



**INSTITUTO NACIONAL DE CIENCIAS AGRÍCOLAS**

**DEPARTAMENTO DE BIOFERTILIZANTES  
Y NUTRICIÓN DE LAS PLANTAS**

**LABORATORIO DE AGROQUÍMICA**

**MANUAL DE TÉCNICAS ANALÍTICAS  
PARA ANÁLISIS DE SUELO, FOLIAR,  
ABONOS ORGÁNICOS  
Y FERTILIZANTES QUÍMICOS**

**DR.C. VÍCTOR M. PANEQUE PÉREZ**  
**Ms.C. JUAN M. CALAÑA NARANJO**  
**Ms.C. MAIDA CALDERÓN VALDÉS**  
**ESP. YENIA BORGES BENÍTEZ**  
**ESP. TOMÁS C. HERNÁNDEZ GARCÍA**  
**ESP. MÁXIMO CARUNCHO CONTRERAS**

***Corrección y edición.*** María Mariana Pérez Jorge

***Diseño y realización:*** Yamila Isabel Díaz Bravo

***Diseño gráfico:*** Janet Díaz Valdés

## **SOBRE LA PRESENTE EDICIÓN:**

© Instituto Nacional de Ciencias Agrícolas (INCA), 2010

© Víctor M. Paneque Pérez

ISBN: 978-959-7023-51-7

Ediciones INCA

Gaveta postal 1, San José de las Lajas,

La Habana, Cuba, CP 32 700

*A la memoria de  
V́ctor Manuel Paneque Ṕrez*

# ÍNDICE

## I. INTRODUCCIÓN / 7

## II. CONCEPTOS BÁSICOS / 7

## III. PRIMERA PARTE. ANÁLISIS DE SUELO / 12

1. Actividad de los iones hidrógeno / 12
  - 1.1. Determinación del pH. Método potenciométrico / 12
  - 1.2. Determinación del hidrógeno de cambio / 14
2. Determinación de materia orgánica en suelo por el método de combustión húmeda / 16
3. Determinación de fósforo asimilable en el suelo / 21
  - 3.1. Método de Oniani / 22
  - 3.2. Método de Arnold y Kurtz / 29
  - 3.3. Método de Machiguin / 32
  - 3.4. Método de Olsen / 34
4. Determinación de los cationes cambiables / 34
  - 4.1. Determinación de potasio por el método de Oniani / 34
  - 4.2. Extracción de cationes cambiables calcio, magnesio, potasio y sodio con acetato de amonio 1N de pH=7 con relación suelo-solución de 1:5 / 35
    - 4.2.1. Determinación de potasio y sodio por fotometría de llama / 36
    - 4.2.2. Determinación de calcio y magnesio por el método volumétrico con EDTA / 39
    - 4.2.3. Determinación de calcio + magnesio y calcio / 42
    - 4.2.4. Cálculos de la capacidad de cambio de bases y capacidad de cambio catiónico / 44
5. Determinación de sales solubles totales / 45
  - 5.1. Determinación de sales solubles totales por el método de la pasta saturada / 45
  - 5.2. Determinación de los aniones cloruros, carbonatos y bicarbonatos y los cationes sodio, potasio, calcio y magnesio / 49
    - 5.2.1. Determinación de cloruros. Método de Mohr / 49
    - 5.2.2. Determinación de carbonatos y bicarbonatos / 51
      - 5.2.2.1. Determinación de carbonatos / 53
      - 5.2.2.2. Determinación de bicarbonatos / 54
    - 5.2.3. Determinación de potasio y sodio en la solución saturada de suelo / 55
    - 5.2.4. Determinación de calcio y magnesio en la solución saturada de suelo / 58
  - 5.3. Determinación de sales solubles totales por el método de dilución 1:5 / 59
  - 5.4. Determinación de sales solubles totales en suelos dilución 1:1 / 62

#### **IV. SEGUNDA PARTE. ANÁLISIS DE TEJIDO VEGETAL / 64**

1. Digestión de las muestras / 65
2. Determinación de nitrógeno total. Método colorimétrico con el reactivo Nessler / 68
3. Determinación de fósforo total. Método colorimétrico / 73
4. Determinación de potasio / 79

#### **V. TERCERA PARTE. ANÁLISIS DE ABONOS ORGÁNICOS / 83**

1. Preparación de la muestra / 84
2. Determinación de densidad de volumen / 84
3. Determinación de humedad / 86
  - 3.1. Determinación de la humedad de la muestra húmeda / 88
  - 3.2. Determinación de la humedad de la muestra seca / 88
4. Determinación del potencial hidrógeno. Método potenciométrico / 88
5. Determinación de carbonatos libres. Método cualitativo / 90
6. Determinación de materia orgánica por el método de Walkley-Black / 91
7. Determinación de elementos totales / 95
  - 7.1. Digestión de las muestras / 96
  - 7.2. Determinación de elementos totales / 99
    - 7.2.1. Determinación de nitrógeno total. Método colorimétrico con el reactivo Nessler / 99
    - 7.2.2. Determinación de fósforo total. Método colorimétrico / 104
    - 7.2.3. Determinación de calcio y magnesio por el método volumétrico con EDTA / 110
    - 7.2.4. Determinación de calcio + magnesio y calcio / 113
      - 7.2.4a. Determinación de calcio y magnesio en abonos orgánicos. Complementario / 115
    - 7.2.5. Determinación de potasio y sodio por fotometría de llama / 117
    - 7.2.6. Determinación de potasio por fotometría de llama en el abono orgánico / 120
    - 7.2.7. Determinación de sodio. Fotometría de llama / 121
    - 7.2.8. Determinación de sales solubles totales por el método de dilución 1:5 / 122
    - 7.2.9. Determinación de la relación carbono/nitrógeno / 124

#### **VI. CUARTA PARTE. ANÁLISIS DE FERTILIZANTES QUÍMICOS / 125**

1. Preparación de las muestras / 125
2. Determinación de humedad / 125
3. Determinación de ácidos libres / 126
4. Determinación de nitrógeno / 129
  - 4.1. Determinación de nitrógeno total / 129
  - 4.2. Determinación del nitrógeno amoniacal / 135

- 4.3. Determinación de nitrógeno nítrico y amoniacal / 136
- 5. Determinación de fósforo / 138
  - 5.1. Determinación de fósforo total. Método colorimétrico / 139
  - 5.2. Determinación del fósforo insoluble en agua / 144
  - 5.3. Determinación de fósforo soluble en agua / 147
  - 5.4. Análisis de portadores de fósforo. Materias primas
    - o fertilizantes simples / 149
- 6. Determinación de potasio total / 149
  - 6.1. Determinación de potasio en fertilizantes completos / 152
  - 6.2. Determinación de potasio en portadores o materias primas / 153

## I. INTRODUCCIÓN

El desarrollo de la investigación agrícola y explotación de los cultivos, en todas las actividades de la agricultura, requieren el conocimiento de suelos, plantas y aguas.

Para obtener esos conocimientos, es necesario tomar muestras de cada uno de ellos, prepararlas para el análisis y someterlas a un proceso analítico, para determinar aquellos elementos que son fundamentales, conocer sus características y tomar decisiones para su evaluación y uso.

Los métodos analíticos que se utilicen en los análisis deben brindar una información que se corresponda con las necesidades de evaluación de los suelos, las plantas y aguas, y que sean lo más universales posibles, para que los datos puedan interpretarse y relacionarse con los obtenidos en otros laboratorios del país o los contenidos en la bibliografía universal.

El laboratorio de Agroquímica del INCA ha trabajado durante más de 20 años en los análisis de suelo, plantas y aguas, y ha obtenido experiencias y estabilidad en el uso de las técnicas analíticas que se exponen en este manual.

El objetivo fundamental de este documento es brindar un manual de fácil comprensión y uso práctico a los técnicos del laboratorio de Suelos y Agroquímica, que les sea útil para el desarrollo de sus actividades.

## II. CONCEPTOS BÁSICOS

En el manual se utilizan conceptos y expresiones para la redacción de las técnicas analíticas, que son muy importantes para que el técnico se familiarice con ellas:

⇒ **Agua-** agua destilada

- ⇒ **Transferir**- pasar una sustancia de un recipiente a otro de forma cuantitativa
- ⇒ **Enrasar**- siempre se hace a temperatura ambiente
- ⇒ **Volumen exacto**- siempre se mide con pipetas o buretas, nunca con probetas
- ⇒ **Pesadas**- siempre se hacen en balanzas analíticas, salvo que se exprese otra cosa.
- ⇒ **Equivalente químico**- peso atómico o molecular de un átomo, ión o molécula dividido entre la valencia en ejercicio. Si la sustancia participa en una reacción de oxidación-reducción, entonces el divisor será el número de electrones que se gane o pierda en la reacción según el caso.
- ⇒ Según la fórmula para el cálculo volumétrico:  $VN = V'N'$ , las soluciones de igual normalidad se corresponden en volumen.
- ⇒ **Solución molar**- la que tiene un mol (peso molecular, PM) por litro
- ⇒ **Solución normal**- la que tiene un equivalente químico por litro
- ⇒ Siempre que en una marcha analítica el objeto de estudio sea un filtrado, ese se recogerá en recipientes y con embudos secos
- ⇒ En los **análisis volumétricos** solo pueden hacerse comparaciones y operaciones analíticas con soluciones de la misma normalidad
- ⇒ Para determinar **factores gravimétricos**, con el fin de hacer conversiones de un elemento para un compuesto dado, solo se toma en cuenta el elemento que se está tratando.

Ejemplo:

**Para el P**- ¿Qué equivalencia existe entre P y  $P_2O_5$  ó entre K y  $K_2O$ ?





**Manual de técnicas analíticas para análisis de suelo**

Donde:

CRAP= cantidad de reactivo de pureza X a pesar

CRP= cantidad de reactivo puro (100 %)

P= pureza

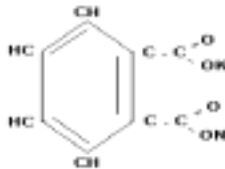
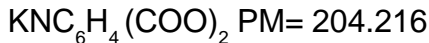
Ejemplo:

Para preparar una solución patrón 1000 ppm de K, pese 1.9068 g de KCl y disuélvalos en un litro. El KCl disponible tiene 99.5 % de pureza. Cantidad de KCl de 99.5 % que hay que pesar para obtener 1.9068 g de K es igual a:  $1.9068 / (99.5/100) = 1.9068 / 0.995 = 1.9164$  g. La cantidad exacta a pesar será= 1.9164 g. Cuando se pese 1.9164 g de KCl con pureza 99.5 %, se tiene 1.9068 g de K químicamente puro, que es lo que se necesita.

Ejemplo:

Pesar 0.1098 g de  $KPO_4H_2$  químicamente puro, si la pureza del  $KPO_4H_2$  es de 99.5 %, entonces la cantidad a pesar será:  $KPO_4H_2 = 0.1098 / 99.5 \times 100 = 0.1104$  g.

Cómo preparar la solución patrón de biftalato de potasio (ftalato ácido de potasio):



Se hace difícil la preparación de la solución patrón para las valoraciones ácido-base, cuando no se dispone de las soluciones patrones preparadas por laboratorios que tengan condiciones para eso o la falta de soluciones patrones “Fisanal” que ofrecen garantía para su precisión.



## **ABREVIATURAS Y SIGNOS MÁS UTILIZADOS**

x (minúscula)= multiplicación

/ o  $\frac{a}{b}$  = división

1e= número de electrones cedidos

1N= normalidad de una solución

Meq.= miliequivalente

cmol.kg<sup>-1</sup>= céntimol por kilogramo

Dil.= dilución

Eq.= equivalente químico

MO= materia orgánica

SST= sales solubles totales

PM = peso molecular

Sol.= solución

mm= milimicrones

min.= minutos

Ptdo.= precipitado

## **III. PRIMERA PARTE. ANÁLISIS DE SUELO**

### **1. ACTIVIDAD DE LOS IONES HIDRÓGENO**

#### **1.1. Determinación del pH. Método potenciométrico**

*Fundamentación:* El pH es un valor que indica la concentración de iones H<sup>+</sup> u OH<sup>-</sup> en el suelo, que indica el estado de acidez o alcalinidad. Su determinación es importante, porque influye sobre la fertilidad de los suelos y condiciona el desarrollo de las plantas que se establecen en ellos. El método que se utilice debe brindar información que se corresponda con la relación suelo-planta, lo cual depende fundamentalmente de la relación «suelo-agua» que se utilice.

El método más universal y el que más se aproxima a las condiciones del suelo es utilizar la relación suelo-agua 1:1 ó 1:2.5 y determinar los valores de pH con un







Luego:

0.1 de pH= 0.01 g.L<sup>-1</sup> de hidrógeno

0.1 de pH= 10 meq. por 1000 g de hidrógeno

0.1 de pH= 1 meq. por 100 g de hidrógeno

Como la densidad del suelo es aproximadamente igual a la unidad, se acepta que:

g.L<sup>-1</sup>= g/1000 g de suelo

Por lo que se concluye que cada 0.1 de variación del pH equivale a 1 meq./100 g de suelo.

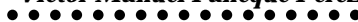
## **2. DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA EN SUELO POR EL MÉTODO DE COMBUSTIÓN HÚMEDA**

*Fundamentación:* El método se basa en la oxidación del carbono de la materia orgánica del suelo por la acción del K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> en solución sulfúrica. Es requisito indispensable, para obtener resultados confiables, que en la determinación se utilice exceso de solución de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> y que el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sea concentrado. La oxidación del carbono es activada por el desprendimiento del calor que se produce al añadir el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado sobre la solución de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, lo cual debe ser aprovechado al máximo, porque de ello depende la eficiencia de la reacción oxidación-reducción. Con este método se obtienen valores confiables y correlacionan bien con los obtenidos con otros procedimientos. El método es de uso universal y recomendado por la mayoría de los especialistas en el mundo (López Ritas, 1967; Jackson, 1970).

