destilada los electrodos, antes de iniciar las lecturas de las muestras.
6. Agite nuevamente la suspensión e introduzca el electrodo en la suspensión.
7. Registrar el pH al momento en que la lectura se haya estabilizado.

Informe de la prueba

Debe incluir la información que a continuación se indica:

1. Datos completos de identificación de la muestra.
2. Reportar el valor con número entero y una cifra decimal.
3. Indicar que la solución usada en la medición es CaCl_2 0.01 M.
4. Anotar la fecha en que se realizó la prueba.

Comentarios

1. Previo a la lectura calibrar el medidor de pH con solución reguladora de referencia para los intervalos dentro de los cuales se va a medir.
2. Las soluciones reguladoras de referencia deben conservarse en refrigeración y colocarlas a temperatura ambiente al momento de la calibración del equipo.
3. No es conveniente almacenar las soluciones reguladoras por mucho tiempo.
4. Muestras de suelo conteniendo una alta concentración de materia orgánica tiende a formar gruesos grumos cuando la relación suelo: solución es similar a la de un suelo mineral, en este caso es conveniente utilizar relaciones más amplias (1:5 o 1:10).

Interpretación de resultados de pH

Para la clasificación del suelo en cuanto a su valor de pH se presenta el cuadro siguiente:

Clasificación	pH
Fuertemente ácido	< 5.0
Moderadamente ácido	5.1-6.5
Neutro	6.6-7.3
Medianamente alcalino	7.4-8.5
Fuertemente alcalino	> 8.5

Para la interpretación de este resultado, se utilizan los mismos criterios que para el pH medido en agua, pero es necesario considerar que los valores de pH obtenidos con CaCl_2 0.01 M son menores en 0.1 y hasta 0.4 respecto a los obtenidos con agua.

7.3.10. La determinación de la reacción del suelo, pH, en suelos ácidos, se realizará a través del método AS-24, medido con potenciómetro.

Principio y aplicación

Método electrométrico para la determinación de pH en muestras de suelo en una solución de KCl 1 M. El uso de KCl 1 M en la determinación del pH se fundamenta en que el K promueve la floculación del suelo y desplaza los H^+ de los sitios de intercambio hacia la solución del suelo; además aumenta la hidrólisis de Al^{3+} y Fe^{2+} incrementando la concentración de H^+ en la solución, lo cual promueve una mayor acidez. La relación suelo solución utilizada para realizar las mediciones debe ser 1:2 y cuando se utilice el pH con propósitos de clasificación de suelos éste debe medirse en una relación 1:2.5. Los resultados de pH obtenidos mediante este procedimiento, normalmente generan una disminución en el pH de hasta de 1.5 unidades, respecto a los valores obtenidos al medir el pH en agua. La razón de utilizar la solución de KCl en un nivel relativamente concentrado es para disminuir las variaciones derivadas de soluciones de suelo concentradas o diluidas. Este procedimiento es recomendable para estudios relacionados con suelos ácidos.

Reactivos

Los reactivos utilizados en esta determinación deben ser grado analítico y el agua utilizada en la preparación de las soluciones debe ser destilada o desionizada.

1. Agua destilada o desionizada.
2. Solución de cloruro de potasio a una concentración 1 M pesar 74.55 g de KCl, disolverlos en un matraz volumétrico de 1000 ml y aforar.
3. Soluciones reguladoras de referencia, pH 4.00 y 7.00, las cuales se adquieren preparadas o concentradas para diluirse de acuerdo a la instrucción. Estas soluciones deben estar a temperatura ambiente al momento de calibrar el medidor de pH.

Material y equipo

1. Potenciómetro o medidor de pH equipado con electrodo de vidrio en combinación con electrodo de referencia.
2. Balanza con 0.1 g de sensibilidad.
3. Frascos de vidrio o de plástico transparente, de boca ancha con capacidad de 50 a 100 ml.
4. Pipeta volumétrica de 20 ml.
5. Varilla de vidrio que sirva como agitador manual.
6. Piceta.

Procedimiento

1. Pesar 10 g de suelo y colocarlo en un frasco de vidrio o de plástico con boca ancha.
2. Adicionar 20 ml de la solución de cloruro de potasio 1 M en el frasco conteniendo el suelo.
3. Con una varilla de vidrio agitar manualmente la mezcla de suelo: agua a intervalos de 5 min., durante 1/2 hora.
4. Dejar reposar durante 15 minutos.
5. Calibrar el medidor de pH con las soluciones reguladores pH 4.00 y 7.00 o 7.00 y 10.00, según el tipo de Suelo enjuagando con agua destilada los electrodos, antes de iniciar las lecturas de las muestras.
6. Meter el electrodo en la parte clara y sobrenadante de la suspensión.
7. Registrar el pH al momento en que la lectura se haya estabilizado.

Informe de la prueba

Debe incluir la información que a continuación se indica:

1. Datos completos de identificación de la muestra.
2. Reportar el valor con número entero y una cifra decimal.
3. Indicar que la solución usada en la medición fue KCl 1 M.
4. Fecha en que se realizó la prueba.

Comentarios

1. Previo a la lectura calibrar el medidor de pH con solución reguladora de referencia para los intervalos dentro de los cuales se va a medir.
2. Las soluciones reguladoras de referencia deben conservarse en refrigeración y colocarlas a temperatura ambiente al momento de la calibración del equipo.
3. No es conveniente almacenar las soluciones reguladoras por mucho tiempo.
4. Muestras de suelo conteniendo una alta concentración de materia orgánica tiende a formar gruesos grumos cuando la relación suelo: solución es similar a la de un suelo mineral, en este caso es conveniente utilizar relaciones más amplias (1:5 o 1:10).

Interpretación de resultados de pH

Para la clasificación del suelo en cuanto a su valor de pH se presenta el cuadro siguiente:

Clasificación	pH
Fuertemente ácido	< 5.0
Moderadamente ácido	5.1-6.5
Neutro	6.6-7.3
Medianamente alcalino	7.4-8.5
Fuertemente alcalino	> 8.5

Para la interpretación de este resultado, se utilizan los mismos criterios que para el pH medido en agua, pero es necesario considerar que los valores de pH obtenidos con KCl 1 M son menores en 0.5 y hasta 1.5 respecto a los obtenidos con agua.

7.3.11. La obtención del extracto de saturación de un suelo se realizará a través del método AS-16, por succión de vacío de la pasta de saturación.

7.3.12. La determinación del porcentaje de saturación se realizará a través del método AS-17, por gravimetría.

7.3.13. La medición de la conductividad eléctrica en el extracto de saturación se realizará a través del método AS-18, con potenciómetro.

7.3.14. La determinación de cationes solubles en el extracto de saturación se realizará a través del método AS-19.

7.3.15. La determinación de aniones en el extracto de saturación se realizará a través del método AS-20.

7.3.16. El procedimiento para la determinación de la materia orgánica del suelo se realizará a través del método AS-07, por el procedimiento de Walkley y Black.

7.3.17. La determinación de nitrógeno total en el suelo se realizará a través del método AS-25, por procedimientos de digestado.

Principio y aplicación

Método para la determinación de nitrógeno total del suelo. El nitrógeno total se determina frecuentemente en los análisis de rutina, sin embargo, es escasa su utilidad como indicador de la disponibilidad del nitrógeno en el suelo para las plantas, debido a que la mayor parte del nitrógeno se encuentra en forma orgánica con muy bajas tasas de mineralización. Se referencia como índice de las reservas orgánicas, en la estratificación de sistemas productivos y en los balances en el suelo.

La determinación de nitrógeno total por este procedimiento involucra dos pasos: (a) digestión de la muestra para convertir el nitrógeno a NH_4^+ y (b) la determinación de NH_4^+ en el digestado. La digestión de la muestra es desarrollada por calentamiento de la muestra con ácido sulfúrico concentrado y sustancias como el K_2SO_4 que promueven la oxidación de la materia orgánica y la conversión del nitrógeno orgánico a amonio por incremento de la temperatura de digestión y también emplea catalizadores como el Cu y Se, que aumentan la velocidad de oxidación de la materia orgánica por el ácido sulfúrico. El amonio en el digestado es determinado por titulación del amonio liberado por destilación del digestado con álcali.

Reactivos

1. Acido sulfúrico concentrado.
2. Solución de ácido bórico con indicador. Colocar 80 g de ácido bórico (H_3BO_3) en un frasco de cinco litros de capacidad en el cual se ha marcado el nivel de 4 litros, adicionar 3.8 litros de agua destilada, calentar y agitar hasta la completa disolución de ácido. Enfriar la solución y agregar 80 ml de la siguiente mezcla de indicadores: 0.099 g de verde de bromocresol y 0.066 g de rojo de metilo disueltos en 100 ml de alcohol etílico 95%.

El pH de la mezcla de H_3BO_3 -indicador debe ser aproximadamente 5.0. Si fuese más ácido agregar cuidadosamente gotas de NaOH 0.1 N hasta que la solución adquiera una coloración purpúrea rojiza o se alcance el pH indicado. Completar a 4 litros con agua destilada y mezclar vigorosamente.

3. Mezcla de catalizadores- K_2SO_4 . Mezclar perfectamente 1 kg de K_2SO_4 , 100 g de $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ y 10 g de Selenio metálico. La mezcla debe homogeneizarse completamente para evitar agregación de las partículas de los componentes.
4. Hidróxido de sodio 10 N. Colocar 4.0 Kg de NaOH en un botellón de vidrio Pyrex de pared gruesa de aproximadamente 10 litros de capacidad. Adicionar 4 litros de agua destilada y rotar el botellón hasta que el hidróxido se disuelva. Dejar que la solución se enfríe en el depósito al cual se debe proveer de una tapa para evitar la absorción de CO_2 ambiental. Dejar decantar durante la noche, o más si es necesario, y sifonar el sobrenadante a otro botellón marcado a 10 litros que contiene 1.5 litros de agua destilada libre de CO_2 (hervida). Completar al volumen indicado con agua de igual calidad y agitar vigorosamente. El hidróxido de sodio debe protegerse de CO_2 atmosférico utilizando un filtro de ascarita o cualquier otro.

Acido sulfúrico 0.01 N. Diluir 1 litro de ácido sulfúrico 0.05 N (1.4 ml por litro) a 5 litros con agua destilada. Estandarizar con Na_2CO_3 seco. Pesar 0.250 g de sal y disolver en un matraz de 50 ml. Llevar a volumen. Titular 3 alícuotas de esta solución de 10 ml cada una, usando 5 o 6 gotas de anaranjado de metilo como indicador. Calcular la normalidad mediante la fórmula siguiente:

$$\text{Normalidad } (H_2SO_4) = (0.025 \text{ g}/53) \times (1/V H_2SO_4).$$

V = Volúmenes de ácido sulfúrico gastado en la titulación, expresado en litros.

Material y equipo

1. Balanza analítica.
2. Matraces semi-micro Kjeldahl de 50 ml.
3. Aparato de digestión semi-micro Kjeldahl.
4. Destilador con arrastre de vapor.
5. Matraces Erlenmeyer de 125 ml.
6. Microbureta de 10 ml.