### **Utensilios**

- ♦ Balanza analítica, bureta de 25 ó 50 mL, pipeta graduada de 10 mL
- ♦ Erlenmeyer de 500 mL, probeta de 25 y 100 mL, matraz aforado de 1000 mL





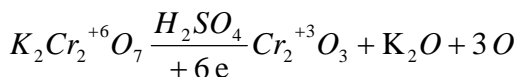
### Reactivos

- ♦ Solución 1N de  $K_2Cr_2O_7$ , indicador ortofenantrolina
- ♦ Solución 0,5N de sulfato ferroso amónico (sal de Mohr).  
 $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6 H_2O]$ .

### Preparación de reactivos

Solución 1N de  $K_2Cr_2O_7$  (PM= 294.21) eq=294.21/6=49.035

El PM se divide entre 6, porque en la reacción de oxidación-reducción el  $K_2Cr_2O_7$  gana seis electrones:  $H_2SO_4$



Pese 49.035 g de  $K_2Cr_2O_7$  químicamente puro o su equivalente según su pureza, transfíralo a un matraz aforado de 1000 mL. Añada agua para disolverlo. Después enrase con agua y agite.

En algunos textos se recomienda verificar la normalidad de estas soluciones utilizando un patrón primario. Por ejemplo, el tiosulfato de sodio ( $Na_2S_2O_3$ ). Sin embargo, tomando en cuenta que el  $K_2Cr_2O_7$  tiene un PM alto y que es una sal estable, se puede tomar como patrón primario siempre que el técnico trabaje con precisión.

- Solución 0.5N de sal de Mohr ( $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ )

PM= 392.158

Eq.= 392.158

Porque:  $Fe^{+2} \xrightarrow{-1e} Fe^{+3}$

En la reacción de oxidación-reducción, el Fe pasa de ferroso a férrico, por lo que pierde un electrón. Pese 196.1 g de  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6 H_2O$  químicamente puro o su cantidad equivalente, según la pureza del reactivo y se transfiere a un matraz aforado de 1000 mL. Se añade agua para disolverlo. Después se añade 40 mL de  $H_2SO_4$  concentrado. Se enfría, se añade agua hasta el enrase y se agita.

**Primera parte. Análisis de suelo**

Esta solución se valora con solución 1N de  $K_2Cr_2O_7$ . Se conserva en pomo ámbar y en lugar oscuro. En condiciones normales el  $Fe^{+2}$  se oxida a  $Fe^{+3}$ , por lo que es necesario comprobar su concentración periódicamente.

Cuando no se disponga de sal de Mohr, se puede utilizar solución 0.5 de  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ . Este se prepara de la forma siguiente:  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  (PM = 245.85) (Eq.= 245.85). Pese 122.925 g del reactivo químicamente puro o una cantidad equivalente según su pureza y continúe el mismo procedimiento que el indicado para preparar la solución con sal de Mohr.

**Ortofenantrolina (indicador)**

Pese 1.5 g del indicador y 1.04 g de sal de Mohr o 0.7 g de  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ , transfíralos a un matraz aforado de 100 mL. Añada agua para disolverlos. Posteriormente se enrasa con agua y se agita.

**Técnica analítica**

1. Se pesa 1g de la muestra de suelo pasada por tamiz de 0.5 mm y se transfiere a un Erlenmeyer de 500 mL.
2. Se toma con pipeta o bureta un volumen exacto de 10 mL de solución 1N de  $K_2Cr_2O_7$  y se transfiere al Erlenmeyer. Se agita para mezclar bien con el suelo y formar una mezcla homogénea. A continuación se añade con probeta 20 mL de  $H_2SO_4$  concentrado, poco a poco, y logrando que el sulfúrico se mezcle bien con el suelo y el bicromato. Se agita durante un minuto y posteriormente se deja en reposo durante 30 min.
3. Conjuntamente con las muestras se prepara un "blanco" con 10 mL de solución de  $K_2Cr_2O_7$  1N y 20 mL de  $H_2SO_4$  concentrado, y se procede de la misma forma que lo indicado para las muestras.

4. Pasado el tiempo indicado se añade con probeta 100 mL de agua y cinco gotas del indicador Ortofenantrolina.
5. Se valora con solución 0.5N de sal de Mohr. El final de la reacción se obtiene cuando se produce un cambio de color de verde a rojo ladrillo. Se anota la cantidad (mL) de solución de sulfato ferroso consumido en la valoración, incluido el blanco.
6. Calcule la cantidad de materia orgánica en la muestra tomando en cuenta: 1 mL de  $K_2Cr_2O_7$  1N = 0.0069 g de MO

Para calcular el porcentaje de MO de la muestra, se necesita determinar los mililitros de  $K_2Cr_2O_7$  1N consumidos en la valoración. Para ello, es necesario tener presente que la solución de sulfato ferroso-amónico que se utiliza en la valoración es 0.5N y para emplearla en el cálculo, es necesario que se transforme de 0.5 a 1N y después hacer la resta. Para hacer los cálculos se procede de la siguiente forma:

$$\left( \frac{10 \text{ mL de } K_2Cr_2O_7 \text{ 1N utilizados}}{\text{mL de } FeSO_4 \text{ del blanco}} \right) \times (\text{mL consumidos en la valoración}) = X \text{ mL}$$

mL de  $K_2Cr_2O_7$  1N combinados con la MO = Y mL

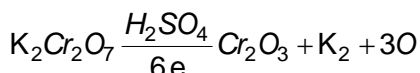
$$Y \text{ mL} = (10 \text{ mL} - X \text{ mL})$$

$$\% \text{ MO} = (10 \text{ mL} - X \text{ mL}) \times 0.69$$

Con el volumen "Y" se calcula el porcentaje de MO haciendo la siguiente proporción:

$$\% \text{ de MO} = \frac{(\text{mL de } K_2Cr_2O_7 \text{ 1N} \times 0.0069 \times 100)}{1 \text{ g de muestra}}$$

Esta fórmula es válida para cuando se utilice 1 g de la muestra. En la reacción:



**Primera parte. Análisis de suelo**

El equivalente químico del  $K_2Cr_2O_7$  es su peso molecular dividido entre 6  $\frac{K_2Cr_2O_7}{6e}$ .

Entonces: si  $\frac{K_2Cr_2O_7}{6e}$

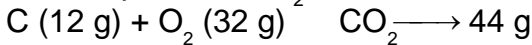
$$\frac{K_2Cr_2O_7}{6e} \text{ equivale a } \frac{30}{6}$$

Sustituyendo tendremos:

$$\frac{294.1}{6} \text{ equivale a } \frac{3 \times 16}{6} = \frac{48}{6} = 8 \text{ g de O}$$

Por tanto, 1 L de solución 1N de  $K_2Cr_2O_7$  (49.035 g.L<sup>-1</sup>) es equivalente a 8 g de oxígeno.

En la reacción del  $K_2Cr_2O_7$  con la materia orgánica del suelo se produce  $CO_2$



Es decir, 12 g de C se combinan con 32 g de O, entonces los 8 de O se combinan con 3 de C.

$$\frac{8 \text{ g de Oxigeno} \times 12 \text{ g de Carbono}}{32 \text{ g de Oxigeno}} = 3 \text{ g de Carbono}$$

Entonces: 1 L de  $K_2Cr_2O_7$  1N equivale a 3 g de C.

En la materia orgánica promedio de los suelos el 58 % es carbono, de modo que 3 g de C equivalen a 5.172 g de MO.

Entonces: 1 L de  $K_2Cr_2O_7$  1N equivale a 5.172 g de MO

Finalmente, se toma en cuenta que el método de Walkley-Black en condiciones normales solo oxida el 75 % del total de la materia orgánica del suelo.

$$\text{Entonces: } \frac{5.172 \times 100}{75} = 6.869 \text{ g de MO}$$

Luego:

1 L de solución de  $K_2Cr_2O_7$  1N= 6.869 g de MO

1 mL de solución de  $K_2Cr_2O_7$  1N= 0.0069 MO

Para hacer el cálculo en el análisis se toma en cuenta que se utiliza 1 g de muestra de suelo.



### **3.1. Método de Oniani**

#### **Utensilios**

- ♦ Probeta de 50 mL, matraz aforado de 25 mL
- ♦ Papel de filtro, agitador mecánico
- ♦ Colorímetro o spekol u otro fotocolorímetro
- ♦ Pomo plástico de 100 mL con tapa

#### **Reactivos**

- ♦ Ácido sulfúrico 0.1N, molibdato de amonio 1.5% en solución de HCl 3.5N
- ♦ Ácido perclórico concentrado, ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico (reductor)
- ♦ 2-4 dinitrofenol (indicador), ácido clorhídrico solución 4 N
- ♦ Hidróxido de amonio solución 4 N

#### **Preparación de los reactivos**

##### **1- Ácido sulfúrico 0.1N**

Tome con pipeta 2.8 mL de ácido sulfúrico de 96 % y 1.84 de densidad o su equivalente para tener 4.9 g de  $H_2SO_4$  puro y transferirlo a un Matraz aforado de 1000 mL, se añade agua destilada, se mezcla bien, se enfría, enrasa y se agita.

##### **2- Solución de molibdato de amonio al 1.5 % y HCl 3.5N**

Pesar 15 g de molibdato de amonio y transferirlo a un beaker de 800 mL y añadir 350 mL de agua destilada, agitar, añadir 322 mL de HCl de 34 % de pureza y  $1.17 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  de densidad o su equivalente que proporcionen 128 g de HCl puro, agitar hasta disolver el molibdato y homogeneizar, transferir el contenido del beaker a un matraz aforado de 1000 mL, enfriar y añadir agua hasta el enrase, agitar. Esta solución se guarda en pomo ámbar y tiene una duración de hasta dos meses.



**Primera parte. Análisis de suelo**

- a) Cuando se transfiere la solución problema al matraz y se añade agua hasta la mitad, se añaden dos gotas de indicador 2-4 de dinitrofenol. Si la solución toma color amarillo, añada HCl 4N gota a gota y con cuidado hasta el punto justo que desaparezca el color amarillo.
- b) Si al colocar el indicador no cambia de color, se añade solución de  $\text{NH}_4\text{OH}$  4N gota a gota y con cuidado hasta que aparezca el color amarillo. A continuación se agrega HCl 4N hasta que desaparezca el color amarillo; posteriormente complete el volumen de agua destilada hasta las tres cuartas partes aproximadamente.

2- Puede darse el caso de que las proporciones suelo-solución que se establecen en la técnica analítica no resulten las más adecuadas, porque las concentraciones de P en las muestras resultan más bajas o más altas que las estimadas en la técnica analítica; para esos posibles casos se establece:

- a) Si la concentración de P es más baja que lo que el método aprecia, entonces se toman 10 mL de la solución problema y continúa con la marcha analítica. En caso de que aún la concentración fuera más baja para desarrollar la intensidad de color suficiente para ser medido, se puede probar con 15 ó 20 mL; en este caso la solución fue menor a 1:5.
- b) En el caso que al tomar 5 mL de la solución problema la concentración de P sea tan alta que la lectura sea mayor que lo que puede admitir el gráfico, entonces se podrá tomar 2.5 ó 2 mL y continuar con la marcha analítica, si aún así la solución resultara muy concentrada en P, entonces lo indicado será hacer diluciones intermedias de 1:10, 1:20, etc. hasta que la dilución obtenida sea la adecuada





**Tabla 1. Cantidades (mL) de solución patrón a emplear para preparar 25 mL de los patrones para confeccionar el gráfico**

No.	Concentración relativa de P (ppm)	mL de solución patrón de 25 ppm de P
1	0	0
2	2	2
3	4	4
4	6	6
5	8	8
6	10	10
7	12	12
8	14	14
9	16	16
10	18	18
11	20	20

Las cantidades correspondientes a cada concentración del patrón se miden con bureta o pipeta de forma exacta y se transfiere a su matraz correspondiente. Se añade agua destilada hasta tres cuartas partes del volumen y después se agrega lo indicado en el punto 4 de las técnicas analíticas:

- ♦ 7 gotas de ácido perclórico concentrado
- ♦ 7 gotas de molibdato de amonio en solución clorhídrica
- ♦ 5 gotas del indicador ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico.

Posteriormente se enrasa y se agita, se pone en reposo durante 30 min de la misma forma que se expresa en la técnica analítica. Pasado ese tiempo, se determinan en el fotocolorímetro las lecturas correspondientes a cada concentración (puede ser densidad óptica o transmisión). Con esa información se confecciona el gráfico.

Para calcular las cantidades de solución patrón a emplear en cada matraz se utiliza la fórmula:



### **Primera parte. Análisis de suelo**

- ♦ Conjuntamente con las muestras se preparará un blanco con 5 mL de solución extractiva y todos los reactivos, y en iguales condiciones expresadas en el punto 4.
- ♦ Las concentraciones del P de las muestras se determinan utilizando un gráfico que al efecto se confecciona.
- ♦ Cálculos. Se toma la lectura correspondiente a cada muestra y se determina en el gráfico la concentración de P en ppm y con ese dato se aplica la siguiente fórmula:  $P = (c \times 25) \times \text{dilución normal} / \text{dilución extra}$   
 $P(\text{ppm}) = c \times 25$

Donde:

$c = P$  en ppm de la curva y 25 = factor de dilución

Cuando se utilice una dilución diferente a la indicada, es decir, 5 mL de dilución problema en matraz de 25 mL, entonces será necesario usar la siguiente fórmula:

$$P = (c \times 25) \times \text{dilución normal} / \text{dilución extra}$$

### **Factores de conversión**

$$P_2O_5 = P \times 2.29$$

$$P_2O_5 \text{ (mg por 100 g)} = P_2O_5 \text{ (ppm)} / 10$$

### **Observaciones sobre la técnica analítica**

En condiciones normales, el pH que tiene el extracto que se obtiene para determinar el P es el adecuado, pero en los casos que se analicen suelos con pH bajo, es necesario ajustar el pH de la solución antes de añadir los reactivos, para desarrollar el color indicado en el punto 4 de la técnica analítica.

### **Ajuste del pH**

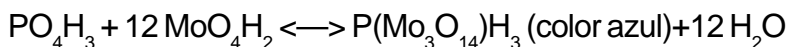
- ♦ Cuando termine de preparar la solución ajuste el pH a 7.
- ♦ Si el pH final de la solución es mayor que 7 añada ácido acético

- ♦ Si el pH final de la solución es menor de 7 añade hidróxido de amonio.
- ♦ El ajuste se hace añadiendo unas gotas del reactivo en dependencia de la desviación del pH de 7. Los valores obtenidos se comprueban con el potenciómetro.