Procedimiento

1. Colocar una muestra de suelo previamente tamizada a través de malla 60 y que contenga aproximadamente 1 mg de N en un frasco micro-Kjeldahl seco (1, 0.5, y 0.25 g de muestra para suelos con 2, 4 y 8% de materia orgánica, respectivamente).
2. Adicionar 1.1 g de mezcla de catalizadores K_2SO_4 , 3 ml de ácido sulfúrico concentrado calentar en la unidad digestora a temperatura media alta hasta que el digestado se torne claro.
3. Ebullición la muestra por 1 hr a partir del momento en que se torne claro. La temperatura en esta fase debe regularse de modo que los vapores de ácido sulfúrico se condensen en el tercio inferior del cuello del tubo de digestión.
4. Una vez completada esta fase, dejar enfriar el frasco y agregar suficiente agua para colocar en suspensión, mediante agitación, el digestado (15 a 20 ml son generalmente suficientes).
5. Dejar decantar las partículas de sílice evitando la precipitación de cristales de sulfato de amonio.
6. Transferir el contenido líquido a la cámara de destilación del aparato, lavando el matraz de digestión con pequeñas porciones de agua.
7. Colocar en el tubo de salida del aparato de digestión un matraz Erlenmeyer de 125 ml conteniendo 10 ml de la solución H_3BO_3 + indicadores.

8. Adicionar cuidadosamente 10 ml de NaOH 10 N de modo que la sosa se deposite en el fondo de la cámara de destilación.
9. Conectar el flujo de vapor e iniciar la destilación. Destilar hasta que el volumen alcance la marca de los 75 ml en el frasco Erlenmeyer.
10. Determinar el nitrógeno amoniacal presente en el destilado titulando con el ácido sulfúrico 0.01 N. Debe usarse una microbureta de 10 ml con graduaciones de 0.01 ml. El cambio de color de la mezcla de indicadores en el punto final de la titulación, es de verde a rosado fuerte. Se preparan blancos siguiendo exactamente el mismo procedimiento que en las muestras.

Cálculos

$$\% \text{ N total} = (V_m - V_b) \times N \times 14 / p \times 10$$

Donde:

V_m = Volumen de ácido sulfúrico empleado en titular la muestra

V_b = Volumen de ácido sulfúrico empleado en titular blanco

N = Normalidad exacta del ácido sulfúrico

14 = Peso equivalente del nitrógeno

10 = Factor de conversión a porcentaje

P = Peso de la muestra de suelo en g.

Informe de la prueba

El contenido de N total en el suelo se expresa en términos de porcentaje en peso de la muestra. Se recomienda el uso de dos cifras decimales. Debe especificarse en el reporte el método de análisis empleado.

Interpretación de resultados de nitrógeno total

Los resultados de los análisis de nitrógeno total pueden interpretarse con el siguiente cuadro:

Clase	Nitrógeno total %
Muy bajo	< 0.05
Bajo	0.05 - 0.10
Medio	0.10 - 0.15
Alto	0.15 - 0.25
Muy alto	> 0.25

Para suelos volcánicos se recomienda el empleo del siguiente cuadro.

Clase	Nitrógeno total %
Bajo	< 0.30
Medio	0.30 - 0.80
Alto	> 0.80

7.3.18. La determinación del fósforo extraíble (soluble) en ácido cítrico al 1% se realizará a través del método AS-26, por colorimetría.

Principio y aplicación

Método para la determinación de fósforo soluble en ácido cítrico. Esta es una determinación antigua de P aprovechable. El método aun es necesario para usarse en la determinación del contenido de P del "horizonte fímico" (requerido en la Leyenda revisada del Mapa Mundial de Suelos, FAO/UNESCO/ISRIC) y el "epipedón antrópico" (en la Taxonomía de Suelos). Este también se usa, en arqueología y en control de la calidad de fertilizantes. La muestra es extractada con una solución de ácido cítrico al 1%. Los fosfatos en el extracto son determinados colorimétricamente con el método de azul de molibdeno, con ácido ascórbico como agente reductor.

Reactivos

1. Solución de ácido cítrico al 1%. Disuelva 10 g de $C_3H_4OH(COOH_3).H_2O$ en agua y lleve a 1 L, prepárela el día en que se use.
2. Acido sulfúrico, 5 M. Adicione lentamente 148 ml de H_2SO_4 concentrado (96%) en aproximadamente 450 ml de agua contenida en un matraz aforado de 500 ml bajo constante agitación. Después de enfriar lleve a la marca con agua.
3. Solución de tartrato de antimonio de potasio, 0.5%. Disuelva 0.50 g de $KSbOC_4H_4O_6$ en agua y lleve al volumen de 100 ml.
4. Solución patrón para la mezcla de reactivos. Disuelva 12 g de molibdato de amonio en aproximadamente 300 ml de agua. Lentamente agregue 450 ml de ácido sulfúrico 5 M bajo agitación constante. Agregue 100 ml de la solución de tartrato de antimonio y potasio al 0.5%. Lleve a 1 L con agua. Almacene en la oscuridad.
5. Mezcla de reactivos. Disuelva 1.5 g de ácido ascórbico en 100 ml de la solución patrón. Prepárese el día de uso.
6. Disolución de fósforo, con materiales de referencia certificados, 100 mg L⁻¹ de P. Disuelva 0.2197 g KH_2PO_4 en agua en un matraz volumétrico de 500 ml y lleve al volumen con agua.
7. Disolución intermedia de fósforo, 40 mg/L de P de la disolución de 100 mg/L de P transfiera 40 ml a un matraz aforado de 100 ml y lleve al volumen.
8. Disoluciones de referencia para la curva de calibración. Transferir en matraces volumétricos de 100 ml; 5, 10, 15, 20 y 25 ml de la disolución intermedia de fósforo. Lleve al volumen con agua. Las concentraciones de las disoluciones de fósforo serán de 2, 4, 6, 8 y 10 mg/L.

Material y equipo

1. Espectrofotómetro.
2. Frascos de agitación de polietileno de 100 ml.
3. Agitador mecánico recíproco.

Procedimiento

Extracción:

1. Pese 5 g de suelo (con precisión de 0.01 g) dentro de un frasco de agitación de polietileno.
2. Si el suelo contiene menos de 0.3% de carbonato de calcio equivalente, agregue 50 ml de la solución de ácido cítrico al 1%. Si el suelo contiene más de 0.3% de carbonatos, primero agregue 7 mg de ácido cítrico sólido por cada 0.1% de carbonato y después 50 ml de la solución de ácido cítrico. Incluya dos blancos y una muestra de referencia.
3. Agite por 2 horas. Precaución: en caso que estén presentes carbonatos, no tape el frasco de agitación hasta que la efervescencia haya cesado.
4. Permita reposar por 20 horas.
5. Agite nuevamente durante 1 hora.
6. Para obtener la solución utilice un filtro de poro grueso. En caso que la solución esté turbios filtre nuevamente a través del mismo filtro.
7. Transfiera 1 ml de los estándares, blancos y filtrados en matraces volumétricos de 100 ml, y agregue agua hasta un volumen aproximado de 80 ml.
8. Agregue 10 ml de la mezcla de reactivos y homogeneice.
9. Lleve al volumen con agua, homogeneice y permita reposar durante dos horas para que el color azul desarrolle al máximo.
10. Mida la absorbancia en un espectrofotómetro a 882 o 720 nm.

Cálculos

Grafique una curva de calibración de absorbancia contra concentración de P.

$$P \text{ (mg/kg suelo)} = (a - b) \times \frac{50}{1000} \times \frac{1000}{s} \times \text{mcf} = (a - b) \times \frac{50}{s} \times \text{mcf}$$

Donde:

a = mg L⁻¹ de P en el extracto de la muestra.

b = mg L⁻¹ de P en el blanco.

s = peso de la muestra en gramos.

mcf = factor de corrección de humedad.

Factor de Conversión: P₂O₅ = 2.31 x P

Comentarios

1. El procedimiento de dilución descrito es apropiado para suelos con fósforo extraíble de más de 2300 mg L⁻¹ como P₂O₅ (1000 mg L⁻¹ P). Para evitar los altos contenidos, se puede tomar una alícuota del filtrado más chica (esto es, 0.5 ml) o una predilución con agua (esto es 1:1) seguida por 1:100 como se describió (haga los cambios pertinentes en los cálculos). Debido a la baja concentración del citrato, el desarrollo de color es rápido pero esto no es consecuencia de su máxima intensidad. Note que los estándares no contienen citrato, las diluciones de las muestras deberán ser tomadas al menos con pipetas de 5 y 10 ml como mínimo para disminuir el error cuando el pipeteo se lleva a cabo con pipetas de menos de 5 ml.
2. El método descrito es apropiado para concentraciones de citrato de más de 0.42 mmol/100 ml (concentración final) sin la digestión del extracto por oxidación. Esto corresponde con contenidos de CaCO₃ en el suelo de más de 50%.
3. En trabajos del ISRIC con algunas muestras de "antrosoles" indican que la digestión de los extractos para recobrar el total de P extractado, como se practicó con el procedimiento original (Blanck, 1931), no es necesario con el procedimiento colorimétrico descrito.
4. Preferentemente, los extractos deben ser analizados el día de la filtración. Si es necesario, los frascos pueden permanecer cerrados en refrigeración durante tres días.

Interpretación de resultados

Clase	Contenido de P (ppm)
Horizonte natural	Menor que 250
Horizonte antrópico	Igual o mayor que 250

7.3.19. La determinación de la retención de fósforo por el procedimiento de Blakemore se realizará a través del método AS-27.

Principio y aplicación

Método para la determinación de la retención de fósforo. La muestra es puesta en equilibrio con una solución de fosfatos y se determina la proporción de fosfatos que drenan de la solución. A un pH relativamente bajo (pH 4.6), se asegura la máxima retención de fosfatos.

Reactivos

Use agua destilada durante el procedimiento.

1. Solución de retención de P, 1000 mg L⁻¹ de P. Disuelva 8.787 g de fosfato dihidrógeno de potasio y 32.8 g de acetato de sodio anhidro en casi un litro de agua y agregue 23 ml de ácido acético glacial y transfiera a un matraz volumétrico de 2 L. Lleve a la marca del volumen con agua. El pH debe ser 4.6 ± 0.05.
2. Solución de ácido nítrico vanado molibdato.
3. Disuelva 0.8 g de vanadato de amonio en 500 ml de agua hervida, enfríe y agregue 6 ml de HNO₃ al 70% de concentración. Diluya a 1 L con agua.
4. Disuelva 16 g de molibdato de amonio en agua a 50°C, enfríe y diluya a 1 L con agua.

5. Diluya 100 ml de HNO_3 Conc. (70%) a 1 L con agua.
6. Transfiera el HNO_3 diluido a un matraz o garrafón de 5 L, agregue la solución de vanadato y después la solución de molibdato. Mezcle perfectamente.
7. Serie estándar. De la solución de retención de P (1000 mg L^{-1} de P) transfiera 0, 10, 20, 30, 40, 50 ml a matraces volumétricos de 50 ml y lleve al volumen con agua. Estas soluciones corresponden a 100, 80, 60, 40, 20 y 0% de retención de P, respectivamente.

Material y equipo

1. Agitador mecánico recíproco
2. Centrífuga
3. Espectrofotómetro

Procedimiento

1. Pese 5 g de suelo (con precisión de 0.1 g) dentro de un tubo de centrifuga de 50 ml con tapón a presión o una botella de agitación, agregue 25 ml de la solución de retención de P con una pipeta o con una dosificadora.
2. Agite durante la noche (16 hrs.) a unos 25°C .
3. Centrifugue a 2000 rpm por unos 15 min.
4. Agregue con una pipeta 19.0 ml del reactivo ácido nítrico vanadomolibdico y 1 ml del sobrenadante a tubos de 30 ml. Homogenice.
5. Repita la operación para la serie estándar, desde el punto 1 sin suelo.
6. Después de 30 minutos, pero antes de 24 horas, lea la absorbancia a 466 nm, se recomienda leer las muestras y los patrones al mismo tiempo de reacción, contando el tiempo desde que se agrega el reactivo que genera el complejo hasta el momento de la lectura.

Cálculos

Grafique una curva estándar de retención de P contra absorbancia. La retención de P de las muestras son leídas de esta curva y reportadas en %.

Comentarios

Mientras la curva presenta un decremento en la absorbancia cuando decrece en concentración de P (igual a incremento en adsorción de P), la solución de P es dibujada en el origen de la gráfica.

7.3.20. La determinación de la capacidad de intercambio catiónico y bases intercambiables del suelo se realizará a través del método AS-12, con acetato de amonio.

7.3.21. La determinación de la capacidad de intercambio catiónico y bases intercambiables del suelo se realizará por el procedimiento de la tiourea de plata, a través del método AS-13.

7.3.22. La determinación del porcentaje de saturación de bases, relación de adsorción de sodio y porcentaje de sodio intercambiables, se determinará por el método AS-21, a través de cálculos matemáticos.

7.3.23. La determinación del análisis del tamaño de partículas del suelo por el procedimiento de la pipeta se realizará a través del método AS-28.

Principio y aplicación

Método de la pipeta para la determinación del tamaño de las partículas de los suelos. El método de la pipeta es un procedimiento de muestreo directo. El método consiste en tomar una submuestra (alícuota) de una suspensión de suelo en agua donde se está llevando a cabo un proceso de sedimentación. La submuestra es tomada a una profundidad h y a un tiempo t , en el que todas las partículas con diámetro mayor o igual a 0.002 mm han sedimentado, teniéndose en la alícuota únicamente partículas pertenecientes a la fracción arcillosa. El método se basa en la Ley de Stokes.

Reactivos

1. Hexametáfosfato de sodio 1 N.
2. Agua destilada.
3. Agua oxigenada al 6%.

Material y equipo

1. Pipeta lowy.
2. Botellas de 250 ml.
3. Tamices de 300 mallas.
4. Botes de aluminio.
5. Cápsulas de porcelana.
6. Estufa de aire forzado.
7. Balanza analítica.
8. Suelo sin materia orgánica.
9. Agitador eléctrico.
10. Agitador de vidrio.
11. Plancha eléctrica graduable.

Pretratamiento de la muestra

Destrucción de la materia orgánica (M.O.):

1. Tome 100 g de suelo seco y tamizado a través de una malla de 2 mm y colóquelo en el vaso de precipitado de 1 L, agregue agua destilada hasta cubrir el suelo.
2. Vierta 10 ml de agua oxigenada al 6% y agite con el agitador de vidrio durante 10 minutos.
3. Vierta otros 10 ml de agua oxigenada y observe si se da una reacción violenta con producción de espuma, si esto sucede agregue una dosis de 10 ml de agua oxigenada cada 15 minutos, hasta que no se produzca espuma.
4. Coloque el vaso en la parrilla eléctrica o plancha eléctrica ubicada dentro de la campana de extracción y caliente hasta 90°C.
5. Vierta 10 ml de agua oxigenada y observe la intensidad de la reacción, si la reacción es violenta (muchas espumas) continúe añadiendo dosis de 10 ml de agua oxigenada hasta que no se forme espuma.
6. Después de la última dosis de agua oxigenada continúe calentando para eliminar el posible exceso de agua oxigenada, se recomienda un tiempo mínimo de 45 minutos.
7. Cambie el suelo a un bote de aluminio usando agua destilada si es necesario.
8. Introduzca el bote a la estufa para secar a 105°C hasta tener peso constante.
9. Saque la muestra, vacíela a un mortero, muéla y tamícela por el tamiz de 2 mm.

Procedimiento

1. Pese 5 g de suelo pretratado el cual debe ser seco, sin materia orgánica, molido y tamizado a través de la malla de ≤ 2 mm.
2. Coloque la muestra en una botella de 250 ml.
3. Agregue a la botella con suelo 10 ml del dispersante hexametáfosfato de sodio.
4. Con agua destilada lleve a 50 ml, aproximadamente.
5. Agite la botella con suelo, agua y dispersante por 5 minutos y deje reposar por 12 horas.
6. Luego del reposo agite la suspensión por 30 minutos con un agitador eléctrico.
7. Pase la suspensión por el tamiz de 300 mallas, recogiendo el filtrado en cápsulas de porcelana, use la menor cantidad de agua para separar la arena que quedará en el tamiz, la arcilla y el limo quedarán en la suspensión.
8. Pase el filtrado a la botella de 250 ml y agregue agua destilada hasta que se tenga un volumen de 200 ml.
9. Agite la suspensión durante 2 minutos y deje reposar por un tiempo de 1 hora 21 minutos con 40 segundos, después del cual se toma una alícuota de 25 ml a la profundidad de 2 cm.

10. Colocar la alícuota de 25 ml en un bote de aluminio previamente pesado y se pone en la estufa a secar a 105°C hasta peso constante. Poner la muestra en el desecador a enfriar y pesar.
11. Las arenas retenidas en el tamiz de 300 mallas, páselas a un bote de aluminio previamente pesado y ponga a secar en la estufa a 105°C hasta peso constante.

Cálculos

A = Peso de la muestra

B = Peso de arenas

$$\% \text{ de arena} = (B / A) \times 100$$

C = Peso de arcilla + limo = (A - B)

D = Peso del suelo en la alícuota (partículas ≤ 0.002 mm)

E = Peso de arcilla = D x 8

$$\% \text{ de arcilla} = (E / A) \times 100$$

F = Peso del limo = A - B - E

$$\% \text{ de limo} = (F / A) \times 100$$

Con los porcentajes de arena, limo y arcilla y mediante el uso del triángulo de textura se determina la clasificación textural del suelo.

7.3.24. La determinación de la textura del suelo por el procedimiento de bouyoucos se realizará a través del método AS-09.

7.3.25. La determinación de los carbonatos de calcio equivalentes por el método de neutralización ácida se realizará a través del método AS-29.

Principio y aplicación

Método para la determinación de carbonatos de calcio equivalentes por neutralización ácida. Se sigue el método de titulación rápida por Piper, también llamado método ácido de neutralización. La muestra es tratada con ácido diluido y el ácido restante (no usado por el carbonato), se titula. Los resultados son referidos como carbonato de calcio equivalente, dado que la disolución no es selectiva para la calcita, también otros carbonatos pueden ser disueltos de la misma manera, como la dolomita.

Reactivos

1. Ácido clorhídrico, 0.2 M. Agregue a unos 4 L de agua en un matraz Erlenmeyer graduado, lentamente agregue 85 ml de HCl concentrado bajo agitación constante. Enfríe y lleve a la marca de 5 L con agua.
2. Solución de ácido clorhídrico, 0.1 M valorado con material de referencia de carbonato de sodio. Diluya una ampolleta de concentración analítica estándar, obtenida comercialmente de acuerdo con las instrucciones del fabricante.
3. Solución de hidróxido de sodio, 0.1 M. Disuelva 4 g de lentejas de NaOH en 1 L de agua. Antes de usar valorarlo inmediatamente por titulación con material de referencia certificado de HCl 0.1 M, usando fenoftaleína como indicador.
4. Solución indicador fenoftaleína, 0.1%. Disuelva 100 mg de fenoftaleína en 100 ml de etanol al 96%.

Material y equipo

1. Bureta.
2. Botellas de polietileno de 250 ml con boca ancha para agitación.
3. Agitador mecánico recíproco.

Procedimiento

1. Pese 5 g de suelo fino (0.001 g de precisión) dentro de las botellas de agitación. Incluya dos blancos y una muestra de referencia o 500 mg de CaCO₃ puro.
2. Agregue 100 ml de HCl 0.2 M con pipeta y agite.
3. Cierre holgadamente la tapa de rosca, y agite ocasionalmente durante la siguiente hora. Permita reposar durante la noche.
4. Al siguiente día agite durante 2 horas en el agitador recíproco.

5. Permita que la suspensión se asiente (o filtre), pipetee 10 ml de la solución sobrenadante, dentro de un matraz Erlenmeyer y agregue unos 25 ml de agua.
6. Agregue unas pocas gotas de indicador fenolftaleína y titule con NaOH 0.1 M.

Cálculos

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

Donde:

a = ml de NaOH usados para el blanco.

b = ml de NaOH usados para la muestra.

s = peso de la muestra seca al aire en gramos.

M = molaridad de la solución de NaOH.

50 = $0.00050 \times 10 \times 100\%$ (50 = peso equivalente del CaCO_3).

mfc = factor de corrección por humedad.

Comentarios

1. El ácido clorhídrico se usa para el intervalo de un contenido bajo de carbonatos (<10%). En concentraciones mayores use, ya sea, menos muestra o concentraciones mayores de los reactivos. A muy altos contenidos (>50%) debe usar concentraciones mayores de los reactivos como una menor muestra.
2. Cuando use un titulador automático: ajuste el punto final a pH 7.80.
3. Por este método, puede ser que el carbonato de calcio equivalente se sobrestime un poco, debido a que algunos componentes del suelo no-carbonatados pueden reaccionar con HCl. Por ello a muy bajos contenidos de carbonatos (<10%) el error puede ser relativamente grande. Sin embargo, muchos otros métodos no pueden asegurar una alta precisión en este intervalo por lo que el presente método es conveniente por su operatividad y precisión. No realizar el análisis en suelos con un pH $\text{-H}_2\text{O}$ < 6.5, donde se asume que los carbonatos están ausentes.

Interpretación de resultados

Clase	% CaCO_3	
Muy bajo	<0.5	
Bajo	0.5	2.0
Mediano	2.1	15
Alto	16	40
Muy alto	> 40	

7.3.26. La determinación de los carbonatos de calcio equivalentes por el procedimiento de Horton y Newson, se realizará a través del método AS-30.