### **3.2. Método de Arnold y Kurtz**

*Fundamentación:* Se basa en la extracción de P fácilmente asimilable con HCl 0.1N y  $\text{NH}_4\text{F}$  0.03N con dilución de 1:10 y 1 min de agitación, lo que proporciona valores más bajos que los que extrae el método de Oniani, pero sí corresponden mejor con las necesidades de las plantas cultivadas en diferentes suelos. El método colorimétrico se basa en la formación del heteropoliácido de color azul al combinarse el  $\text{PO}_4\text{H}_3$  con el  $\text{MoO}_4\text{H}_2$

Así:



#### **Utensilios**

- ♦ Probeta de 50 mL, matraz aforado de 50 y 100 mL
- ♦ Papel de filtro, agitador mecánico
- ♦ Colorímetro o Spekol u otro tipo

#### **Reactivos**

- ♦ HCl ácido clorhídrico 0.1N y  $\text{FNH}_4$  0.03N
- ♦  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$  molibdato de amonio en 1.5 % de HCl
- ♦  $\text{HClO}_4$  ácido perclórico, ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico

#### **Preparación de los reactivos**

*Solución HCl 0.1N y  $\text{FNH}_4$  0.03N (solución extractiva)*

Medir 9.2 mL de HCl de 34 % de pureza y 1.17 de densidad y transferirlo a un matraz aforado de 1000 mL,

### ***Primera parte. Análisis de suelo***

añadir agua hasta la mitad aproximadamente, agitar, después pesar 1.13 de  $\text{NH}_4\text{F}$  y transferirlo al matraz que contiene el HCl, enrasar y agitar. Envasar en un pomo de cristal.

Para calcular el volumen de HCl a utilizar ( $9.2 \text{ mL.L}^{-1}$ ) se hizo lo siguiente:

- ♦ Peso de HCl=  $36.5 \text{ (g.L}^{-1} \text{ de HCl } 0.1\text{N)} \times 0.1 = 3.65 \text{ g}$
- ♦ Densidad (HCl)= 1.17 y pureza= 34 %
- ♦ 1 mol de HCl=  $(3.65/1.17 \times 34) \times 100 = 9.2 \text{ mL}$

En el caso en que la densidad y pureza sean diferentes a las utilizadas en el ejemplo, sustituirlas en el denominador del quebrado de la fórmula.

Para el  $\text{FNH}_4$  se hizo el siguiente cálculo:

- ♦ Peso de  $\text{NH}_4\text{F} = 37 \text{ g.L}^{-1} \text{ de } \text{NH}_4\text{F } 0.03\text{N} = 37 \times 0.03 = 1.11 \text{ g}$
- ♦ Pureza del  $\text{NH}_4\text{F} = 98 \%$
- ♦ Pesar=  $(1.11/98) \times 100 = 1.13 \text{ g}$

#### ***Solución de molibdato de amonio al 1.5 % y HCl 3.5N***

Pesar 15 g de molibdato de amonio, transferirlo a un beaker de 800 mL y añadir 350 mL de agua destilada, agitar, añadir 322 mL de HCl de 34 % de pureza y  $1.17 \text{ g.L}^{-1}$  de densidad o su equivalente, que proporcionen 128 g de HCl puro, agitar hasta disolver el molibdato y homogeneizar, transferir el contenido del beaker a un matraz aforado de 1000 mL, enfriar y añadir agua hasta el enrase, agitar. Esta solución se guarda en pomo ámbar y tiene una duración de hasta dos meses.

#### ***Solución indicador de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico***

Pesar 0.5 g de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico, 30 g de bisulfito de sodio y 6 g de sulfito de sodio, transferirlo a un beaker de 500 mL, añadir 250 mL de agua para disolver, dejar en reposo durante la noche y luego filtrar.



### ***Primera parte. Análisis de suelo***



el análisis de las muestras, según lo establecido en el método Oniani.

- ♦ Cálculos: Para determinar la concentración de P utilice la siguiente fórmula:  $P(\text{ppm}) = c \times 10$   
donde:  $c =$  ppm de P obtenido en el gráfico y  $10 =$  factor de dilución.

En caso que se utilice otra dilución que no sea lo normal (5 mL de sol. problema en matraz de 25 mL), entonces el cálculo se hará utilizando la siguiente fórmula:  $P(\text{ppm}) = c \times 10 \times \text{dilución normal} / \text{dilución extra}$   
donde:

Dilución normal = 1/5

Dilución extra = la que sea necesario utilizar en lugar de 1:5

El gráfico se prepara exactamente igual que lo indicado para el método de Oniani. Además, todas las observaciones indicadas para igual método son válidas para éste.

### **3.3. Método de Machiguin**

Este método se utiliza para suelos con pH mayor de 6.5. Se emplea con frecuencia ya que en el extracto obtenido se determina también el potasio asimilable.

#### **Técnica operatoria**

Se pesan 5 g de suelo tamizado a través de una malla de 2 mm. Se vierten en un recipiente de 150 mL de capacidad y se añaden 100 mL de la solución extractiva. Se tapa y se agita en un agitador horizontal durante 30 min., posteriormente se filtra.

Normalmente el filtrado sale coloreado por lo que se procede igual que Olsen para la decoloración o se oxida la materia orgánica con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y  $\text{KMnO}_4$  como se describe en la literatura.

Del filtrado se toma una alícuota de 10 a 20 mL para el desarrollo del color.





## Reactivos

Solución extractiva  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  (Carbonato de amonio) al 1%. Se disuelven 10 g de la sal en agua destilada y se enrasa a 1 L. Esta solución se descompone y desprende amoníaco por lo que se recomienda que se valore con HCl 0.1N usando como indicador Anaranjado de metilo. Si la solución está muy diluida, se le agrega Carbonato de amonio al 10% y si está muy concentrada se diluye con agua destilada.

Para la valoración se toman 10 mL de la solución extractiva, se le añaden 20 mL de agua destilada, dos gotas del indicador y comenzar el proceso lentamente hasta que el indicador cambia de anaranjado a rojo tenue.

## Preparación del indicador

Pesar 0.1 g de Anaranjado de metilo y disolver en agua, llevándolo finalmente a un volumen de 100 mL.

El volumen de HCl 0.1N gastado en la valoración multiplicado por la normalidad del mismo y dividido por el volumen de la solución extractiva tomado, dará la normalidad del  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ .

$$VN = V^1N^1$$

$$N = \frac{V^1N^1}{V}$$

donde:

$V^1$  = volumen del HCl 0.1N gastado en la valoración.

$N^1$  = normalidad del HCl 0.1N

$V$  = volumen de la solución extractiva tomada para la valoración

Para hallar el por ciento de la solución extractiva, se divide 0.208 entre el valor obtenido de la normalidad según la valoración:

$$\% \text{ Sol. extractiva} = \frac{0.208}{N}$$



El porcentaje permisible está en un rango de 0.9 a 1.05.

### **3.4. Método de Olsen**

Este método se utiliza para suelos con pH mayor de 6.5.

#### **Técnica operatoria**

Se pesan 5 g de suelo pasados por un tamiz de 2 mm y se introducen en un recipiente con capacidad de 125 mL. Se le añaden 100 mL de la solución extractiva y se tapa. Se agita durante 30 min. en un agitador horizontal. Se filtra a través de papel de filtro cuantitativo. Si las primeras porciones del filtrado salen turbias se refiltran.

Con frecuencia estas extracciones salen con coloración producto de la materia orgánica. Para atenuar eso antes de agitar se añade una cucharadita rasa de carbón activado a la suspensión, se agita y se filtra.

Del filtrado se toma una alícuota de 20 mL y se vierte en un volumétrico de 100 mL, añadiéndole posteriormente 20 mL de agua destilada. Se procede a la determinación colorimétrica.

#### **Reactivos**

Solución extractiva de  $\text{NaHCO}_3$  0.5N (Bicarbonato de Sodio). Se disuelven 42 g de  $\text{NaHCO}_3$  en agua destilada y se enrasa a 1 L. El pH se ajusta a 8.5 con  $\text{NaOH}$  0.3-0.5N o con  $\text{HCl}$  0.3-0.5N.

El carbón activado que se usa, si contiene fósforo se somete a una lixiviación mediante  $\text{NaHCO}_3$  y después se lava con agua destilada y se seca.

## **4. DETERMINACIÓN DE LOS CATIONES CAMBIABLES**

### **4.1. Determinación de potasio por el método de Oniani**

Para determinar el K por el método de Oniani se utiliza el extracto de suelo (extracción del P y K con solución 0.1N de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  con relación suelo-solución 1:25 con



## **Reactivos**

- ♦ Acetato de amonio 1N pH= 7, ácido acético concentrado
- ♦ Hidróxido de amonio concentrado

## **Preparación del acetato de amonio 1N pH= 7**

Pesar 78 g de  $\text{CH}_3\text{-COONH}_4$  y transferirlo a un beaker de 800 mL, disolver en agua y transferirlo a un matraz aforado de 1000 mL, enrase y agite. Puede prepararse cantidad suficiente para varios días (ejemplo: 10 L).

## **Ajuste del pH**

- ♦ Cuando termine de preparar la solución ajuste el pH a 7.
- ♦ Si el pH final de la solución es mayor que 7, añada ácido acético
- ♦ Si el pH final de la solución es menor de 7, añada hidróxido de amonio.
- ♦ El ajuste se hace añadiendo unas gotas del reactivo en dependencia de la desviación del pH de 7. Los valores obtenidos se comprueban con el potenciómetro.

## **Técnica analítica**

- ♦ Se pesan 10 g de suelo seco al aire y pasado por tamiz de 0.5 mm, se transfiere a un pomo plástico de 100 mL. Se añaden 50 mL de solución de acetato de amonio 1N pH=7, se tapa el pomo y se agita en agitador mecánico durante cinco minutos.
- ♦ Pasado el tiempo indicado, se filtra. El filtrado se transfiere a un pomo seco con tapa y se conserva para hacer las determinaciones de los cationes.

### **4.2.1. Determinación de potasio y sodio por fotometría de llama**

*Fundamentación:* Cuando se quema una solución que contiene K y Na, se produce un color en la llama y su intensidad es proporcional a la concentración de esos



**Primera parte. Análisis de suelo**

suficiente para determinar esos elementos. Para confeccionar el gráfico se procede de la forma siguiente: Se preparan patrones de 0 a 100 ppm con rango de 10 ppm, es decir, 0, 10, 20, etc. Para ello se utilizan matraces aforados de 25 mL y se marcan con números consecutivos del 2 al 10. En cada uno de ellos se depositan (con bureta) las cantidades de solución patrón que se indican en la Tabla 2.

**Tabla 2. Cantidades (mL) de la solución patrón de 100 ppm de K y Na a utilizar para preparar 25 mL de los patrones y confeccionar los gráficos de K y Na**

No.	Concentración de K y Na (ppm)	Volumen de la solución patrón de 100 ppm de K y Na
0	agua 0	-
2	10	2.5
3	20	5.0
4	30	7.5
5	40	10.0
6	50	12.5
7	60	15.0
8	70	17.5
9	80	20.0
10	90	22.5
11	100	100 es la solución patrón

$$\text{Fórmula } V = \frac{C_d \times V_f}{C_p} = \frac{C_d \times 25}{100} = C_d \times 0.25$$

V= Volumen de la solución patrón

Cd= Concentración deseada

Cp= Concentración del patrón

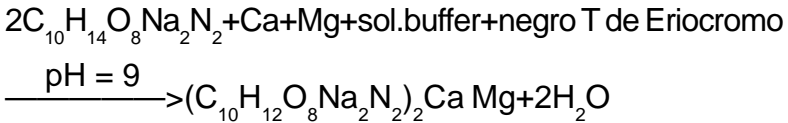
Vf= Volumen final

A los matraces (del 2 al 10) se les añade agua hasta el enrase y se agitan. Se rotulan con sus correspondientes concentraciones de K y Na, se conservan para confeccionar los gráficos.

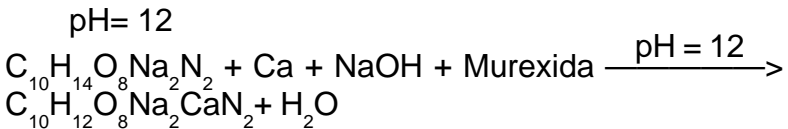


**Primera parte. Análisis de suelo**

El final de la reacción se puede determinar con el indicador negro T de Eriocromo.



El calcio reacciona con el EDTA a pH= 12 y el final de la reacción se determina con el indicador murexida.



**Utensilios**

- ♦ Pipeta de 5 mL, Erlenmeyer 200 mL, bureta de 25 mL
- ♦ Beaker de 1000 mL, varilla de cristal (agitador), matraz aforado de 1000 mL

**Reactivos**

*Solución buffer.* Disolver 67.5 g de cloruro de amonio (NH<sub>4</sub>Cl) en 200 mL de agua, añadir 570 mL de NH<sub>4</sub>OH reactivo. Mezclar bien. Transferir a un matraz aforado de 1000 mL. Enfriar, enrasar y agitar.

*NaOH solución 4N.* Pesar 160 g de NaOH reactivo, transferirlo a un beaker de 1000 mL. Añadir 500-600 mL de agua y disolverlo con varilla de cristal (agitar con cuidado que se calienta mucho). Se deja refrescar y después se transfiere a un matraz aforado de 1000 mL. Se enfría, se enrasa y se agita.

*Ferrocianuro de potasio [K<sub>4</sub>Fe (CN)<sub>6</sub>·3H<sub>2</sub>O solución al 4 %.* Se pesan 4 g de ferrocianuro de potasio reactivo. Se transfieren a un matraz aforado de 100 mL. Se disuelve con agua, se enrasa y se agita.





Todos los textos indican que esta solución de EDTA debe valorarse con una solución patrón de  $\text{CaCO}_3$ . Sin embargo, dado lo poco confiable de los reactivos para prepararlos y lo difícil que es lograr soluciones patrones de Ca y Mg, es recomendable utilizar esa solución de EDTA como patrón primario, por la estabilidad de ese reactivo y porque tiene peso molecular alto su manipulación es confiable. De todos modos, la mayor precisión se obtiene cuando se utilicen soluciones patrones de Ca y de EDTA "Fixanal" u otro reactivo garantizado.

### **4.2.3. Determinación de calcio + magnesio y calcio**

#### **Técnica analítica**

- ♦ Del filtrado que se obtuvo en la extracción de cationes se toman con Pipetas dos porciones de 5 mL y se transfieren a dos Erlenmeyer de 200 mL, uno de ellos se marca para Ca y el otro para Ca + Mg. A cada uno de ellos se añaden aproximadamente 50 mL de agua.
- ♦ Determinación de Ca + Mg
  - a) Al Erlenmeyer marcado Ca + Mg se añade:
    - 5 mL de solución buffer de  $\text{NH}_4\text{OH}$
    - 5 gotas de solución de ferrocianuro de K al 4 %
    - 5 gotas de Trietanol amina al 5 %
    - Una pizca del indicador Negro T de Eriocromo.
  - b) Valorar con solución 0.01N de EDTA  
La valoración termina cuando se produzca un cambio de color vino (o rosado) a azul brillante permanente.
  - c) Se anota el volumen (mL) de EDTA consumido para Ca+Mg

Cuando se hace esta valoración, en ocasiones, si el suelo tiene mucho Fe, Al y otros elementos menores, el cambio no se produce con mucha nitidez y se cometen imprecisiones al estimar el volumen de EDTA consumido.

En esos casos, se repite la valoración añadiendo 5 mL más de solución buffer.

♦ Determinación de Ca

a) Al Erlenmeyer marcado Ca se añade:

- 5 mL de solución de NaOH 4N
- 5 gotas de solución de cloruro de hidroxilamina al 5 %
- 5 gotas de Trietanol amina
- Agitar y añadir una pizca del indicador Murexida (purpurato de amonio) y agitar.

Valorar con solución 0.01N de EDTA. El punto final se obtiene cuando cambia de rosado a violeta

Anotar el volumen de EDTA consumido para Ca

♦ Cálculos:

a) Para determinar los mL de EDTA consumidos para el Mg, se resta a la primera valoración (Ca+Mg) la segunda valoración (Ca).

$$\text{mL EDTA para Mg} = (\text{mL para Ca+Mg}) - (\text{mL para Ca})$$

b) Ca (cmol.kg<sup>-1</sup>) = mL de EDTA 0.01N consumidos en la valoración del Ca

c) Mg (cmol.kg<sup>-1</sup>) = mL EDTA 0.01N consumidos para el Mg

Estas fórmulas solo son válidas para las condiciones establecidas en este análisis que son 10 g de suelo en 50 mL solución extractiva y tomar una parte alícuota de 5 mL, lo que equivale a trabajar con una alícuota de 1 g de suelo.

### **Base de cálculo**

Para el Ca:

⇒ 1 mL sol. de EDTA 0.01N = 1 mL de sol. 0.01N de Ca.

Equivalente químico de Ca<sup>+2</sup> = 40.08/2 = 20.04

⇒ 1 L de sol. 0.01N = 20.04 x 0.01 = 0.2004 g.L<sup>-1</sup> de Ca

⇒ 1 mL de sol. 0.01N = 0.2004/1000 = 0.0002004 g de Ca

⇒ 1 mL de sol. 0.01N de EDTA = 0.0002004 g de Ca

**Primera parte. Análisis de suelo**

Para el Mg:

- ⇒ 1 mL sol. de EDTA 0.01N= 1 mL de sol. 0.01N de Mg.  
Equivalente químico del Mg=  $24.32/2= 12.16$
- ⇒ 1 L de sol. 0,01N de Mg=  $0.01 \times 12.16= 0.1216 \text{ g.L}^{-1}$   
de Mg
- ⇒ 1 mL de sol. 0,01N de Mg=  $0.1216/1000= 0.0001216 \text{ g}$   
de Mg
- ⇒ 1 mL de sol. EDTA 0.01N= 0.0001216 g de Mg

Cálculos para el Ca

- ⇒ mL de EDTA Sol. 0.01N x 0.0002004 1 g de suelo
- ⇒ Ca (ppm) 1000000
- ⇒ Ca (ppm)= (mL EDTA 0.01N x 0.0002004 x 1000000)/1
- ⇒ Ca (ppm)= mL EDTA 0.01N x 200.4
- ⇒  $1 \text{ cmol.kg}^{-1}$  de Ca= 200.4 ppm
- ⇒ Ca ( $\text{cmol.kg}^{-1}$ )= (mL EDTA 0.01N x 200.4)/200.4
- ⇒ Ca ( $\text{cmol.kg}^{-1}$ )= mL EDTA 0.01N

El razonamiento para el Mg es el mismo que para el Ca.

Cuando se analizan suelos con altos contenidos de Ca y Mg como los Vertisuelos, Húmicos Carbonáticos, Pardos con Carbonatos y algunos Aluviales, entonces se hace necesario utilizar en la valoración solución de EDTA con 0.05 ó 0.1 N, pues el EDTA de 0.01N resulta muy diluido y se consume mucho en la valoración. Si fuera así debe modificarse la fórmula según corresponda.

**4.2.4. Cálculos de la capacidad de cambio de bases y capacidad de cambio catiónico**

*Fundamentación:* La CCB expresa la suma de cationes cambiables presentes en la solución del suelo, excluyendo el hidrógeno de cambio. La CCC expresa el total de cationes cambiables incluyendo al hidrógeno. En los suelos que tienen pH=7 o mayor no existe hidrógeno de cambio; por tanto, en esos casos CCB= CCC.



### ***Primera parte. Análisis de suelo***

Las SST por el método de dilución de 1:5 se realizan tomando una muestra de suelo y mezclarlo con agua en la relación de 1:5. Se agita, se deja en reposo y después se filtra. En la solución que se obtiene se determina la CE, los aniones y cationes. Para hacer los cálculos se toma en cuenta un factor de dilución de 1:5.

#### **Utensilios**

- ♦ Conductímetro
- ♦ Centrífuga
- ♦ Balanza técnica
- ♦ Zaranda o agitador mecánico
- ♦ Embudos
- ♦ Espátula
- ♦ Papel de filtro
- ♦ Pomos plásticos con tapas de 250 mL
- ♦ Beaker de 100 ó 150 mL
- ♦ Beaker de 400 ó 500 mL

#### **Técnica analítica**

- ♦ Se toman aproximadamente 150 a 200 g de suelo y se transfieren a un beaker de 400 ó 500 mL.
- ♦ Añada agua en pequeñas porciones (aproximadamente 25 mL cada vez), mézclela bien con el suelo agitando con una espátula, logrando que toda el agua sea absorbida por el suelo. Cuando eso se logre, se añade una nueva porción de agua y así sucesivamente hasta lograr el punto de saturación. El punto final se obtiene cuando en la pasta se presente las siguientes características:
  - Al introducir la espátula en la pasta al sacarla queda limpia.
  - La pasta brilla al reflejo de la luz.
  - La pasta tiene consistencia firme; pero fluye ligeramente cuando se inclina el beaker.



- Al dejar la pasta en reposo no debe quedar agua libre
- ♦ Se deja una hora en reposo. Si pasado ese tiempo se comprueba que no se alcanzó el “punto de saturación”, puede suceder que no se alcance dicho punto. Entonces es necesario añadir más agua. Que se obtenga una pasta sobresaturada entonces es necesario añadir más suelo. En ambos casos, es necesario repetir lo indicado en el punto 2.
- ♦ Para obtener la solución saturada, se pasa la pasta a un tubo de centrífuga y se centrifuga durante 10 min. a 3500 rpm. Posteriormente, la solución se decanta y se transfiere a un pomo plástico seco con tapa y se conserva para hacer los análisis.  
En los lugares donde no haya centrífuga, la pasta se puede filtrar utilizando un embudo Buchner con papel de filtro y ayudado por el vacío, recogiendo el filtrado en un Erlenmeyer de Kitasato seco de 250 mL.
- ♦ Determinación de la CE en el conductímetro. Se toma una porción de la solución saturada obtenida (que sea suficiente para cubrir la celda del conductímetro), se lleva al conductímetro y se determina su conductividad en  $\text{mmhos.cm}^{-1}$ , se toma la temperatura de la solución y con esos datos se calcula la CE a 25°C. La solución utilizada en esta determinación se conserva para otros análisis.

- ♦ Cálculos:  $CE_{25^{\circ}\text{C}} = CE_t \times Ft \times K$

**SST (ppm) =  $CE_{25^{\circ}\text{C}} \times 640$**

$CE_{25^{\circ}\text{C}}$  = conductividad eléctrica a 25°C en  $\text{mmhos.cm}^{-1}$

$CE_t$  = conductividad eléctrica de la solución problema a la temperatura ambiente en  $\text{mmhos.cm}^{-1}$

Ft = temperatura en °C con la solución saturada al momento de la lectura

K = constante de la celda. Es específica para cada celda

**Primera parte. Análisis de suelo**

640= factor para convertir  $CE_{25}^{\circ C}$  en SST

Para obtener los valores Ft utilice la Tabla 3.

**Tabla 3. Cantidades (mL) de la solución patrón de 100 ppm de K y Na a utilizar para preparar 25 mL de los patrones para confeccionar los gráficos de K y Na**

°C	$f_t$	°C	$f_t$	°C	$f_t$	°C	$f_t$
15.0	1.247	23.6	1.029	27.8	0.947	31.8	0.877
16.0	1.218	23.8	1.025	28.0	0.943	32.0	0.873
17.0	1.189	24.0	1.020	28.2	0.940	32.2	0.870
18.0	1.163	24.2	1.016	28.4	0.936	32.4	0.867
19.0	1.136	24.4	1.012	28.5	0.934	32.5	0.866
19.6	1.122	24.6	1.008	28.6	0.932	32.6	0.864
20.0	1.112	24.8	1.004	28.8	0.929	32.8	0.861
20.2	1.107	25.0	1.000	29.0	0.925	33.0	0.858
20.4	1.102	25.2	0.996	29.2	0.921	33.5	0.850
20.6	1.097	25.4	0.992	29.4	0.918	34.0	0.843
20.8	1.092	25.5	0.990	29.5	0.916	34.5	0.836
21.0	1.087	25.6	0.988	29.6	0.914	35.0	0.829
21.2	1.082	25.8	0.983	29.8	0.911	35.5	0.822
21.4	1.078	26.0	0.979	30.0	0.907	36.0	0.815
21.6	1.073	26.2	0.975	30.2	0.904	36.5	0.808
21.8	1.068	26.4	0.971	30.4	0.901	37.0	0.801
22.0	1.064	26.5	0.969	30.5	0.899	37.5	0.794
22.2	1.060	26.6	0.967	30.6	0.897	38.0	0.788
22.4	1.055	26.8	0.964	30.8	0.894	39.0	0.775
22.6	1.051	27.0	0.960	31.0	0.890	40.0	0.763
22.8	1.047	27.2	0.956	31.2	0.887	41.0	0.750
23.0	1.043	27.4	0.953	31.4	0.884	42.0	0.739
23.2	1.038	27.5	0.952	31.5	0.882	43.0	0.727
23.4	1.034	27.6	0.950	31.6	0.880	44.0	0.716

La lectura en el conductímetro se hace según lo indicado para manipulación de cada equipo. Es importante verificar periódicamente el valor de la constante de la celda (K), porque puede variar con el tiempo. Para ello se puede utilizar una solución 0.01N de KCl que tiene una conductividad específica de  $1.4118 \text{ mmhos.cm}^{-1} 25^{\circ}\text{C}$ .





**Primera parte. Análisis de suelo**

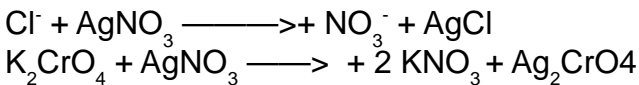
Solución de  $\text{AgNO}_3$  0.01N.  $\text{AgNO}_3$  (PM= 169.88) (Eq.= 169.88). Pesar 1.6988 g de  $\text{AgNO}_3$  químicamente puro o su equivalente según la pureza del reactivo y transferirlos a un matraz aforado de 1000 mL. Añada agua para disolverlo. Después enrase y agite.

**Técnica analítica**

- Tomar con pipeta 5 mL del extracto que se obtuvo de la pasta saturada. Añada aproximadamente 25 mL de agua y 1 mL de solución de  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  al 5 %.
- Valorar con solución 0.01N de  $\text{AgNO}_3$ . La valoración termina cuando una gota de  $\text{AgNO}_3$  añadida produce un color “rojo ladrillo” que se dispersa y no se disuelve, lo cual indica un cambio de color casi imperceptible de amarillo a color ladrillo.

En esta reacción el indicador  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  funciona, porque la KPS del  $\text{AgCl}$  (blanco) es más pequeña que la del  $\text{AgCrO}_4$  (rojo) y, por tanto, este último se formará cuando no exista en el medio iones  $\text{Cl}^-$ , entonces se apreciará que el color rojo del  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  que se forma al añadir  $\text{AgNO}_3$  se dispersa y no se disuelve. Este primer cambio indica el fin de la valoración, pero es difícil de apreciar por el analista.

**Reacciones**



**Cálculos**

Para el cálculo se toma en cuenta que 1 mol de  $\text{AgNO}_3$  equivale a 35.457 y que una sol. 0.01N de  $\text{AgNO}_3$  equivale a:  $35.457 \times 0.01 \text{ AgNO}_3$ . Entonces un litro de esa sol. con esa normalidad contiene 0.35457 y 1 mL de  $\text{AgNO}_3$  equivale a 0.000355 g de  $\text{Cl}^-$ .







### 5.2.2.2. Determinación de bicarbonatos

Al recipiente que contiene la solución donde se determinó  $\text{CO}_3^{=}$  se añaden dos o tres gotas de Bromocresol verde y se valora añadiendo gota a gota la solución 0.01N de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  hasta que se obtenga el primer cambio del indicador (azul, verde y amarillo). El amarillo indica el punto final de la valoración. Se anota el volumen (mL) consumido en la valoración.

Si no se tiene Bromocresol verde se puede usar como indicador una solución de Metil naranja al 0.1 %. El cambio será de amarillo a naranja sin llegar a rojo, lo cual es de muy difícil apreciación.