Principio y aplicación

Método para la determinación de carbonatos de calcio equivalentes por el procedimiento de Horton y Newson. Los carbonatos de metales alcalino-térreos que se encuentran en cantidades notables en el suelo, provienen de la calcita (CaCO_3) y la dolomita ($\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$) principalmente. Debido a la baja precipitación en regiones áridas y semiáridas casi siempre se encuentran formando parte de la fase sólida del suelo. Considerando a la fertilidad del suelo, es conveniente conocer el contenido de carbonatos, ya que altos contenidos de los mismos pueden inducir deficiencias de fósforo, zinc, hierro y/o manganeso en los cultivos. Los carbonatos al ser tratados con un ácido en un sistema cerrado bajo condiciones constantes de volumen y temperatura producen un aumento de presión en el sistema, el cual está relacionado linealmente con el contenido de CO_2 , producto de la reacción entre los carbonatos y el ácido.

Reactivos

1. Acido clorhídrico concentrado.
2. Sulfato ferroso al 5%. Pese 50 g de sulfato FeSO_4 , disuélvalo en agua destilada y afore a un L en un matraz volumétrico.
3. Mezcla de ácido clorhídrico-sulfato ferroso 1:1. Poner una parte de HCl concentrado y otra de FeSO_4 al 5%.
4. Carbonato de calcio anhidro (puro).

Material y equipo

1. Material común de laboratorio.
2. Elaborar un equipo como el mostrado en la figura.

Procedimiento

1. Pesar 0.5 g de CaCO_3 puro en una balanza analítica y colocar en un matraz Erlenmeyer de 125 ml.
2. Llenar el matraz de 500 ml con agua destilada y conectar el sistema evitando las fugas de aire.
3. Inyectar 10 ml de HCl 1:1 con FeSO_4 al 5%.
4. Después de que se detenga el flujo de agua, medir el volumen desplazado.
5. Repetir el procedimiento para 2.0 g de suelo.

Sistema simple para determinar el carbonato de calcio equivalente por el método de Horton y Newson.

Cálculos

$$\% \text{ CCE} = \frac{V_m}{V_{ca}} \times 100$$

Donde:

CCE = Carbonato de calcio equivalente.

V_m = Volumen desplazado de agua (ml) por un g de suelo.

V_{ca} = Volumen desplazado de agua (ml) por un g de CaCO_3 puro.

Interpretación de resultados

Clase	% CaCO_3
Muy bajo	<0.5
Bajo	0.6 a 2.0
Mediano	2.2 a 15
Alto	17 a 40
Muy alto	> 40

7.3.27. La determinación de yeso por el método de la precipitación con acetona, se realizará a través del método AS-31.

Principio y aplicación

Método para la determinación del yeso por precipitación con acetona. El yeso se disuelve mediante agitación de la muestra con agua, éste precipita de forma selectiva en el extracto, por la adición de la acetona. El precipitado es redisoluto en agua y el yeso se determina midiendo la concentración de calcio en la solución por absorción atómica.

Reactivos

1. Acetona.
2. Solución de cloruro de bario, 1 M. Disuelva 60 g de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en un matraz aforado y lleve a la marca de 250 ml con agua.

3. Acido clorhídrico, 1 M. Disuelva 21 ml de HCl concentrado (37%) en 200 ml de agua en matraz aforado de 250 ml y lleve a la marca de 250 ml con agua.
4. Acido nítrico, 6M. Agregue 380 ml de HNO₃ concentrado (70%) a aproximadamente 500 ml de agua y lleve a la marca de 1L con agua.
5. Yeso (CaSO₄·2H₂O puro, grado analítico).
6. Solución supresora de lantano, 1%. Disuelva 35.2 g La₂O₃ en 160 ml de HNO₃ 6M y diluya a 3 L con agua (exceso de ácido 0.1 M).
7. Material de referencia de disolución espectrométrica de calcio de 1000 mg L⁻¹. Diluya una ampolleta de concentración analítica estándar (1g L⁻¹) de acuerdo con las instrucciones.
8. Disoluciones de calcio para la curva de calibración. De la solución estándar de Ca 1000 mg L⁻¹, pipetee 25 ml dentro de un matraz volumétrico de 250 ml y lleve al volumen con agua. De esta solución estándar de Ca (100 mg L⁻¹) pipetee, respectivamente, 0, 5, 10, 15, 20, 25 ml en matraces volumétricos de 100 ml, agregue 50 ml de la solución supresora de lantano y lleve a volumen con agua. La serie estándar obtenida será de 0, 5, 10, 15, 20, 25 mg L⁻¹ de Ca.

Material y equipo

1. Botellas de polietileno, boca ancha de 250 ml.
2. Agitador mecánico recíproco.
3. Centrífuga.
4. Espectrofotómetro de absorción atómica.

Procedimiento

1. Pese 10 g de suelo (0.1 gr de precisión) dentro de las botellas de polietileno. Incluya una muestra de referencia o (100 mg de CaSO₄· 2H₂O).
2. Agregue 100 ml de agua.
3. Tape la botella y agite durante la noche.
4. Centrifugue la suspensión hasta que el sobrenadante esté claro.
5. Prueba de sulfato: Transfiera aproximadamente 3 ml de extracto a un tubo de ensaye y agregue 10 gotas de HCl 1 M y 2 ml de solución BaCl₂ 1 M. Se prosigue con el análisis sólo si se desarrolla turbidez.
6. Pipetee 20 ml de extracto en un tubo de centrifuga de 50 ml. Agregue 20 ml de acetona, mezcle perfectamente y deje reposar durante 10 minutos.
7. Centrifugue hasta que la solución sobrenadante esté clara.
8. Decante el líquido teniendo cuidado de no perder el precipitado.
9. Redisperse el precipitado con 10 ml de acetona, deslice la acetona de la pipeta, a lo largo de la pared del tubo de centrifuga.
10. Centrifugue y decante.
11. Seque el tubo con el precipitado a unos 50°C en un horno de secado dejando entreabierta la puerta. Procure que cuando se seque un gran número de tubos, el horno debe colocarse bajo una campana extractora.
12. Agregue 40 ml de agua con una pipeta, tape el tubo y agite hasta que el precipitado se disuelva.
13. Pipetear 2 ml de la solución supresora dentro del tubo de ensaye (corto), homogenice y mida el Ca por absorción atómica a una longitud de onda de 422.7 nm.

Cálculos

$$\% \text{ yeso} = (\text{lectura de Ca mg L}^{-1}) \times \frac{0.172}{s} \times \text{factor de dilución} \times \text{mcf}$$

Donde:

$$0.172 = \frac{2 \times 40}{1000} \times 0.00010 \times \frac{100}{20} \times \frac{172.17}{40.08} \times 100\%$$

Factor de dilución= Corrección por alguna posible dilución de la solución final para llevarla dentro del intervalo de la medición.

s= muestra seca al aire en gramos.

mcf= factor de corrección por humedad.

Comentarios

1. Si el sobrenadante no es claro, se puede inferir la ausencia de yeso.
2. La solubilidad del yeso en agua es aproximadamente de 0.2 g/100 ml. En el presente procedimiento, éste corresponde a 2% de yeso en una muestra usando una relación suelo: agua 1:10. Considerando la lenta solubilidad próxima a saturación, por razones prácticas el máximo contenido debe de estar a 1.5%. A contenidos mayores debe usarse una relación proporcionalmente mayor, por ejemplo, más de 3% deben usar 5 g de suelo en 150 ml de agua (1:30), etc.

7.3.28. La determinación de la acidez extraíble por el procedimiento de cloruro de bario-trietanolamina, se realizará a través del método AS-32.

Principio y aplicación

Método AS-32 para la determinación de acidez extraíble por el método cloruro de bario-trietanolamina. La muestra es agitada con una solución amortiguada de BaCl₂-TEA a pH 8.2 después de centrifugarla, una alícuota del sobrenadante es titulada con ácido para medir la base residual.

Reactivos

1. Solución amortiguada extractora de cloruro de bario 0.25 M - trietanolamina 0.2 M. Disuelva 61 g de BaCl₂·2H₂O y 27 ml de TEA en un vaso de precipitado de 1 L con agua destilada. Ajuste el pH a 8.2 con HCl 6 M transféralo a un matraz aforado de 1 L y lleve a la marca.
2. Material de referencia certificado de ácido clorhídrico 0.1 M. Diluya una ampolleta estándar de ácido clorhídrico 0.1 M obtenida comercialmente de acuerdo a las instrucciones del fabricante.
3. Verde de bromocresol al 0.1%. Disuelva 250 mg de verde de bromocresol en 250 ml de agua.
4. Mezcla indicadora. Disuelva 310 mg de rojo de metilo y 210 mg de azul de metileno en 250 ml de etanol (96%).

Material y equipo

1. Buretas.
2. Tubos de centrifuga de polietileno de 50 ml.
3. Agitador mecánico.
4. Centrifuga.

Procedimiento

1. Pese 2.5 g suelo en un tubo de centrifuga, incluya dos blancos y una muestra de referencia.
2. Con una pipeta añada 25 ml de la solución extractora amortiguada y agítelos durante 16 horas en el agitador mecánico.
3. Centrifúquelos durante 5 min a 3000 rpm.
4. Decántelo y transfiera una alícuota de 10 ml a un matraz Erlenmeyer de 125 ml y agregue 20 ml de agua destilada. Añada una gota de verde de bromocresol y 5 de la mezcla indicadora.
5. Titúlelo con HCl 0.1 M. hasta que vire a un color púrpura (titule primero un blanco para establecer el cambio de color).

Cálculos

$$\text{Acidez extraíble (cmol kg}^{-1} \text{ suelo)} = \frac{(a - b) \times 0.1 \times 100 \times \text{mcf}}{s} \times \frac{25}{10} = \frac{(a - b) \times 25 \times \text{mcf}}{s}$$

Donde:

a= ml de HCl gastados por el blanco.

b= ml de HCl gastados por la muestra.

mcf= Factor de corrección de humedad.

s= Peso de la muestra en gramos.

Comentario

Pese 1 g en caso de que el suelo sea rico en materia orgánica, o contenga minerales con carga variable (óxidos libres).

7.3.29. La determinación de la acidez y el aluminio intercambiables por el procedimiento de cloruro de potasio, se realizará a través del método AS-33.

Principio y aplicación

Metodología para la determinación de la acidez intercambiable por el método de Barnhisel y Bertsch que utiliza cloruro de potasio. Además de las bases (Ca, Mg, Na y K) también hay una cantidad de acidez que puede ser desplazada del complejo intercambiable del suelo. La cantidad de esta acidez está en función del pH y de la capacidad de intercambio catiónico del suelo. En la mayoría de los suelos esta acidez está compuesta por el H⁺, el Al³⁺ y los ácidos orgánicos.

Reactivos

1. Cloruro de potasio 1 M. Pese 74.55 g de KCl en un matraz volumétrico de un litro, disuélvalo y afore con agua. Finalmente ajustar el pH a 7.0
2. Hidróxido de sodio 0.1 M. Pese 4 g de NaOH y disuélvalos en un litro de agua (valorarlo con material de referencia certificado de HCl 0.1 M).
3. Acido clorhídrico 0.1 M. (valorado).
4. Fenolftaleína al 0.5% (p/v) en etanol. Pese 0.5 g de fenolftaleína en un matraz volumétrico de 100 ml disuélvalo con etanol y afore.
5. Solución de fluoruro de potasio 1 M. Pese 58.1 gramos de KF en un matraz volumétrico de un litro y afore con agua.