Entonces:

Si la muestra no tenía  $\text{CO}_3^{=}$ , los mL utilizados en la valoración se toman para el cálculo de los  $\text{HCO}_3^-$ . Si los  $\text{CO}_3^{=}$  fueron valorados, entonces se toma el volumen consumido en esa valoración y se resta del volumen total obtenido en la valoración del  $\text{HOC}_E^-$ . Ese volumen es el que se utiliza en los cálculos para determinar los  $\text{HCO}_3^-$ .

#### Cálculos

$$\text{HCO}_3^-(\text{ppm}) = \text{mL de H}_2\text{SO}_4 \text{ 0.01N} \times 61$$

$$\text{Bases: 1 meq químico de HCO}_3^- = 61$$

$$\text{HCO}_3^-(\text{ppm}) = \frac{1 \text{ mL de H}_2\text{SO}_4 \text{ 0.01N} = 0.00061 \text{ g de HCO}_3^-}{(\text{mL de H}_2\text{SO}_4 \times 0.00061 \times 1000000)} \times 10 = \text{mL de H}_2\text{SO}_4 \times 61$$

Donde:

$$\text{HCO}_3^-(\text{ppm}) = (\text{mL de H}_2\text{SO}_4 \times 0.00061 \times 1000000) / 10$$

$$\text{HCO}_3^-(\text{ppm}) = \text{mL de H}_2\text{SO}_4 \times 61$$



### Confección de los gráficos de K y Na

Dada las concentraciones de K y Na de la mayoría de los suelos cubanos, un gráfico de 0 a 100 ppm es suficiente para determinar esos elementos. Para confeccionar el gráfico se procede de la forma siguiente: se preparan patrones de 0 a 100 ppm con rango de 10 ppm, es decir, 0, 10, 20, etc. Para ello se utilizan matraces aforados de 25 mL y se marcan con números consecutivos del 2 al 10. En cada uno de ellos se deposita (con bureta) las cantidades de solución patrón que se indican en la Tabla 3.

**Tabla 3. Cantidades (mL) de la solución patrón de 100 ppm de K y Na a utilizar para preparar 25 mL de los patrones para confeccionar los gráficos de K y Na**

No.	Concentración de K y Na (ppm)	Volumen de la solución patrón de 100 ppm de K y Na
0	agua 0	-
2	10	2.5
3	20	5.0
4	30	7.5
5	40	10.0
6	50	12.5
7	60	15.0
8	70	17.5
9	80	20.0
10	90	22.5
11	100	100 es la solución patrón

$$\text{Fórmula } V = \frac{C_d \times V_f}{C_p} \quad C_d \times 25/100 = C_d \times 0.25$$

V= Volumen de la solución patrón

Cd= Concentración deseada

Cp= Concentración del patrón

Vf= Volumen final





A los matraces (del 2 al 10) se les añade agua hasta el enrase y se agitan. Se rotulan con sus correspondientes concentraciones de K y Na, se conservan para confeccionar los gráficos.

### **Confección de los gráficos**

Se ajusta el fotómetro según su especificación para el K y el Na, con agua destilada y con el patrón de 100 ppm de cada catión. Después se lee cada una de las muestras, según el orden del 2 al 10, y se leen las transmisiones correspondientes y se anotan, con esa información se confecciona el gráfico.

### **Determinación del K y Na**

Se transfiere una porción del extracto de suelo obtenido anteriormente, a un Beaker, Erlenmeyer o frasquito de 15 mL. Se ajusta el Fotómetro en la misma forma que cuando se confeccionó el gráfico. La muestra se procesa en el Fotómetro y se toma la lectura. Con la lectura de cada muestra se busca en el gráfico las concentraciones correspondientes y se obtienen los ppm de K y Na. Se calcula la concentración de esos elementos en el suelo con las siguientes fórmulas:

$$K \text{ (ppm)} = 5 \times c$$

$$Na \text{ (ppm)} = 5 \times c$$

Donde: c= es la concentración de K o Na obtenidas en el gráfico

Reportar los valores de K y Na en  $\text{cmol.kg}^{-1}$  usando las fórmulas:

$$K \text{ (cmol.kg}^{-1}\text{)} = K(\text{ppm})/391$$

$$Na \text{ (cmol.kg}^{-1}\text{)} = Na(\text{ppm})/230$$

Nota:

- ♦ 1  $\text{cmol.kg}^{-1}$  de K = 391 ppm de K
- ♦ 1  $\text{cmol.kg}^{-1}$  de Na = 230 ppm de Na

#### **5.2.4. Determinación de calcio y magnesio en la solución saturada de suelo**

La determinación de estos elementos en la solución saturada de suelo solo se hace cuando se necesita determinar la relación de absorción de sodio (RAS) en los suelos salinos y se hace por volumetría utilizando solución de EDTA de forma semejante a la indicada en la determinación de cationes intercambiables.

##### **Técnica analítica**

- ♦ Del filtrado que se obtuvo en la extracción de cationes se toman con pipetas dos porciones de 5 mL y se transfieren a dos Erlenmeyer de 200 mL, uno de ellos se marca para Ca y el otro para Ca+Mg. A cada uno de ellos se añaden aproximadamente 50 mL de agua.

- ♦ Determinación de Ca+Mg

a) Al Erlenmeyer marcado Ca+Mg se añade:

- 5 mL de solución buffer de  $\text{NH}_4\text{OH}$
- 5 gotas de solución de ferrocianuro de K al 4 %
- 5 gotas de trietanol amina al 5 %
- Una “pizca” del indicador negro T de Eriocromo.

b) Valorar con solución 0.01N de EDTA

La valoración termina cuando se produzca un cambio de color vino (o rosado) a azul brillante permanente. Se anota el volumen (mL) de EDTA consumidos para Ca+Mg

Cuando se hace esta valoración, en ocasiones, si el suelo tiene mucho Fe, Al y otros elementos menores, el cambio no se produce con mucha nitidez y se cometen imprecisiones al estimar el volumen de EDTA consumido. En esos casos, se repite la valoración añadiendo 5 mL más de solución buffer.



- ♦ Determinación de Ca
- a) Al Erlenmeyer marcado Ca se añade:
  - 5 mL de solución de NaOH 4N.
  - 5 gotas de solución de cloruro de hidroxilamina al 5 %
  - 5 gotas de trietanol amina
  - Agitar y añadir una pizca del indicador Murexida (purpurato de amonio) agitar.
- b) Valorar con solución 0.01N de EDTA. El punto final se obtiene cuando cambia de rosado a violeta
- c) Anotar el volumen de EDTA consumido para Ca

### **Cálculos**

Recuerde:

1 mL EDTA solución 0.01N  $\longrightarrow$  0.0002004 g de Ca  
equivale a: 0.0001216 g de Mg

Entonces:

Para el Ca

mL EDTA 0.01N x 0.000 2004 \_\_\_\_\_ 5 mL

Ca (ppm) \_\_\_\_\_ 1000000

Ca (ppm) = (mL EDTA 0.01N x 0.000 2004 x 1000000)/5 mL

Ca (ppm) = mL de EDTA 0.01N x 40.08

El mismo razonamiento para el Mg: Mg (ppm) = mL de EDTA x 24.32

### **5.3. Determinación de sales solubles totales por el método de dilución 1:5**

Cuando se determinan las sales solubles totales con dilución diferente a la pasta saturada, se obtienen valores relativos en que la textura de suelo tiene mucha importancia en el momento de su interpretación, pues para una relación suelo-agua dada, la concentración de sales que finalmente se obtenga dependerá del agua que retenga el suelo al filtrar o separar la solución del sólido. Según Jackson (1970), mientras más amplia sea la relación suelo-agua,

•••••

más altos serán los valores de la SST que se obtengan. La extracción de sales con dilución de 1:5 es de uso generalizado en Cuba, basado fundamentalmente por la facilidad de su ejecución, sin tomar en cuenta otras consideraciones, pero los valores obtenidos siempre están ponderados. En este documento se expone este método por lo útil que pueden ser los resultados para establecer correlaciones con los datos obtenidos con el Método de la Pasta Saturada, pero la información que se obtenga en esos análisis no debe utilizarse directamente para evaluar suelo salinos.

### **Utensilios**

- ♦ Balanza técnica
- ♦ Agitador mecánico
- ♦ Conductímetro
- ♦ Erlenmeyer de 500 mL
- ♦ Embudos
- ♦ Papel de filtro
- ♦ Beaker de 125 mL

### **Reactivos**

- ♦ Agua destilada libre de carbonatos

### **Técnica analítica**

- ♦ Pese 40 g de suelo seco y transfíeralos a un pomo plástico o Erlenmeyer de 250–300 mL y añada 200 mL de agua destilada libre de carbonatos.
- ♦ La extracción de las sales puede hacerse por dos formas:
  - a) Extracción con agitador mecánico. Ponga el frasco con la muestra en el agitador y agite durante 15 minutos. Pasado ese tiempo deje el pomo en reposo por una hora o más. Después agite durante cinco minutos. Deje el recipiente en reposo durante 30 min o más.

Luego filtre o decante en dependencia de las partículas en suspensión.

b) Extracción con agitación a mano. Se transfiere el suelo al pomo o Erlenmeyer y se añade el agua. Se agita a mano de forma vigorosa durante 30 seg. Se deja en reposo y se repite la operación a intervalos, de modo que en un tiempo de 30 min se agite al menos cuatro veces. Después se deja en reposo durante 30 min o más. Finalmente, se filtra o decanta la solución en dependencia de los sólidos en suspensión.

♦ De la solución así obtenida se toma una porción en un beaker de 125 mL y se determina su conductividad en el conductímetro, en la forma que se explicó anteriormente y se obtiene  $CE_t$ . Se toma la temperatura de la solución en el momento de leer la conductividad y se obtiene t.

♦ Cálculos. Para ello se aplican las fórmulas:

$$CE_{250C} = CE_t \times Ft \times K \text{ y SST en ppm} = CE_{250C} \times 5 \times 640$$

$CE_t$  = se obtiene en la lectura del conductímetro y se expresa en  $mmhos.cm^{-1}$

Ft= factor de corrección de temperatura para 25°C que se obtiene a partir de t (Tabla 3).

K= constante de la celda y que es específica para cada celda.

5= factor de dilución

640= factor para convertir  $CE_{250C}$  en  $mmhos.cm^{-1}$  a SST en ppm

Cuando se determina  $CE_{25}$  de esta forma, se tomará ese valor que corresponde a dilución 1:5 y se transformará la  $CE_{25}$  a pasta saturada por medio de la ecuación de regresión correspondiente, según el tipo de suelo. La Tabla 4 contiene las ecuaciones de regresión de varios suelos para transformar  $CE_{25}$  con relación 1:5 a pasta saturada.

### Primera parte. Análisis de suelo

En la solución que se obtiene en la extracción de las sales solubles con relación 1:5, se pueden determinar los aniones ( $\text{Cl}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  y  $\text{HCO}_3^-$ ) y cationes solubles (Ca, Mg, K y Na), con los mismos métodos y la misma forma que se indicó cuando se determinó la solución obtenida en la pasta saturada; pero cuando se vayan a hacer los cálculos, es necesario tener en cuenta el factor de dilución que es 5. En esos casos, si el color de la solución no permite apreciar el color del indicador, entonces se podrán hacer diluciones. Por ejemplo, para cloruros se toman 20 mL de la solución y se añaden 50 mL de agua y después se valora.

**Tabla 4. Regresiones lineales obtenidas para los diferentes suelos para transformar valores de  $\text{CE}_{25}$  de solución 1:5 a valores de pasta saturada**

Tipos de suelo	Procedencia	Ecuación de regresión	r
Húmico Carbonático	CAI "Habana Libre"	$Y=0.912 X+0.3900$	0.81**
Ferralítico Rojo hidratado	CAI "Osvaldo Sánchez"	$Y=1.350 X+0.0120$	0.98**
Gley Amarillento	CAI "Osvaldo Sánchez"	$Y=4.120 X-0.2790$	0.92**
Oscuro Plástico	CAI "Arquímedes Colina"	$Y=3.917 X-0.0654$	0.97**
Ferralítico Rojo Comp.	CAI "Rubén M. Villena"	$Y=1.704 X+0.2070$	0.87**
Ferralítico Amarillo Gleysoso	CAI "Osvaldo Sánchez"	$Y=0.350 X+0.2940$	0.89**
Oscuro Plástico	CAI "Grito De Yara"	$Y=0.252 X+0.8070$	0.82**
Ferralítico Amarillento lixiviado	CAI "Abraham Lincoln"	$Y=0.350 X+0.2940$	0.81**

Donde:

X = valores de  $\text{CE}_{25}$  obtenidos en solución con relación 1:5

Y = valores de  $\text{CE}_{25}$  obtenidos en pasta saturada

#### **5.4. Determinación de sales solubles totales en suelos dilución 1:1**

Cuando se vayan a determinar las sales solubles totales (SST) en suelo con relación 1:1, debe tomarse en cuenta la humedad del suelo, pues la relación 1:1 se



## IV. SEGUNDA PARTE. ANÁLISIS DE TEJIDO VEGETAL

*Fundamentación:* El análisis del tejido vegetal es muy utilizado en la agricultura para diversos fines: conocer el estado nutricional de las plantas, la calidad de los frutos, la extracción de nutrientes por las plantas, los estados de toxicidad y muchos aspectos más. La evaluación de los resultados de los análisis de tejido vegetal dependen de muchos factores, pero los más importantes son: parte del vegetal que se analice, la edad de las plantas y las partes del vegetal que se utilice, la hora en que se tomen las muestras, el método analítico que se emplee para hacer las determinaciones y la especie vegetal de que se trate. La preparación de las muestras depende de los objetivos que se tengan y la parte del vegetal que se necesite analizar. En este documento se expresan las técnicas analíticas para realizar análisis foliares, pero son aplicables en cualquier tejido vegetal. Se basan en:

- \* Secado de la muestra a temperatura de 60-80°C en estufa hasta peso constante.
- \* Moler la muestra hasta lograr partículas con tamaño igual o menor que 0.5 mm.
- \* Hacer una digestión con  $H_2SO_4$  concentrado para lograr descomponer (mineralizar) la materia orgánica y obtener los elementos minerales correspondientes en forma de solución.
- \* Utilizar métodos analíticos que permitan separar y evaluar cada elemento por separado.