Material y equipo

1. Material común de laboratorio.
2. Tubos de polietileno para centrifuga (100 ml.).
3. Agitador mecánico de vaivén.
4. Centrifuga.

Procedimiento

1. Pesar 5 g de suelo en un tubo de polietileno.
2. Adicione 50 ml de la solución de KCl 1 M.
3. Tape el tubo y póngalo en el agitador mecánico durante 30 minutos.
4. Destape los tubos y centrifugue durante 10 minutos a 2500 rpm.
5. Filtre el sobrenadante en papel Whatman número 42 o su equivalente, recogiendo el filtrado en un vaso de precipitado de 100 ml.
6. Tome una alícuota de 40 ml mediante una pipeta volumétrica, y colóquela en un matraz Erlenmeyer de 125 ml.
7. Agregue cinco gotas de fenolftaleína al 0.5% y titule con hidróxido de sodio 0.1 M valorado, hasta un punto final de rosa permanente.

8. Titule un blanco (igual volumen que muestra, de cloruro de potasio 1 M) de la misma forma.
9. Después de registrar el gasto de NaOH anterior, agregue dos ml de fluoruro de potasio 1 M a la misma solución problema y titule ahora con HCl 0.1M valorado, hasta la desaparición del color rosa.
10. Espere 30 minutos y agregue HCl 0.1 M valorado adicional, hasta un punto final claro. El aluminio e hidrógeno extraídos son calculados como sigue.

Cálculos

$$\text{Acidez intercambiable (C mol (+) Kg}^{-1}\text{)} = \frac{(a - b)}{s} (M \times 100)$$

Donde:

a = ml de NaOH gastados en la muestra.

b = ml de NaOH gastados en el blanco.

M = molaridad de la solución de NaOH.

s = peso de la muestra, en gramos.

$$\text{Al intercambiable (C mol (+)Kg}^{-1}\text{)} = \frac{\text{mL HCl} \times \text{M} \times 100}{\text{g Muestra}}$$

$$\text{Acidez de H}^+ \text{ (C mol (+)Kg}^{-1}\text{)} = \text{acidez como KCl} - \text{Al intercambiable}$$

Donde:

M = muestra

t = testigo

M = Molaridad

7.3.30. La determinación de hierro, aluminio, manganeso y silicio extraíbles con ditionito-citrato por el procedimiento de Merha y Jackson, se realizará a través del método AS-34.

Principio y aplicación

Determinación de hierro, aluminio, manganeso y silicio extraíbles por el método ditionito-citrato. La muestra es calentada en una amortiguada acomplejante de citrato de sodio/bicarbonato al cual el ditionito de sodio sólido es agregado como un agente reductor. La técnica de Mehra y Jackson se utiliza para extraer hierro libre, es decir, de Fe que no forma parte de las estructuras minerales silicatadas. El hierro, aluminio y manganeso son medidos en el extracto por absorción atómica.

Reactivos

1. Solución amortiguada: citrato de sodio 0.27 M y bicarbonato de sodio 0.11 M. Disuelva 397 g de $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y 46.2 NaHCO_3 en agua destilada y llévelo a un volumen de 5 L.

2. Ditionito de sodio. Reactivo analítico.

3. Solución saturada de cloruro de potasio. Disuelva 375 g de KCl en 1 L de agua caliente y enfríe.

4. Soluciones estándar de Fe, Al y Mn (200 mg L^{-1}). Prepárelas utilizando las respectivas ampollitas de concentración analítica estándar (1 g L^{-1}) de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Diluya cada una a 250 mg L^{-1} pipeteando 50 ml en matraces volumétricos de 250 ml y lleve a la marca del volumen con agua.

5. Solución matriz para las series estándar. A un matraz volumétrico de 1 L agregue 360 ml de la solución amortiguada citrato-Na/bicarbonato, 80 ml de la solución saturada de KCl y 24 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$. Disuelva y lleve al volumen con agua.

6. Series estándar mezclada de Fe, Al y Mn.

De las soluciones estándar de 250 mg L^{-1} pipetee 0, 5, 10, 25 y 50 ml en diferentes matraces volumétricos de 250 ml. A cada matraz agregue 50 ml de la solución matriz y lleve al volumen con agua. Las series estándar son entonces: Fe, Al, Mn: 0, 5, 10, 25 y 50 mg L^{-1} .

Material y equipo

1. Baño María.
2. Centrifuga.
3. Espectrofotómetro de absorción atómica.

Procedimiento

1. Muela aproximadamente 5 g de suelo que pase a través de un tamiz de 0.5 mm.
2. Pese 4.00 g de suelo tamizado si se estima que contiene menos de 9% de Fe extraíble, o pese 2.00 g si es mayor el contenido de Fe. Incluya dos blancos y una muestra de referencia.
3. Agregue 45 ml de solución amortiguada y coloque en baño maría a 75°C. Precaución: la temperatura no debe exceder 80°C (precipitación de azufre elemental).
4. Agregue 1 g de Na₂S₂O₄ con la medida de una cucharilla y agite la mezcla constantemente durante un minuto y ocasionalmente durante los próximos 5 minutos con una varilla de vidrio o plástico.
5. Repetir los pasos desde el número 3 dos veces más.
6. Agregue 10 ml de la solución saturada de KCl (mientras enjuaga la varilla) y caliente nuevamente en baño maría por 5 minutos.
7. Centrifugue y decante el sobrenadante claro dentro de un matraz volumétrico de 250 ml.
8. Repita las etapas 3 hasta la 6 y agregue el segundo sobrenadante al correspondiente matraz volumétrico.
9. Lleve el volumen del matraz volumétrico con agua.
10. Prepare diluciones 5X y 50X.
Dilución 5X. Transfiera 1 ml del extracto y 4 ml de agua dentro de tubos de ensaye y homogenice.
Dilución 50X. Transfiera 1 ml del extracto y 9 ml de la solución matriz dentro de tubos de ensaye y homogenice. Transfiera 1 ml de este extracto diluido 10x y 4 ml en agua dentro de tubos de ensaye y homogenice.
11. Mida el Fe en la dilución 50X por absorción atómica a 248.3 nm.
12. Mida el Al (usualmente en la dilución 5X) por absorción atómica a 309.3.
13. Mida el Mn (usualmente en la dilución 5X) por absorción atómica a 279.5 nm.
14. Mida el Si (usualmente en la dilución 5X) por absorción atómica a 251.6 nm.

Cálculos

$$\text{Fe, Al, Mn, Si (\%)} = \frac{(a - b) \times fd}{s} \times \frac{250}{1000} \times mcf \times 100 = \frac{(a - b) \times 25 \times fd \times mcf}{s}$$

Donde:

a= mg L⁻¹ Fe, Al o Mn en el extracto diluido de la muestra.

b= mg L⁻¹ Fe, Al o Mn en el extracto del blanco diluido.

fd= factor de dilución.

mcf= factor de corrección por humedad.

s= peso de la muestra en miligramos.

Factores de conversión:

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = 1.43 \times \% \text{Fe}$$

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = 1.89 \times \% \text{Al}$$

$$\% \text{MnO}_2 = 1.58 \times \% \text{Mn}$$

$$\% \text{SiO}_2 = 2.14 \times \text{Si}$$

Comentarios

1. Las soluciones estándar pueden conservarse por una semana.
2. Para ciertos propósitos se requiere determinar sílice en los extractos. Puede incluirse una serie estándar de 0-50 mg L⁻¹ de Si, similar a los otros elementos. En caso que el Si sea medido, use agua destilada durante el procedimiento en vez del agua desmineralizada.

3. En caso que los extractos (diluidos) salgan del intervalo, diluya éstos una vez más 1+1 con la solución estándar. Por esta razón debe preparar de lo anterior un extra de 250 a 500 ml. Haga los cambios pertinentes en los cálculos.
4. Si es necesario, la determinación colorimétrica de estos elementos puede hacerla de acuerdo a los métodos descritos en Page (1982): Fe, p.304; Al, p.315 y Si, p.270.

7.3.31. La determinación de hierro, aluminio, manganeso y silicio extraíbles con ditionito-citrato por el procedimiento de Holmgren, se realizará a través del método AS-35.

Principio y aplicación

Procedimiento para la determinación de hierro, aluminio, manganeso y silicio extraíbles. La muestra es agitada con un acomplejante y una solución amortiguada reductora de citrato de sodio y ditionito de sodio. Hierro, aluminio y manganeso son medidos en el extracto en absorción atómica.

Reactivos

1. Solución extractante: citrato de sodio al 17% y ditionito de sodio al 1.7%. Disuelva 510 g de $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 2.5 L de agua. Agregue y disuelva 51 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ y lleve a la marca de 3 L. Precaución, esta solución puede ser útil sólo por unos pocos días.
2. Solución "superfloculante", 0.2%. Disuelva 0.1 g de superfloc en 50 ml de agua (agite durante la noche en la oscuridad, almacene en la oscuridad). Precaución esta solución puede ser útil por una semana.
3. Soluciones estándar de Fe, Al y Mn (200 mg L^{-1}). Prepárelas utilizando las respectivas ampollas de concentración analítica estándar (1 g L^{-1}) obtenidos comercialmente de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Diluya cada una a 200 mg L^{-1} pipeteando 50 ml en un matraz aforado de 200 ml y llenando con agua.
4. Series estándar mezclada de Fe, Al y Mn:

De las soluciones estándar de 250 mg L^{-1} pipetee 0, 5, 10, 25, 50 ml dentro de matraces volumétricos de 250 ml. A cada matraz agregue 50 ml de la solución citrato/ditionito y lleve al volumen con agua. Las series estándar de: Fe, Al, Mn, son de concentración 0, 5, 10, 25, 50 mg L^{-1} .

Material y equipo

1. Agitador mecánico recíproco.
2. Centrífuga.
3. Botellas de agitación de polietileno, boca ancha, 100 ml.
4. Espectrofotómetro de absorción atómica (con quemador óxido nítrico/acetileno).

Procedimiento

1. Pese 1 g de suelo y colocar dentro de una botella de agitación de 100 ml. Incluya dos blancos y una muestra de referencia.
2. Agregue 60 ml de reactivo citrato/ditionito, cierre la botella y agite durante la noche (16 hrs.).
3. Transfiera unos 35 ml de la suspensión a tubos de centrifuga de 50 ml.
4. Agregue 3-4 gotas de la solución superfloculante y agite bien, preferentemente en un mezclador Vortex y centrifugue.
5. Prepare diluciones 5X y 50X. Dilución 5X. Transfiera 1 ml del sobrenadante claro y 4 ml de agua dentro de tubos de ensaye y homogenice. Dilución 50X. Transfiera 1 ml del sobrenadante claro y 9 ml de la solución extractante de citrato/ditionito dentro de un tubo de ensaye y homogenice. Transfiera 1 ml de este extracto diluido 10X y agregue 4 ml de agua dentro de un tubo de ensaye y homogenice.
6. Mida el Fe por absorción atómica a 248.3 nm.
7. Mida el Al (usualmente en la dilución 5X) por absorción atómica a 309.3 nm.
8. Mida el Mn (usualmente en dilución 5X) por absorción atómica a 279.5 nm.
9. Mida el Si por Absorción atómica a 251.6.

Cálculos

$$\text{Fe, Al, Mn, Si (\%)} = \frac{(a - b) \times \text{fd}}{s} \times \frac{60}{1000} \times \text{mcf} \times 100 = \frac{(a - b) \times 6 \times \text{fd} \times \text{mcf}}{s}$$

Donde:

a= mg L⁻¹ Fe, Al o Mn en el extracto diluido de la muestra.

b= mg L⁻¹ Fe, Al o Mn en el extracto del blanco diluido.

fd= Factor de dilución (5 o 50).

mcf= Factor de corrección por humedad.

s= Peso de la muestra en miligramos

El factor 60 está basado en los 60 ml del extractante pero puede ser más alto.

Factores de conversión:

% Fe₂O₃ = 1.43 x % Fe

% Al₂O₃ = 1.89 x % Al

% MnO₂ = 1.58 x % Mn

% SiO₂ = 2.14 x Si

Comentarios

1. Para ciertos propósitos puede requerirse la determinación de sílice en el extracto. Debe incluir una serie estándar de Si 0-50 mg L⁻¹ similar a los otros elementos. En caso que el Si sea determinado, use agua destilada a través de todo el procedimiento en vez de agua desmineralizada.
2. Esta relación suelo-reactivo es apropiada para muestras con contenidos de óxido de hierro hasta aproximadamente 15% Fe₂O₃ (10% Fe). Para muestras con contenidos de hasta 20% Fe use 120 ml de reactivos (en una botella de agitación de 250 ml), arriba de 30%: 180 ml, etc. En caso que no pueda hacer una estimación de antemano y el contenido de Fe salga del intervalo, repita el análisis con una relación suelo:reactivo menor.
3. En caso que los extractos (diluidos) salgan del intervalo, diluya éstos una vez más 1+1 con la solución estándar. Por esta razón debe preparar de lo anterior un extra de 250 a 500 ml. Haga los cambios pertinentes en los cálculos.

7.3.32. La determinación de hierro, aluminio y silicio extraíbles con oxalato de amonio ácido se realizará a través del método AS-36.

Principio y aplicación

Procedimiento para la determinación de hierro, aluminio y silicio extraíbles con oxalato de amonio ácido. La muestra es agitada con una solución amortiguada y acomplejante constituida por oxalato de amonio y ácido oxálico, para disolver los componentes "activos" o una porción de componentes de Fe, Al y Si. El procedimiento está dirigido para que se disuelva aluminio y sílice que forma parte de minerales con bajo ordenamiento interno denominados frecuentemente como minerales amorfos. La magnitud de Fe y Al recuperado por este método, es uno de los criterios que se usan para definir un horizonte B espódico. Esos elementos son determinados en el extracto por absorción atómica.

Reactivos

En este procedimiento se usa agua destilada en vez de agua desionizada que puede contener Si.

1. Solución de oxalato ácido de amonio, 0.2 M en oxalato, pH 3. Disuelva 81 g de (COONH₄)₂H₂O y 54 g de (COOH)₂H₂O en 4.5 L de agua y lleve a 5 L. Prepare 1 L de dos soluciones 0.2 M por separado, NH₄-oxalato (16 g L⁻¹) y ácido oxálico (11 g L⁻¹) y agregue una u otra de las dos soluciones a la mezcla hasta que el pH sea de 3.
2. Solución supresora de potasio, 10,000 mg L⁻¹ de K. Disolver 19.06 g de KCl en 800 ml de agua en un matraz aforado de 1000 ml y lleve a la marca.
3. Solución "superfloculante", al 0.2%. Disuelva 0.1 g superfloc 1 en 50 ml de agua. Agite durante la noche en la oscuridad.
4. Solución diluyente (5X). Lleve 2.38 g de KCl y 25 ml de HCl a 1 L con agua.

5. Solución diluyente (20X). Lleve 2.01 g de KCl, 210 ml de la solución de oxalato ácido de amonio y 21 ml de HCl concentrado a 1L con agua.
6. Soluciones estándar de Fe, Al y Mn (250 mg L⁻¹). Prepárelas utilizando las respectivas ampollas de concentración analítica estándar (1g L⁻¹) de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Diluya cada una a 250 mg L⁻¹ pipeteando 50 ml en un matraz aforado de 200 ml, y lleve a la marca del volumen con agua.
7. Mezcla de la serie estándar de Fe, Al y Si.
A cada uno de los cinco matraces volumétricos de 250 ml agregue 50 ml del reactivo oxalato ácido, 25 ml de la solución supresora de KCl y 5 ml de HCl concentrado (o 10 ml de HCl 6 M). De cada solución estándar de 250 mg L⁻¹, transfiera 0, 5, 10, 25, 50 ml a matraces volumétricos de 250 lleve al volumen con agua. Las series estándar de: Fe, Al y Si son 0, 5, 10, 25 y 50 mg L⁻¹ para cada elemento.

Material y equipo

1. Agitador mecánico recíproco.
2. Centrifuga.
3. Espectrofotómetro de absorción atómica.
4. Botellas de agitación de polietileno, boca ancha, 100 y/o 250 ml.

Procedimiento

1. Pese 1 g de suelo (aproxime a 0.01 g) dentro de una botella de agitación de 100 ml. Incluya dos blancos y dos muestras de referencia.
2. Agregue 50 ml de reactivo oxalato ácido y tape la botella.

Nota: Para suelos con relativamente altos contenidos de minerales extraíbles en oxalato (Al > 2%) use 100 ml de reactivo oxalato y en una botella de agitación de 250 ml.

3. Agite por 4 horas en la oscuridad.
4. Transfiera cerca de 35 ml a tubos de centrifuga de 50 ml.
5. Agregue 3-4 gotas de solución superfloculante y agite perfectamente (en un agitador Vortex) y centrifugue.
6. Prepare diluciones 5Z y 20Z:
Dilución 5Z. Transfiera 1 ml del sobrenadante claro y 4 ml de la solución diluyente (5X) dentro de tubos de ensaye y homogenice.
Dilución 20Z. Transfiera 1 ml de la solución del sobrenadante claro y 19 ml de la solución (20Z) con un dosificador o bureta, dentro de un tubo de boca ancha o vaso de precipitado de 25 ml y homogenice.
7. Mida el Fe por absorción atómica a 248.3 nm usando quemador aire/acetileno.
8. Mida el Al por absorción atómica a 309.3 nm usando quemador óxido nitroso/acetileno.
9. Mida el Si por absorción atómica a 251.6 nm usando quemador óxido nitroso/acetileno.

Nota: En caso que los extractos (diluidos) salgan del intervalo, dilúyase una vez más 1+1 con la solución cero del estándar. Por ello se debe preparar de ésta una solución extra 250 o 500 ml. Realice los cambios pertinentes en los cálculos.

Cálculos

$$\text{Fe, Al, Si (\%)} = \frac{(a - b) \times df}{s} \times \frac{\text{ml ox.}}{1000} \times \text{mcf} \times 100\% = \frac{(a - b) \times 0.1 \times df \times \text{ml ox.} \times \text{mcf}}{s}$$

Donde:

a= mg L⁻¹ Fe, Al o Si en los extractos diluidos de las muestras

b= mg L⁻¹ Fe, Al o Si en el blanco diluido

df= factor de dilución (5 o 50)

ml ox.=ml de reactivo oxalato usado (50 o 100)

mcf=factor de corrección de humedad

s= peso de la muestra seca al aire en miligramos.

Factores de conversión:

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = 1.43 \times \% \text{Fe}$$

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = 1.89 \times \% \text{Al}$$

$$\% \text{SiO}_2 = 2.14 \times \% \text{Si}$$

7.3.33. La determinación de hierro, aluminio y silicio extraíbles con pirofosfato de sodio se realizará a través del método AS-37.

Principio y aplicación

Determinación de hierro y aluminio extraíbles utilizando pirofosfato de sodio. La muestra es agitada con una solución de pirofosfato de sodio el cual extrae selectivamente los elementos Fe y Al que se encuentran unidos a la materia orgánica, formando un complejo organomineral. El Fe y el Al son determinados por absorción atómica.

Reactivos

1. Solución pirofosfato (difosfato) de sodio, 0.1 M. Disuelva 223 g de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ en agua y lleve a 5 L.
2. Solución "superfloc", 0.2%. Disuelva 0.1 g de superfloc* en 50 ml de agua. Agite durante la noche en la oscuridad.

Nota: Almacene en la oscuridad. Esta solución es útil por una semana.

3. Soluciones estándar de Fe, Al y Mn (200 mg L^{-1}). Prepárelas utilizando las respectivas ampollas de concentración analítica estándar (1 g L^{-1}) de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Diluya cada una a 250 mg L^{-1} pipeteando 50 ml en un matraz aforado de 200 ml y lleve a la marca del volumen con agua.

4. Series estándar de Fe, Al y Mg mezclada cada una por separado con pirofosfato:

A cada uno de seis matraces volumétricos de 250 ml agregar 50 ml de la solución de pirofosfato.

De las soluciones estándar de 250 mg L^{-1} de Fe, Al y Mn pipetee 0, 5, 10, 25, 50 ml, transferir a los matraces volumétricos anteriores y llevar al volumen con agua. Las series estándar son entonces: Fe, Al y Mn de 0, 5, 10, 25, 50 mg L^{-1} .

Material y equipo

1. Agitador mecánico recíproco.
2. Centrífuga.
3. Espectrofotómetro de absorción atómica.
4. Botellas de agitación de polietileno, boca ancha, 250 ml.

Procedimiento

1. Pese 1 g de suelo (aproxime a 0.01 g) dentro de una botella de agitación de 250 ml incluya dos blancos y una muestra de referencia.
2. Agregue 100 ml de la solución pirofosfato y tape la botella.
3. Agite durante la noche (16 hrs.)
4. Transfiera casi 35 ml de la suspensión a un tubo de centrifuga de 50 ml.
5. Agregue 3 a 4 gotas de superfloc y agite perfectamente (preferentemente sobre un mezclador Vortex) y centrifugue.
6. Prepare una dilución 5X pipeteando 1 ml de la solución sobrenadante claro y 4 ml de agua dentro de un tubo de ensaye. Homogenice.
7. Mida Fe por absorción atómica a 248.3 nm usando quemador aire/acetileno.
8. Mida Al por absorción atómica a 309.3 nm usando quemador óxido nitroso/acetileno.

* Por ejemplo Cianamid Superfloc N¹⁰⁰; Floerger Kemflock FA 20 H

Cálculos

$$\text{Fe, Al (\%)} = \frac{(a - b) \times 5}{s} \times \frac{100}{1000} \times \text{mcf} \times 100 = \frac{(a - b) \times 50 \times \text{fd} \times \text{mcf}}{s}$$

Donde:

a= mg L⁻¹ Fe, Al o Mn en el extracto diluido 5X de la muestra.

b= mg L⁻¹ Fe, Al o Mn en el extracto del blanco diluido.

mcf=factor de corrección por humedad.

s= peso de la muestra en miligramos.