## **1. DIGESTIÓN DE LAS MUESTRAS**

### **Utensilios**

- ♦ Balanza analítica
- ♦ Baño de arena o digestor Kjeldahl
- ♦ Matraces aforado de 25, 100 y 250 mL
- ♦ Balones Kjeldahl de 100-150 mL
- ♦ Espátula, cápsula de 25 mL o vidrio reloj pequeño
- ♦ Papel de filtro
- ♦ Embudos pequeños
- ♦ Beaker de 2000 mL
- ♦ Pincel pequeño

### **Reactivos**

Mezcla de sulfúrico-selenio para lo cual se usa  $H_2SO_4$  concentrado (pureza 96 % o más) y selenio metálico (en polvo).

### **Preparación de la mezcla sulfúrico-selenio**

La mezcla sulfúrico-selenio se prepara con la relación 8 g de Se por litro de  $H_2SO_4$  concentrado. Pesar 8 g de Se metálico en polvo y transferirlo a un balón Kjeldahl de 500 mL. Añadir 100 mL de  $H_2SO_4$  concentrado, mezclar bien y poner al calor en baño de arena o digestor Kjeldahl, hasta que se logre la digestión completa; es decir, que la solución sulfúrico-selenio quede clara. Logrado esto se separa del calor, se deja enfriar y se transfiere a un beaker de 2000 mL. Después se añaden 900 mL de  $H_2SO_4$  concentrado, se agita hasta lograr una mezcla homogénea y se deja en reposo por 24 horas o más y después se decanta el líquido claro y se conserva para hacer la digestión del tejido vegetal.

## **Técnica analítica**

- ♦ La muestra del vegetal molida se pone a estufa a temperatura de 60 a 80°C aproximadamente por 3 ó 4 horas, sáquela para que se enfríe en una desecadora, esto evita que la muestra gane humedad mientras se pesa.
- ♦ Pesar 0.5 g de la muestra finamente molida y secada a estufa con cuidado y lo más rápido posible, para evitar que la muestra gane humedad mientras se pesa.
- ♦ La muestra se transfiere con cuidado y de forma cuantitativa a un balón Kjeldahl de 100-125 mL que esté seco. Se añade 10-12 mL de la mezcla sulfúrico-selenio por el cuello del balón y girándolo de modo que el sulfúrico arrastre las partículas del vegetal que pudieran haber quedado adheridas al cuello del balón; se agita hasta formar una mezcla uniforme de la muestra con el ácido sulfúrico. Se deja en reposo de 5 a 10 min. agitando a intervalos.
- ♦ El balón se pone en el baño de arena o digestor Kjeldahl hasta que se obtenga la descomposición completa de la muestras. Durante esta operación, en ocasiones es necesario agitar el balón con la muestra, para lograr que algunas partes oscuras (materia orgánica no descompuesta) se incorporen a la mezcla sulfúrica y se complete la digestión de la muestra. La digestión se da por concluida cuando el contenido del balón esté incoloro o tenga aspecto blanquecino, y el color pardo o amarillo de la materia orgánica haya desaparecido. Entonces se separa el balón de calor y se deja enfriar.
- ♦ Cuando el balón esté frío (a temperatura ambiente). se añade agua (aproximadamente 50 mL) poco a poco



y por las paredes del balón para disolver todo su contenido, y se deja enfriar. Después se transfiere a un matraz aforado de 250 mL, se enfría, enrasa y agita. Esta solución se conserva como “1ra. dilución” para determinar P y K. De esta solución se toman 10 mL y se transfieren a un matraz aforado de 100 mL, se enrasa y agita. Esta solución se conserva para realizar los análisis de N (2da. dilución).

Nota: Al tener 0.5 g de muestra del vegetal en 250 mL de solución, se obtiene una primera dilución de muestra: solución de 1:500. Cuando de esa solución se toman 10 mL y se lleva a 100, se hace una dilución de 1:10. Entonces la dilución de la muestra hasta ese momento es de  $500 \times 10 = 5000$ . Es decir, la dilución es 1:5000. Para hacer los cálculos al final del análisis debe tomarse en cuenta esa dilución.

Ejemplo: si en la técnica analítica se toman 5 mL de esta última solución y se llevan a 25 mL para desarrollar el color, esa dilución será de 1:5 y entonces el factor de dilución para el cálculo será  $5000 \times 5 = 25000$ . Es decir, la dilución final será 1:25000. Esta dilución tan grande es necesario hacerla, porque el método de Nessler es sensible y las concentraciones de N mayores a 2 ppm no pueden determinarse por ese método, porque las intensidades de color no son proporcionales a las concentraciones de N.

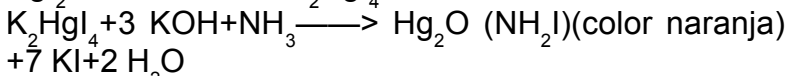
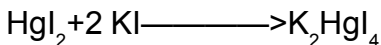
Recuerde: cuando se utilizan diluciones tan altas, se requiere trabajar con mucha precisión para lograr resultados aceptables.

## 2. DETERMINACIÓN DEL NITRÓGENO TOTAL. MÉTODO COLORIMÉTRICO CON EL REACTIVO NESSLER

*Fundamentación:* El método tradicional (y más exacto) para determinar el N se basa en convertir todas las formas de N a amoniacal, que en medio ácido presenta la forma  $\text{NH}_4^+$  y es estable, y después propiciar un medio alcalino para pasarlo a  $\text{NH}_3$ , destilarlo y recogerlo en medio ácido y valorarlo, pero es un método muy largo y requiere de mucha dedicación. Por ello, para su determinación de un modo más sencillo, se utiliza el método colorimétrico empleando el reactivo de Nessler.

Nessler (Partington ,1933) determinó que el  $\text{NH}_3$ , cuando se pone en presencia del yoduro de mercurio  $\text{HgI}_2$  y el KI en un medio alcalino, forma un complejo de fórmula  $(\text{OHg}_2) \text{NH}_2\text{I}$  ó quizás  $\text{NHg}_2\text{I} \cdot \text{H}_2\text{O}$  ó  $\text{Hg}_2\text{O} (\text{NH}_2\text{I})$  (yoduro de mercurio y amonio de color naranja). Dentro de ciertos límites la intensidad del color es proporcional a las concentraciones de  $\text{NH}_3$  y, por tanto, este método puede ser utilizado para determinar el N de forma cuantitativa.

Reacciones:



El método de Nessler es muy empleado para determinar N por colorimetría en soluciones que tienen bajo contenido y siempre que las diluciones que sean necesarias hacer permitan obtener resultados confiables.

### Utensilios

- ♦ Matraz aforado de 25, 500 y 1000 mL
- ♦ Beaker de 250 mL
- ♦ Erlenmeyer de 125 mL
- ♦ Pipeta graduada de 10 mL



## Reactivos

- ♦ Silicato de sodio ( $\text{NaSiO}_3$ )
- ♦ Hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ )
- ♦ Mezcla ( $\text{SiO}_3\text{Na-NaOH}$ )
- ♦ Sulfato de amonio [ $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ]
- ♦ Reactivo Nessler (yoduro de potasio)
- ♦ Yoduro de mercurio, hidróxido de potasio)

## Preparación de los reactivos

*Mezcla  $\text{SiO}_3\text{Na-NaOH}$ .* Pese 33 g de  $\text{NaSiO}_3$  y 66 g de  $\text{NaOH}$  y transfíralo a un beaker de 250 mL. Añada aproximadamente 100 mL de agua destilada para disolverlo, después transferir la solución obtenida a un matraz aforado de 1000 mL. Añada agua para enrasar y agite. Conserve la solución en pomo con tapa.

*Reactivos Nessler.* Este reactivo puede obtenerse preparado de las firmas que se dedican a fabricar y vender reactivos químicos. También se pueden preparar en los laboratorios de la forma siguiente:

### 1) Solución A:

Pese 35 g de  $\text{KI}$  y disuélvalos en 50 mL de agua. Añada 45.5 g de  $\text{HgI}_2$  y disuélvalos conjuntamente con el  $\text{KI}$ . El  $\text{HgI}_2$  es poco soluble en agua, pero por acción del ión común ( $\text{I}$ ) se disuelve, formando el yoduro doble de potasio y mercurio ( $\text{K}_2\text{HgI}_4$ ), su solubilidad se facilita calentando a  $60\text{-}80^\circ\text{C}$  mientras se agita.

2) Solución B:  $\text{KOH}$  ó  $\text{NaOH}$  al 50% : Disolver 112 g de  $\text{KOH}$  ó 80 g de  $\text{NaOH}$  en 60 mL de agua.

3) Transferir las soluciones A y B a un matraz aforado de 1000 mL. Agitar, enfriar, enrasar y agitar.

Conservar la solución de Nessler en pomo ámbar con tapa en lugar fresco.

## *Segunda parte. Análisis de tejido vegetal*

### *Solución estándar de N de 100 ppm:*

- ♦ Para prepararla se utiliza  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  cantidad de reactivo (PM= 132.146 y equivalente en N= 28.016/mol y que es equivalente a 21.20 % de N). La solución de N de 100 ppm lleva  $0.1 \text{ g.L}^{-1}$  de N.
- ♦ Se toma una porción del  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  y se seca a estufa a  $100^\circ\text{C}$  durante tres horas. Se enfría en desecadora.
- ♦ Se pesan exactamente 0.4717g del  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  químicamente puro o su equivalente según la pureza del reactivo.
- ♦ Se transfieren para un matraz aforado de 1000 mL. Se añade agua para disolverlo, se enrasa y agita. Se rotula y conserva como solución estándar de 100 ppm de N.

### *Solución patrón de 5 ppm de N*

De la solución estándar de 100 ppm de N se toman con pipeta exactamente 25 mL, se transfieren a un matraz aforado de 500 mL. Se añade agua para enrasar y se agita. Se rotula y conserva como solución patrón de 5 ppm de N. Esta solución tiene una concentración relativa de 50 ppm de N con dilución 1: 10.

### *Preparación del gráfico para N*

En condiciones normales los gráficos de N con el reactivo Nessler solo pueden hacerse de 0 a 2 ppm y con esas magnitudes se comenten muchos errores de apreciación. Por eso, para el uso práctico en el laboratorio, es recomendable confeccionar los gráficos con dilución 1:10.

Se procede de la forma siguiente:

Se toman 11 matraces aforados de 25 mL y se marcan del 1 al 11. A cada uno se añade los mL de solución



## **Técnica analítica**

- ♦ Tomar con pipeta 5 mL de solución de la segunda dilución y se transfiere a un matraz aforado de 25 mL. Después se añade agua hasta la mitad del matraz, conjuntamente se prepara otro matraz con agua destilada para utilizarlo como blanco.
- ♦ Se añade 1.5 mL de la mezcla “NaSeO<sub>3</sub>-NaOH”. Se agita. A continuación se añade 0.5 mL de la solución-reactivo de Nessler. Se agita. Se añade agua hasta el enrase y se agita de nuevo.
- ♦ Se deja en reposo durante 20-25 min para que se desarrolle el color amarillo-naranja. Después determine la intensidad del color en el fotocolorímetro utilizando una longitud de onda de 440 nm en filtro azul.
- ♦ Con la lectura obtenida en el fotocolorímetro se determina en el gráfico la concentración de N en ppm y ese valor se utiliza para determinar la concentración de N en la muestra.
- ♦ Cálculos: En el tejido vegetal las concentraciones de N se expresan en por ciento de materia seca. Para ello se toma en cuenta el factor de dilución para las condiciones establecidas en la técnica analítica:  
1ra. dilución:  $0.5/250 = 1:500$   
2da. dilución:  $10/100 = 1:10$   
3ra. dilución:  $5/25 = 1:5$   
Factor de dilución:  $500 \times 10 \times 5 = 25000$

Lectura del fotocolorímetro y concentración equivalente de N en ppm. Según lo establecido en la técnica analítica, el valor de N que se obtiene en el gráfico tiene una concentración relativa con dilución de 1:10, por lo que es necesario dividir el valor entre 10. Todos esos elementos integrados dan la fórmula:





(dentro de ciertos límites) son proporcionales a las concentraciones de P en la solución. Para medir esas intensidades de color se utiliza un fotocolorímetro.

### **Utensilios**

- ♦ Probeta de 50 mL
- ♦ Matraz aforado de 25 mL
- ♦ Papel de filtro
- ♦ Agitador mecánico
- ♦ Colorímetro o Spekol u otro fotocolorímetro
- ♦ Pomo plástico de 100 mL con tapa

### **Reactivos**

- ♦ Molibdato de amonio 1.5% en solución de HCl 3.5N
- ♦ Ácido perclórico concentrado, ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico (indicador)
- ♦ 2-4 Dinitrofenol (indicador), ácido clorhídrico solución 4N
- ♦ Hidróxido de amonio solución 4N, fosfato potásico diácido ( $KPO_4H_2$ ),
- ♦ Hidróxido de sodio al 45 %.

### **Preparación de los reactivos**

*Solución de molibdato de amonio al 1.5 % y HCl 3.5N.* Pesar 15 g de molibdato de amonio y transferirlo a un beaker de 800 mL y añadir 350 mL de agua destilada, agitar, añadir 322 mL de HCl de 34 % de pureza y  $1.17 \text{ g.L}^{-1}$  de densidad o su equivalente que proporcionen 128 g de HCl puro; agitar hasta disolver el molibdato y homogeneizar, transferir el contenido del beaker a un matraz aforado de 1000 mL, enfriar y añadir agua hasta el enrase, agitar.

Esta solución se guarda en pomo ámbar y tiene una duración de hasta dos meses.

*Solución indicador de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico.* Pesar 0.5 g de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico, 30 g

de bisulfito de sodio y 6 g de sulfito de sodio, transferirlo a un beaker de 500 mL, añadir 250 mL de agua para disolver, dejar en reposo durante la noche y luego filtrar. Esta solución debe emplearse fresca, se conserva en refrigerador o lugar fresco, se prepara cada dos semanas.

*Solución de HCl 4N.* Medir 352 mL de HCl de 34 % de pureza y 1.17 de densidad o su equivalente para tener 140 g de HCl puro, transferirlo a un matraz aforado de 1000 mL, añadir agua, enfriar, enrasar y se agita.

*Solución de 2-4-dinitrofenol (indicador).* Tomar 5 g de 2-4-Dinitrofenol y transferirlos a un beaker de 250 mL. Añadir 100 mL de agua y agitar. Dejar en reposo por una hora y filtrar. Conservar la solución para utilizarla como indicador.

*Solución de hidróxido de amonio 4N.* Tomar 310 mL de  $\text{NH}_4\text{OH}$  de 24 % de pureza en  $\text{NH}_3$  y  $0.912 \text{ g.L}^{-1}$  de densidad o la cantidad equivalente para tener 68 g de  $\text{NH}_3$ , transferirlo a un matraz aforado de 1000 mL, añadir agua destilada, enfriar, enrasar y agitar.

*Hidróxido de sodio al 45 %.* Pesar 225 g de NaOH reactivo y transferirlo a un beaker de 500 mL. Añadir 500 mL de agua con probeta. Agite para disolver y enfríe. Transfiera la solución obtenida a un matraz aforado de 500 mL. Enrase y agite.

### **Confección del gráfico**

Para la determinación de fósforo por el método colorimétrico, se prepara un gráfico de 0-4 ppm de P de concentración absoluta (equivalente a 0-20 ppm de P concentración relativa con dilución de 1:5). Para ello se procede de la forma siguiente:

**Preparación de la solución estándar de 50 ppm de P (KPO<sub>4</sub>H<sub>2</sub>: PM= 136.075)**

- 1- Pesar 0.1098 g de KPO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> químicamente puro o su equivalente según la pureza, previamente secado en la estufa durante tres horas a 105°C.
- 2- Se transfiere a un matraz aforado de 500 mL, se añade agua destilada para disolverlo, se agita y enrasa. Se envasa en pomo seco y se titula como solución de KPO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> de 50 ppm de P.

**Preparación de los patrones para confeccionar el gráfico**

Se preparará un patrón de 5 ppm de P a partir de la solución estándar de 50 ppm de P. Para ello se toman 50 mL con pipeta de esa solución y se transfieren para un matraz aforado de 500 mL. Se añade agua hasta el enrase y se agita. Esta es una solución, que tiene una concentración absoluta de 5 ppm de P, equivalente a una concentración relativa de 25 ppm de P para una dilución 1:5. Con esta solución se preparan los patrones para confeccionar el gráfico de 0 a 20 ppm de P (concentración relativa). Se toman 11 matraces aforados de 25 mL y se numeran del 1 al 11 y a cada uno se añade en su orden las cantidades que se expresan en la Tabla 6. Las cantidades correspondientes a cada concentración del patrón se miden en bureta o pipeta de forma exacta y se transfieren a su matraz correspondiente. Se añade agua destilada hasta tres cuartas partes del volumen y después lo indicado en el punto 4 de las técnicas analíticas:

- 7 gotas de Ácido Perclórico concentrado
- 7 gotas de Molibdato de Amonio en solución clorhídrica
- 5 gotas del indicador ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico

**Tabla 6. Cantidades (mL) de solución patrón a emplear para preparar 25 mL de los patrones y confeccionar el gráfico (dilución de 1:5)**

No.	Concentración relativa de P (ppm)		mL de solución patrón de 5 ppm de P (absoluta y relativa)
	Absoluta	Relativa	
1	0	0	0
2	0.4	2	2
3	0.8	4	4
4	1.2	6	6
5	1.6	8	8
6	2.0	10	10
7	2.4	12	12
8	2.8	14	14
9	3.2	16	16
10	3.6	18	18
11	4.0	20	20

Posteriormente se enrasa y se agita, se pone en reposo durante 30 min de la misma forma que se expresa en la técnica analítica. Pasado el tiempo, se determinan en el fotocolorímetro las lecturas correspondientes a cada concentración (puede ser densidad óptica o transición). Con esa información se confecciona el gráfico.

Para calcular las cantidades de solución patrón a emplear en cada matraz, se utiliza la fórmula:

$$V = C_d \times V_f / C_p$$

Donde:

V= volumen (mL) de la solución patrón

C<sub>d</sub>= concentración deseada de P en ppm

V<sub>f</sub>= volumen final a que se lleva la solución en el matraz

C<sub>p</sub>= concentración de P en ppm de la solución patrón

Ejemplo: Para el punto no. 2. C<sub>d</sub>= 2 ppm, C<sub>p</sub>= 25 ppm de P, V<sub>f</sub>= 25 mL

$$V = C_d \times V_f / C_p, V = 2 \times 25 / 25 = 2$$

## **Técnica analítica**

- ♦ Se toman 5 mL del extracto obtenido en la digestión de la muestra (1ra. dilución) y se transfieren a un matraz aforado de 25 mL. Añada agua hasta la mitad, se añaden dos gotas del indicador 2-4 de Dinitrofenol. Añada  $\text{NH}_4\text{OH}$  al 45 % gota a gota agitando hasta que aparezca el color amarillo. A continuación se añade HCl 4N hasta que desaparezca el color amarillo; posteriormente completar el volumen con agua destilada hasta las tres cuartas partes aproximadamente.
- ♦ A continuación se añade en forma sucesiva agitando cada vez:
  - 10 gotas de ácido perclórico concentrado.
  - 10 gotas de solución de molibdato de amonio solución clorhídrica.
  - 10 gotas de la solución de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico.
- ♦ Enrase y agite. Deje en reposo durante 15 min.
- ♦ Pasado el tiempo indicado, determine la intensidad del color en el fotocolorímetro utilizando una longitud de onda de 650 mμ o filtro rojo. Con la lectura del colorímetro se determina la concentración de P de la muestra en ppm.
- ♦ Cálculos: Para la cantidad de P en la muestra del tejido vegetal se utiliza la fórmula:  
 $\% P = \text{ppm de P} \times 0.25$

Donde: ppm de P se obtiene del gráfico

0.25: factor que incluye las diluciones de la muestra y conversión de P en ppm en porcentaje.

Así: 1ra. dilución= 0.5 g de muestra en 250 mL de solución

Dilución=  $250/0.5 = 1:500$

2da. dilución= 5 mL de la primera solución llevados a 25 mL.

Dilución  $25/5 = 1:5$

Factor de dilución total=  $500 \times 5 = 2500$

Luego: ppm de P en la muestra= ppm de P en el gráfico  $\times 2500$

También recuerde  $\% = \text{ppm}/10000$

Luego:  $\% P = (\text{ppm P} \times 2500)/10000 = \text{ppm P} \times 0.25$

Finalmente:  $\% P = \text{ppm de P} \times 0.25$

- ♦ Los valores que se reportan en este análisis se expresan “a base seca”
- ♦ La fórmula que se utiliza para hacer los cálculos solo tiene validez para cuando se utilicen las condiciones expresadas en la técnica analítica. Si se cambiara, será necesario obtener otra fórmula o medio de cálculo.

#### **4. DETERMINACIÓN DE POTASIO**

La determinación de K en el tejido vegetal se hace en la solución que se obtuvo al hacer la digestión de la muestra con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y se logra la mineralización de la materia orgánica.

En esta solución el potasio está en forma de catión K y se pueden determinar por fotometría de llama. El método que se utiliza es semejante al utilizado en la determinación de K en suelo.

##### **Utensilios**

- ♦ Fotómetro de llama
- ♦ Beaker o Erlenmeyer de 20-25 mL
- ♦ Matraz aforado de 25, 250 y 1000 mL
- ♦ Pipeta aforada de 25 mL
- ♦ Bureta de 25 mL
- ♦ Pipeta graduada de 10 y 25 mL

##### **Reactivos**

- ♦ Cloruro de potasio (KCl) PM= 74.553
- ♦ Solución estándar de 1000 ppm de K

### **Preparación de la solución estándar de 1000 ppm de K**

- ♦ Pesar 1.9164 g de KCl de 99.5 % de pureza y desecado en la estufa a 105°C durante 3 horas o las cantidades equivalentes para tener 1.9068 g de KCl químicamente puro.
- ♦ Se transfiere a un matraz aforado de 1000 mL, se añade agua para diluirlo y después se enrasa y se agita. Esta solución tiene una concentración de K de 1000 ppm.

### **Preparación de la solución patrón de 100 ppm de K**

Tome de la solución estándar de 1000 ppm de K, 100 mL (mídalo con pipeta o bureta aforadas de 100 mL) y transfíralo a un matraz aforado de 1000 mL, enrase con agua y agite. Esta solución patrón tiene 100 ppm de K.

### **Confección de los gráficos de K**

Para confeccionar el gráfico se procede de la forma siguiente: se preparan patrones de 0 a 100 ppm con rango de 10 ppm, es decir, 0, 10, 20, etc. Para ello, se utilizan matraces aforados de 25 mL y se marcan con números consecutivos del 2 al 10. En cada uno de ellos se depositan (con bureta) las cantidades de solución patrón que se indican en la Tabla 2.

Fórmula  $V = C_d \times V_f / C_p = C_d \times 25 / 100 = C_d \times 0.25$

**V**= volumen de la solución patrón

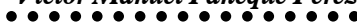
**C<sub>d</sub>**= concentración deseada

**C<sub>p</sub>**= concentración del patrón

**V<sub>f</sub>**= volumen final

A los matraces (del 2 al 10) se les añade agua hasta el enrase y se agitan. Se rotulan con sus correspondientes concentraciones de K y Na, se conservan para confeccionar los gráficos.





## Confección de los gráficos

Se ajusta el fotómetro según su especificación para el K, con agua destilada y el patrón de 100 ppm. Después se lee cada una de las muestras, según el orden del 2 al 10 y se leen las transmisiones correspondientes y se anotan, para confeccionar el gráfico.

**Tabla 7. Cantidades (mL) de la solución patrón de 100 ppm de K a utilizar para preparar 25 mL de los patrones y confeccionar los gráficos de K**

No.	Concentración de K (ppm)	Volumen de la solución patrón de 100 ppm de K
0	agua 0	-
2	10	2.5
3	20	5.0
4	30	7.5
5	40	10.0
6	50	12.5
7	60	15.0
8	70	17.5
9	80	20.0
10	90	22.5
11	100	100 es la solución patrón

## Técnica analítica

- ♦ En un beaker o Erlenmeyer de 15 mL se toma una porción de la solución, que se obtuvo en la digestión de la muestra del vegetal (se utiliza la solución original sin hacer ninguna dilución adicional: 1era. dilución).
- ♦ Se lleva al fotómetro de llama, se ajusta según las especificaciones del equipo y después se somete cada muestra a la llama y se anota la lectura que se obtenga. Con esa lectura se determina en el gráfico la concentración de K de la muestra en ppm.

*Segunda parte. Análisis de tejido vegetal*

Cálculos: Para el contenido de K en la muestra se utiliza la siguiente fórmula:

$$\% K = \text{ppm de K} \times 0.05$$

Donde: ppm de K se obtiene del gráfico a partir de la lectura del equipo al tomar la solución.

0.05= factor de dilución que tiene incluido el factor para convertir los ppm en %

Así:

Dilución: 0.5 g de muestra llevados a 250 mL= 250/0.5= 1:500

%= ppm/10000

Entonces: % de K= (ppm de K x 500)/10000= ppm de K x 0.05

Los valores de K están expresados en base seca.

## V. TERCERA PARTE. ANÁLISIS DE ABONOS ORGÁNICOS

*Fundamentación:* La utilización de abonos orgánicos (AO) es la base del desarrollo de la Agricultura Orgánica y Sostenible. Los resultados que se obtengan en esos sistemas de agricultura dependerán de la calidad de los AO y el manejo que se haga de ellos. Existe gran variedad de AO. Sus características son variables y dependen de la fuente de origen y el tratamiento a que sean sometidos para obtener un producto terminado.

Debido a su variabilidad, aún dentro de un mismo tipo, tiene mucha importancia para su uso conocer sus características y determinar su calidad. Es imprescindible que el que utilice y aplique AO, conozca su composición física y química por medio de los análisis correspondientes. Es propósito de este documento ofrecer los métodos analíticos para la caracterización física y química de los AO, con el fin de que los usuarios puedan hacer un uso adecuado de los materiales que dispone y de ese modo obtener los resultados que espera. Debido a que los textos específicos que contienen técnicas analíticas para determinar la calidad de los AO son escasos; este manual puede constituir un documento valioso para que los técnicos de laboratorio puedan realizar los análisis y satisfacer las necesidades de los productores. En el manual se establecen las técnicas analíticas para la determinación de humedad, densidad de volumen, pH, carbonatos libres y elementos totales (MO, N, P, K, Ca, Mg, Na, sales solubles y la relación C-N.

## **1. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA**

Cuando la muestra es recibida en el laboratorio, es necesario:

- Determinar su aspecto físico: la muestra se esparce en una manta (papel, polietileno u otro) y se determina si es homogénea o tiene materiales extraños (piedras), materiales orgánicos sin descomponer (cocó u otros). Esta información se reportará en el resultado del análisis.
- Posteriormente se mezcla bien y se “cuartea”. Se separa una parte y se llena un pomo de 200 mL o más para determinar la humedad. El resto de la muestra se utiliza para determinar la densidad de volumen.
- Cuando se determina la densidad de volumen, se toma la muestra y se pone a secar a la sombra hasta que presente propiedades físicas que permitan molerla. Si la muestra es mayor de 300 g, cuando se seque al aire, se cartea y se toma la mitad o una cantidad aproximada a 200 g. Esta cantidad se muele y se pasa por un tamiz de 0.5 mm. Una vez obtenida esta, se somete al proceso de análisis.

Finalmente se tomarán dos muestras:

- a) Una sin moler, sin secar y en condiciones semejantes a la que fue recibida en el laboratorio para determinar la humedad.
- b) Otra seca al aire y tamizada por 0.5 mm para análisis químico.