Factores de conversión:

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = 1.43 \times \% \text{Fe}$$

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = 1.89 \times \% \text{Al}$$

Comentarios

1. **Nota:** En caso que los extractos (diluidos) salgan del intervalo, diluya éstos una vez más 1+1 con la solución cero del estándar. Por ello, debe preparar de esta última un volumen extra de 250 o 500 ml. Haga los cambios pertinentes en los cálculos.
2. Una importante limitante del método es la dificultad para obtener una solución clara del sobrenadante. También en el trabajo rutinario cada solución del sobrenadante tiene que ser cuidadosamente inspeccionada después de centrifugar. Especialmente para ciertos suelos ricos en óxidos de hierro se recomienda el uso de centrifugación a supervelocidad. Aun así, esto no puede sedimentar todas las partículas (particularmente de goetita) y entonces es conveniente el uso de ultra centrifugación.
3. Si es de interés, el carbono orgánico puede ser determinado también en el extracto. Diversos procedimientos basados en combustión húmeda por ácido/dicromato puede ser convenientemente aplicado, ejemplo Allison (1960), Walkley-Black (en este volumen), Begheijn (1973), Van Oostrum y Mokma (1982).

7.3.34. La determinación de análisis elemental de arcilla por el procedimiento de espectroscopia fluorescente de rayos "X" se realizará a través del método AS-38.

Principio y aplicación

Método de análisis elemental de arcilla por espectroscopia fluorescente de rayos "X". El suelo muy fino o la fracción arcillosa son secados y quemados y posteriormente fusionados con el tetraborato de litio. Con este producto se pueden analizar 25 elementos, utilizando espectroscopia fluorescente de rayos X.

Reactivos

1. Solución amortiguada de acetato 0.1 M. Disolver 680 g de CH₃COONa.3H₂O en 4 L.
2. Peróxido de hidrógeno, 30%. Nota: El H₂O₂ industrial puede contener fosfato como estabilizador (arriba de 30 mg L⁻¹). Si se va a determinar el fósforo, se debe utilizar reactivo grado analítico.
3. Solución saturada de cloruro de sodio. Disolver 375 gr de NaCl en 1L de agua caliente (70 a 80°C) y dejar enfriar.
4. Solución de hidróxido de sodio, 1 M. Disolver 40 g de NaOH en 900 ml de agua y aforarlo a 1L.
5. Tetraborato de litio. Solución de acetato de bario, 0.5 M (BaAc). Disolver 127 g de Ba(CH₃COO)₂ en agua y aforarlo a 1L.

Material y equipo

1. Mortero con bola de carburo de tungsteno.
2. Congelador-secador.
3. Estufa.
4. Mufla.
5. Centrifuga.
6. Baño María.

7. Agitador (licuadora).
8. Sifones.
9. Agitadora mecánica.
10. Espectroscopio fluorescente de rayos X (Phillips PW 1404).
11. Generador de alta frecuencia para inducir calor o un horno (al menos de 1200°C).
12. Crisoles de porcelana de 30 ml.
13. Crisoles de platino de fondo plano.

Procedimiento para suelo fino

1. Pese aproximadamente 2.5 g de suelo fino en un vaso y muélalo en un mortero con una bola de carburo de tungsteno alrededor de 10 min.
2. Transfiera a un crisol de porcelana tarada de 30 ml. y séquelo en una estufa a 105°C.
3. Transfiera los crisoles a un desecador, enfríe y pese (con balanza de precisión de 0.001 g).

Procedimiento para la fracción arcillosa

Oxidación de la materia orgánica

1. Pesar una cantidad de suelo que contenga alrededor de 1 g de arcilla y colocarla en un vaso de 500 ml (del tipo alto).

Nota: Si se va a realizar espectroscopia fluorescente de rayos X, la muestra de suelo debe contener de 3.5 a 4 g de arcilla y utilizarse un vaso de 1 L.

2. Añádase 15 ml. de H₂O₂ al 30% y déjelo reposar toda la noche. Si se presenta una reacción excesiva, añada un poco de etanol o colóquelo en un recipiente o bandeja parcialmente llenada con agua fría. Mantenga los vasos cubiertos con un vidrio de reloj.
3. Al día siguiente coloque los vasos en baño María a 80°C y añada lentamente 5 a 10 ml de H₂O₂ al 30% (cada vez que la efervescencia disminuya), hasta que se haya completado la destrucción de la materia orgánica la cual ocurre cuando el sobrenadante es claro.
4. Coloque el vaso en una plancha ligeramente caliente alrededor de 1 h hasta eliminar el H₂O₂.
5. Retire el vaso de la plancha y déjelo enfriar.
6. Agite la suspensión por 2 o 3 min.
7. Regrese la suspensión y agregue agua hasta 300 ml. Deje que la suspensión se asiente.
8. Si no se presenta un asentamiento, agregue 5 ml de la solución saturada de NaCl, agite y deje sedimentarse.
9. Sifonee la solución y decante el sobrenadante.
10. El siguiente paso es hacer una distinción entre la presencia o ausencia de carbonatos:

Suelos calcáreos (pH-H₂O > 6.5).

Suelos no calcáreos (pH-H₂O ≤ 6.5), si el suelo es calcáreo, los carbonatos son eliminados con una solución amortiguada de acetato. (Paso 7), si los carbonatos están ausentes, continuar con el paso 8.

Eliminación de carbonatos

1. Agregar aproximadamente 100 ml de acetato amortiguada a pH 5 y colóquelo en baño María (80°C). Agítelo ocasionalmente. Mantenga el vaso cubierto con un vidrio de reloj.
2. Cuando la efervescencia haya terminado, añada 5 ml de ácido acético glacial aproximadamente cada hora hasta que no efervesca más aun con nuevas adiciones de ácido.
3. Transfiera la suspensión a una botella de centrifuga (250 a 350 ml.) y centrifugue y lave dos veces (o tres veces si hay un alto contenido de carbonatos, por ejemplo mayor a 10%).
4. Lave la muestra dentro de su tamiz en un vaso de 500 ml y continúe con el paso 8.

Separación de la fracción arcillosa

1. Afore la suspensión con agua hasta 300 ml.
2. Ajuste el pH entre 7 y 8 unidades (con papel indicador) agregando unas pocas gotas de NaOH 1 M (sólo en algunos casos es necesario HCl).
3. Agregue agua a la suspensión hasta el tope del vaso que es alrededor de 11 a 12 cm desde el fondo. Agite y déjelo reposar.
4. Después del tiempo de sedimentación indicado en el Cuadro 1, sifonee la suspensión a 9 cm de profundidad y afórela a 1L.
5. Repita el paso 3 y 4. Sifonee por segunda ocasión vaciando el contenido en el primer recipiente. Homogeneizar por agitación.

Nota: Cuando se lleva a cabo la difracción de rayos X, en esta etapa se toma una parte de la suspensión (alrededor de 1/3) y se almacena en botellas de polietileno.

6. Añada 10 ml de BaAc al 0.5 M, agítelo y déjelo reposar.
7. Decante y elimine el sobrenadante y transfiera el sedimento a una botella de centrifuga de 250 o 380 ml.
8. Lleve a un volumen de casi 200 ml con agua destilada y agregue 5 ml de BaAc 0.5 M.
9. Cierre la botella y agite por 15 min en una agitadora mecánica.
10. Centrifugue, decante y descarte la solución del sobrenadante claro.
11. Afore la muestra a 200 ml con agua y agite para resuspender a la arcilla.
12. Repita los pasos 9 y 10 hasta la peptización de la suspensión.
13. Añada 3 gotas de BaAc 0.5 M y homogenice.
14. Centrifugue y decante.
15. Transfiera el sedimento a un vaso térmico, congélelo y séquelo.
16. Transfiera aproximadamente un gramo de material seco a un crisol de porcelana de 30 ml, y séquelo toda la noche en una estufa a 110°C.
17. Transfiera los crisoles a un desecador, enfríe y pese (con balanza de precisión de 0.001 g).
18. Coloque los crisoles en una mufla y caliente a 900°C por 4 hr.
19. Enfríe la mufla y los crisoles hasta 100°C (la mufla puede estar abierta) y transfiera los crisoles a un desecador. Después de enfriar y pesar los crisoles (trabajar con una exactitud de 0.001 g), use la pérdida de peso para calcular la "pérdida por ignición". Generalmente el material pierde peso por ignición y si no es así, muele la muestra suavemente con un mortero de ágata y séquelo en un horno (105°C) por una hora.
20. Pesar 600 mg de una muestra fundida y 2400 mg de $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ dentro de un crisol de platino de fondo plano y llevar a una temperatura aproximada de 1200°C calentándolo a alta frecuencia o en un horno.
21. Analice las muestras con un espectrofotómetro de rayos X, comparándolas con una muestra estándar de acuerdo a las instrucciones del aparato.

Tiempo de sedimentación después de que la fracción arcillosa (< de 2 μm) es sifoneada a 9 cm de profundidad y la correspondiente suspensión por temperatura.

Temp °C	Hrs.	Min.	Temp °C	Hrs.	Min.
19	7	7	28	5	46
20	6	57	29	5	39
21	6	47	30	5	32
22	6	37	31	5	24
23	6	28	32	5	18
24	6	19	33	5	11
25	6	10	34	5	5
26	6	2	35	4	59
27	5	55			

Cálculos

El espectrofotómetro PW 1404 XRF está programado para determinar el contenido de los siguientes elementos: principales elementos (expresados como óxidos): Al, Fe, Si, Ca, Mg, K, Na, P, Ti, Mn. Elementos menores (expresados como elementos): Cu, Cr, Ni, Rb, Sr, Ba, Co, Ga, La, Nb, Pb, V, Zn, Zr. Con este aparato los límites inferiores de detección son: elementos mayores (como óxidos): 0.01-0.03%. Elementos menores (como elementos): 10-20 mg kg⁻¹.

8. Grado de concordancia con normas y recomendaciones internacionales

8.1 No hay normas equivalentes

8.2 Los procedimientos técnicos, sus conceptos y parámetros se basan en metodologías analíticas internacionalmente aceptadas. Estas metodologías están contenidas en manuales de instituciones tales como el Centro Internacional de Referencia e Información de Suelos (ISRIC), en la Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO) y el Departamento de Agricultura de los Estados Unidos (USDA) y son las siguientes:

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association. Washington, D.C., USA.

Los análisis de suelos y plantas como base para formular recomendaciones sobre fertilizantes. FAO 38/2. FAO, Roma, Italia.

Handbook on Reference Methods for Soil Testing. Council on Soil Testing and Plant Analysis, Athens, Georgia, USA.

Procedures for Soil Analysis. International Soil Reference and Information Centre (ISRIC). Wageningen. Netherlands.

Soil Survey Laboratory Methods Manual. Soil Survey Laboratory Staff, United States Department of Agriculture.

Diagnosis and Improvement of Saline and Alkali Soils. US Salinity Laboratory Staff, USDA Handbook No. 60.

Soil Survey Laboratory Methods and Procedures for Collecting Soil Samples. Soil Survey Investigations Report No. 1. Soil Conservation Service U.S. Govt. Printing Office, Washington, USA.

9. Bibliografía

1. Aguilar S.A., 1988. Materia orgánica In: Aguilar S. A. (Ed.). Métodos de análisis de suelos. Sociedad Mexicana de la Ciencia del Suelo, A.C., Departamento de Suelos, Universidad Autónoma Chapingo.
2. Aguilera C. M. y Martínez E. R. 1996. Relaciones agua-suelo-planta-atmósfera. Cuarta edición. Patronato Universitario de la Universidad Autónoma Chapingo. Chapingo, Edo. de México.
3. Alvarez, S. M.E., 1988. Selección de métodos de diagnóstico de Nitrógeno aprovechable en el suelo. Colegio de Postgraduados, Chapingo, Méx. Tesis de Maestría.
4. Barnhissel, R. y P. M. Bertsch. 1982. Aluminium. In: Page et al. (Eds.) Methods of Soil Analysis. Part. 2 (Agronomy). Second Edition. ASACSSA-SSSA. Madison, Wis. U.S.A.
5. Blakemore, L.C., P.L. Searle and B.K. Daly 1981. Methods for Chemical Analysis of Soils. N.Z. Soil Bur. Sci. Rep. 10A. Soil Bureau, Lower Huttr, New Zealand.
6. Blakemore, L.C., P.L. Searle and B.K. Daly (1987). Methods for Chemical Analysis of Soils. N.Z. Soil Bur. Sci. Rep. 80A. Soil Bureau. Lower Huttr, New Zealand.
7. Cottenie A. 1980. Los análisis de suelos y plantas como base para formular recomendaciones sobre fertilizantes. Boletín de suelos de la FAO 38/2. FAO, Roma, Italia.
8. CSTPA, 1980. Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Handbook on Reference Methods for Soil Testing. Revised Editions. University of Georgia, Athens, Georgia, USA.
9. Chapman, H.D. 1965. Cation-Exchange Capacity. In: C.A. Black (Ed.). Methods of Soil Analysis. Madison, Wis., ASA. (Agronomy, 9:891-900).
10. Cheng and Jock Evett. 1990. Soil Properties, Testing, Measurement and Evaluation. Prentice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey, USA.
11. Etchevers B., J. D. 1985. Análisis químico de suelos, el por qué de sus fallas. Serie cuadernos de Edafología, número 4. Centro de Edafología, Colegio de Postgraduados, Chapingo, México.

12. Etchevers, B. J. D., 1987. Determinación de Nitrógeno en suelos. pp.45-84. En: A. Aguilar S., J. D. Etchevers B., J. Castellanos R. (Eds.). Análisis para evaluar la fertilidad del suelo. Soc. Mex. Ciencia del Suelo. Chapingo, Méx.
13. Etchevers, B. J. D., 1988. Interpretación de los análisis químicos de suelo. Centro de Edafología, Colegio de Postgraduados, Chapingo, Méx.
14. Fassbender W.H. y E. Bornemisza, 1987. Química de Suelos con énfasis en suelos de América Latina. IICA. San José, Costa Rica.
15. Gardner, W.H. 1986. Water Content. Pp. 493-544. En A. Klute Ed. Methods of Soil Analysis Part 1: Physical and Mineralogical Methods. Agronomy No. 9, 2a. Edition, American Society of Agronomy, Soil Science Society of America, Madison Wis. USA.
16. Head, K. H. 1989. Soil Technician Handbook. John Wiley & Sons, New York. Toronto.
17. Hodgson, J.M 1987. Muestreo y descripción de suelos. Editorial Revelé, S.A.
18. Hofstee, J., 1983. Methods of Analysis. Part I: Soil. Ministry of Transport and Public Works, Rijksdienst voor de Ijsselmeerpolders. Lelystad, Netherlands.
19. Holmgren, G.G.S. 1967. A Rapid Citrate-Dithionite Extractable Iron Procedure. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 31: 210-211.
20. Horton, J. H. and Newson, D. W. 1953. A Rapid Gas Evolution For Calcium Carbonate Equivalent in Liming Materials. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 17:414-415.
21. Houba, V. J. G. Van der Lee, J. Nowzamsk and Y. Walinga (1989). Soil and Plant Analysis. Part. 5: Soil Analysis Procedures Dept. of Soil Sci. and Plant Nutrition Agric. Univ. Wageningen, Netherlands.
22. JCPDS. (1974, or Later Eds.) Selected Powder Diffraction Data for Minerals. Joint Committee on Powder Diffraction Standards. Data Book. JCPDS. 1601 Park Lane, Swarthmore, Penn., USA.
23. Jones, J. B. 1984. A Laboratory Guide of Exercises in Conducting Soil Test and Plant Analysis. Benton Laboratories, Inc. Athens. Georgia USA.
24. Kabata P.A. and Pendias H., 1984. Trace Elements in Soil and Plant. C.R.C. Press. Inc. Boca Raton, Florida, USA.
25. Keeney, D. R. and D. W. Nelson, 1982. Nitrogen- Inorganic Forms. In: A. L. Page (eds) Methods of Soil Analysis. Part 2. Agronomy 9:643-693. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.
26. L.P. van Reeuwijk. 1993. Procedures for Soil Analysis. International Soil Reference and Information Centre (ISRIC). Wageningen. Netherlands.
27. Laboratory for Soil and Crop Testing. 1979. Phosphate-P-Citric Acid. Working Procedure No. F3/A15-025. Lab. For Soil and Crop Testing. Oosterbeek, Netherlands.
28. Landon, J.R., 1984. Booker Tropical Soil Manual. Booker Agriculture International Limited, Londres, Inglaterra.
29. León A. R. y A. Aguilar S., 1986. Materia orgánica. En: Aguilar et al. (Eds). Análisis químicos para evaluar la fertilidad del suelo. Publicación Especial No. 1 de la Sociedad Mexicana de la Ciencia del Suelo.
30. Lindsay W.L. and W.A. Norvell, 1978. Development of DTPA Test For Zinc, Iron, Manganese and Copper. Soil Sci. Soc. Am. J. 42:421-428.
31. Martin R. Carter 1993. Soil Sampling and Methods of Analysis. Lewis Publishers. Canadian Society of Soil Science.
32. Mc Rae Stuart, G. 1988. Practical Pedology, Studying Soils in the Field. John Wiley & Sons, Toronto, Canada.
33. McLean. E. O. 1982, Soil pH and Lime Requirement. En Page et al. (Eds.) Methods of Soil Analysis. Part 2. Second Ed. Agronomy 9. ASACSSA-SSSA. Madison, Wis. USA.
34. Means, R. E. and J. V. Parcher 1963. Physical Properties of Soils. Charles F. Merrill Books Inc., Columbus, Ohio.
35. Olsen, S. R. and L. E. Sommers 1982. Phosphorus. In: A. L. Page (Eds.) Methods of Soil Analysis. p 420-422. 7.58 Agronomy 9 part 2. American Society of Agronomy. Madison, Wisconsin, USA.

36. Padilla, J. y E. Olvera. 1991. Métodos de análisis químico de suelos y plantas: muestreo, preparación de la muestra, digestiones y extracciones. Departamento de Suelos, Univ. A. Chapingo. Chapingo, México.
37. Page. A.L., R.H. Miller and D.R. Kenney (eds.) 1982. Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2nd. Ed. Agronomy Series 9, ASA, SSSA, Madison, Wis. U.S.A
38. Rhoades, J. D. 1982. Soluble salts. In: Methods of Soil Analysis. Ed. A.L. Page, R.H. Miller y D.R. Kenney (Eds). Agronomy 9. Part. 2, 2nd Ed. ASA Madison, Wis. p. 167-179.
39. S. Miyamoto, 1990. Testing Soils for Salinity and Sodictity. In: Soil Testing and Plant Analysis. Ed. R. L. Westerman et al. Number 3 in the Soil Science Society of American Book Series. Madison, Wisconsin, USA. pp. 299-336.
40. Richards, L. A. (Ed). (1954, Reprint 1969). Diagnosis and Imporvement of Saline and Alkaline Soils. US Salinity Laboratory Staff, USDA Agriculture Handbook No. 60.
41. Rodríguez, S., J. C. Sierra y F. Araos F., 1977. Niveles de fertilidad de suelos de la zona Centro-Norte. Ciencia e Investigación Agraria. 4:233-246.
42. SARH, Subdirección de Agrología, 1978. Métodos para el análisis físico y químico de suelos, aguas y plantas. Publicación No. 10. 2a. Edición. México.
43. Smith A. and Chris E. Mullins, 1991. Soil Analysis, Physical Methods. Marcel Dekker, Inc. New York, USA.
44. Soil Survey Laboratory Staff, 1992. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Soil Survey Investigations Report No. 42. Versión 2.0 United States Department of Agriculture.
45. Tavera, S. G., 1985. Criterios para la interpretación y aprovechamiento de los reportes de laboratorio para las áreas de asistencia técnica. Publicación 3. Sociedad Mexicana de la Ciencia del Suelo. Delegación La Laguna, Coahuila.
46. Thomas, C. W. and W. L. Hargrove. 1984. The Chemistry of Soil Acidity. In: Adams F. (Ed.) Soil. Acidity and Liming. 2nd Ed., American Society of Agronomy, Madison, WI, 1984.
47. Topp, G.C. 1993. Soil Water Content. pp. 541-544 en: M. R. Carter. Soil Sampling and Methods of Analysis, Canadian Society of Soil Science.
48. United States Salinity Laboratory Staff. 1954. Diagnosis and Improvement of Saline and Alkali Soils. USDA Handbook No. 60.
49. USDA, Soil Conservation Service. 1972, Revised Ed. 1982. Soil Survey Laboratory Methods and Procedures for Collecting Soil Samples. Soil Survey Investigations Report No. 1. U.S. Govt. Printing Office, Washington, USA.
50. Velasco M. H., 1983. Uso y manejo del suelo. Editorial Limusa. México.
51. Westerman R.L. 1990. Soil Testing and Plant Analysis. Number 3: In: Soil Science Society of America Book Series. Inc. Madison, Wisconsin, USA.

10. Observancia de esta norma

10.1 La vigilancia del cumplimiento de la presente Norma corresponde a la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, por conducto de la Procuraduría Federal de Protección al Ambiente, cuyo personal realizará los trabajos de inspección y vigilancia que sean necesarios. Las infracciones de la misma se sancionarán en los términos de la Ley Forestal, su Reglamento y demás disposiciones legales aplicables.

TRANSITORIOS

PRIMERO.- Provéase la publicación de esta Norma Oficial Mexicana en el **Diario Oficial de la Federación**, inmediatamente.

SEGUNDO.- La presente Norma Oficial Mexicana entrará en vigor a los sesenta días posteriores al de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**.

Ciudad de México, Distrito Federal, a los veintiocho días del mes de octubre de dos mil dos.- El Subsecretario de Fomento y Normatividad Ambiental y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales, **Cassio Luiselli Fernández.-** Rúbrica.