## **2. DETERMINACIÓN DE DENSIDAD DE VOLUMEN**

*Fundamentación:* El método se basa en medir un volumen del AO y determinar la masa (peso) correspondiente. Entonces se aplica la fórmula  $D = P/V$  y se obtiene la información deseada. Para que esta determinación sea confiable, es necesario que el tamaño de la muestra sea

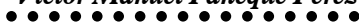


### **3. DETERMINACIÓN DE HUMEDAD**

*Fundamentación:* Cuando se analizan AO y todos los métodos para su caracterización que se dan en el documento, es imprescindible determinar los dos valores de humedad: la de la muestra que llega al laboratorio (sin alterar) que se denomina humedad de la muestra húmeda (BH) y la que se determina a la muestra seca al aire que se denomina humedad de la muestra seca (BS). Esos valores de humedad serán la base para caracterizar las muestras y calcular equivalencias entre los datos que se obtengan en los análisis del laboratorio y los valores que verdaderamente tiene la muestra que llega al laboratorio y que son las que utilizará el interesado en su caracterización. Si el laboratorio no determina esas dos humedades, los resultados que se obtengan en los análisis que se hagan no se podrán interpretar y, por tanto, no tendrán ningún valor. El método se basa en extraer la humedad total del AO poniendo la muestra a 100°C en estufa, hasta que sea eliminada toda el agua, lo cual se conoce cuando a esa temperatura en dos pesadas sucesivas la muestra mantenga peso constante. Se determinan la BH y BS, la técnica analítica es similar para ambos casos.

#### **Nota importante:**

Quando se hace el análisis químico de los AO, es importante tomar en cuenta que, por lo general, las muestras que llegan al laboratorio tienen un grado de humedad tan alto, que es necesario secarlas para poder procesarlas. El secado se hace al aire para conservar la integridad de su composición. Posteriormente, cuando el grado de humedad lo permite, se prepara (muele, tamiza) hasta obtener una fineza adecuada para poder realizar los análisis, según lo establecido en las técnicas analíticas.



Esto significa que los valores que se obtienen en base a la muestra seca al aire no se corresponden con las concentraciones de los elementos y la humedad que tiene la muestra cuando llegó al laboratorio, y es lo que realmente tiene la muestra que se utilizará en la producción y, por tanto, lo que le interesa al usuario de esos abonos. Por esa razón, los valores que se obtienen normalmente en el laboratorio, que expresan concentración en base de la muestra seca al aire, es necesario transformarlos a base húmeda. Además, los resultados de los análisis que se obtienen en base de la muestra seca al aire deben transformarse y expresarse en “base seca”. Para ello, se utiliza la información obtenida en la determinación de esas humedades, que se calculan según los métodos dados en este manual. Para esas transformaciones se utilizan los valores de las humedades de las muestras correspondientes. Los factores para convertir de un valor a otro se calculan de la siguiente forma:

### **Ejemplo determinación de MO**

Factor para convertir la MO en base seca al aire (BSA) a MO en base seca (BS)

$$(100-h) \frac{\text{---}}{\text{---}} \% \text{ MO (BSA)}$$

$$100 \frac{\text{---}}{\text{---}} \% \text{ (BS)}$$

$$\% \text{ MO (BS)} = (100 \times \% \text{ MO (BSA)}) / (100-h)$$

Factor para convertir la MO en base seca a MO en base húmeda (BH) (fresca)

$$(100-h) \frac{\text{---}}{\text{---}} \% \text{ MO (BS)}$$

$$100 \frac{\text{---}}{\text{---}} \% \text{ (BH)}$$

$$\% \text{ MO (BH)} = (100 \times \% \text{ MO (BS)}) / (100-h)$$

### **Utensilios**

- ♦ Cápsula de porcelana u otro material adecuado de 100 mL.

- ♦ Espátula o cuchara pequeña
- ♦ Balanza analítica

### **Reactivos**

No son necesarios

### **3.1. Determinación de la humedad de la muestra húmeda**

#### **Técnica analítica**

- ♦ De la muestra “húmeda” pesar 50 g con precisión de 0.001 g y transferirlos a una cápsula o vidrio reloj y poner en estufa a 100°C durante una hora o más, o hasta que se obtenga peso constante, entre dos pesadas sucesivas.
- ♦ Pasado el tiempo indicado, sacar de la estufa y poner a enfriar en desecadora. Posteriormente, pesar en balanza analítica. Anotar el peso.
- ♦ Cálculos. La humedad se expresa en porcentaje y se calcula utilizando la fórmula:  
$$\% \text{ humedad} = \left[ \frac{\text{peso húmedo} - \text{peso seco}}{\text{peso húmedo}} \right] \times 100$$
Reporte: Humedad de Muestra Húmeda

### **3.2. Determinación de la humedad de la muestra seca**

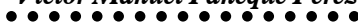
#### **Técnica analítica**

De la muestra secada al aire, pesar 50 g y transferirlo a una cápsula o vidrio reloj y continuar el análisis, de la misma forma que se hace para determinar la Humedad de la Muestra Húmeda. Reporte el resultado en porcentaje de Humedad de la Muestra Seca.

## **4. DETERMINACIÓN DEL POTENCIAL HIDRÓGENO. MÉTODO POTENCIOMÉTRICO**

*Fundamentación:* La técnica es la misma que la utilizada para los análisis de suelo, solo se debe tomar en cuenta que se utiliza una dilución de 1: 5 AO-agua y no 1:2.5, como se utiliza para los análisis de suelo.





### **Utensilios**

- ♦ Beaker de 100-150 mL
- ♦ Balanza técnica
- ♦ Potenciómetro
- ♦ Agitador de vidrio
- ♦ Espátula

### **Reactivos**

Solución buffer de pH= 4.5, pH= 7 y pH= 9

### **Preparación de soluciones**

*Solución buffer.* Para prepararlas se utilizan soluciones concentradas, que se diluyen a volúmenes establecidos por los fabricantes o pastillas con el mismo objetivo. En el caso de las pastillas, se disuelve una en 100 mL de agua hervida y fría, se conserva en lugar fresco.

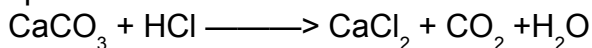
*Solución 1N de KCl.* Se pesan 74.36 g de KCl químicamente puro o su equivalente según la pureza del KCl y se transfiere a un matraz aforado de 1000 mL. Se añade agua para disolverlo, después se enrasa y se agita. Se puede preparar una cantidad suficiente para el período que se determine. Esta solución es estable.

### **Técnica analítica**

- ♦ Se pesan 20 g de la muestra de AO seco al aire y pasado por tamiz de 0.5 mm y se transfieren a un beaker de 150 mL.
- ♦ Se añaden 100 mL de agua previamente hervida y fría, se agita con un agitador de vidrio hasta formar una mezcla homogénea. Después se agita a intervalo de 10-15 min durante una hora.
- ♦ Pasado el tiempo indicado, se lee en el potenciómetro el valor de pH. Se anota su valor.

## **5. DETERMINACIÓN DE CARBONATOS LIBRES. MÉTODO CUALITATIVO**

*Fundamentación:* La presencia de carbonatos libres en los AO se considera materia extraña y perjudicial para los cultivos donde esos abonos se apliquen. Por esa razón, un AO no debe contener carbonatos libres. Los AO que contienen carbonatos libres, como es el caso de las “turbas-margas” que existen en el Sur de Güines, provincia de La Habana, la utilización de esos AO será limitada para cultivos que se desarrollan en condiciones de pH mayor que 7 y se evitará aplicarlos a cultivos que requieren pH menor de 7 (café, piña, papa y otros). La fundamentación cualitativa que se propone en este documento está basada en que cuando existen carbonatos libres, ellos tienen la propiedad de reaccionar con ácidos y producen CO<sub>2</sub>, el cual es fácil identificar por simple percepción. La reacción es:



La presencia del CO<sub>2</sub> al añadir el ácido produce efervescencia y denota la presencia de CO<sub>2</sub> en la muestra.

### **Utensilios**

- ♦ Beaker o cápsula de 100-150 mL
- ♦ Espátula o cuchara pequeña

### **Reactivos**

- ♦ Solución al 5 % en volumen de HCl ó H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Nota: La determinación de carbonatos libres solo se realizará a muestras de AO que tengan pH mayor que 7.8.

### **Técnica analítica**

- ♦ Tome aproximadamente 50 g de la muestra de AO, en la que el pH fue igual a 7.8 o mayor y transferir a una cápsula o beaker de 100-150 mL.



## Utensilios

- ♦ Balanza analítica
- ♦ Bureta de 25 ó 50 mL
- ♦ Pipeta graduada de 10 mL,
- ♦ Erlenmeyer de 500 mL
- ♦ Probeta de 25 y 100 mL
- ♦ Matraz aforado de 1000 mL,
- ♦ Matraz aforado de 500 mL
- ♦ Pipeta aforada de 25 mL

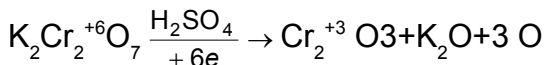
## Reactivos

- ♦ Solución 1N de  $K_2Cr_2O_7$ , indicador Ortofenantrolina
- ♦ Solución 0.5N de sulfato ferroso amónico (sal de Mohr).  $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$

## Preparación de reactivos

Solución 1N de  $K_2Cr_2O_7$  (PM= 294.21) EQ=  $294.21/6= 49.035$

Nota: El PM se divide entre 6, porque en la reacción de oxidación-reducción el  $K_2Cr_2O_7$  gana seis electrones:



Pesar 49.035 g de  $K_2Cr_2O_7$  químicamente puro o su equivalente según su pureza, transferirlo a un matraz aforado de 1000 mL. Añada agua para disolverlo después enrase con agua. Agite.

Nota: En algunos textos se recomienda verificar la normalidad de estas soluciones utilizando un patrón primario. Por ejemplo, el tiosulfato de sodio ( $Na_2S_2O_3$ ). Sin embargo, tomando en cuenta que el  $K_2Cr_2O_7$  tiene un PM alto y que es una sal estable, se puede tomar como patrón primario siempre que el técnico trabaje con precisión.

Solución 0.5N de sal de Mohr ( $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )

porque:  $\text{Fe}^{+2} \xrightarrow{-1e} \text{Fe}^{+3}$

En la reacción de oxidación-reducción, el Fe pasa de ferroso a férrico, por lo que pierde un electrón. Pesar 196.1 g de  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  químicamente puro o su cantidad equivalente, según la pureza del reactivo y se transfiere a un matraz aforado de 1000 mL. Se añade agua para disolverlo. Después se añade 40 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado. Se enfría y se añade agua hasta el enrase. Agite. Esta solución se valora con solución 1N de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Se conserva en pomo ámbar y en lugar oscuro. En condiciones normales el  $\text{Fe}^{+2}$  se oxida a  $\text{Fe}^{+3}$ , por lo que es necesario comprobar su concentración periódicamente.

Nota: Cuando no se disponga de sal de Mohr, se puede utilizar solución 0.5 de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . Esta se prepara de la forma siguiente:  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (PM= 245.85) (Eq.= 245.85). Pesar 122.925 g del reactivo químicamente puro o su cantidad equivalente, según su pureza y continúe el mismo procedimiento que el indicado para preparar la solución con sal de Mohr.

### **Ortofenantrolina (indicador)**

Pesar 1.5 g del indicador y 1.04 g de sal de Mohr o 0.7 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . Transferirlos a un matraz aforado de 100 mL. Añada agua para disolverlos. Posteriormente se enrasa con agua y se agita.

### **Técnica analítica**

- ♦ Pesar 0.5 g de muestra del AO y transfíralo a un Erlenmeyer de 500 mL.
- ♦ Añadir 40 mL con pipeta o bureta de solución 1N de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Agitar para lograr que la muestra forme una mezcla homogénea con la solución de bicromato; a

*Tercera parte. Análisis de abonos orgánicos*

continúa se añaden 40 mL de  $H_2SO_4$  concentrado (96-98 % de pureza) con probeta, por las paredes, poco a poco y con cuidado. Agitar hasta formar una mezcla homogénea♦

- ♦ Dejar en reposo durante 30 min. Cuando haya pasado ese tiempo transferir, de forma cuantitativa, el contenido del Erlenmeyer para un matraz aforado de 500 mL. Añadir agua hasta el enrase. Agitar.
- ♦ De la solución obtenida tomar con pipeta 50 mL y transfíralo a un Erlenmeyer de 250 mL. Añada cinco gotas del indicador Ortofenantrolina y valore con solución 0.5N de sulfato ferroso o sulfato ferroso amónico (sal de Mohr). La valoración termina cuando se produzca un cambio de color de verde a rojo ladrillo. Anote el volumen de la solución de sulfato ferroso consumido.
- ♦ Determine (compruebe) la normalidad de la solución de sulfato ferroso, valorando un blanco con 10 mL de bicromato de potasio, 10 mL de ácido sulfúrico concentrado, 100 mL de agua, el indicador y valorando con solución de sulfato ferroso. Recuerde que la normalidad del sulfato ferroso es igual a mL de bicromato de potasio dividido entre mL de sulfato ferroso.
- ♦ Cálculos. Para ello es necesario:
  - a) Determinar la cantidad de sulfato ferroso 0.5N consumido en la valoración.
  - b) Determinar la cantidad de solución de bicromato de potasio 1N combinado.

Se procede de la forma siguiente:

Solución de  $K_2Cr_2O_7$  1N utilizados= 40 mL

Solución de  $FeSO_4$  0.5N=  $V \times N \times 10 = A$  mL

Volumen de  $K_2Cr_2O_7$  1N combinado= B mL

Se conoce que 1 mL de solución de  $K_2Cr_2O_7 = 0.0069$  g de MO

Entonces:

$$\% \text{ MO} = 1.38 \times [40 (10 \text{ NV})]$$

Donde:

N= normalidad de la solución del  $\text{FeSO}_4$

V= volumen del  $\text{FeSO}_4$  consumido en la valoración de los 50 mL de la solución de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  y suelo tomado del matraz aforado de 500 mL.

En los casos en que las condiciones que se utilicen en el análisis sean diferentes a los expresados en la técnica analítica, entonces se pueden hacer los cálculos utilizando la fórmula general que se presenta a continuación:

Fórmula general:

$$\% \text{ MO} = [0.69 (V (A/B \times N \times v))]/m$$

Donde:

V (mayúscula)= mL de solución de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  1N utilizados.

v (minúscula)= volumen (mL) de la solución de  $\text{FeSO}_4$  utilizado en la valoración de la parte alícuota B.

A= volumen total (mL) de la solución “bicromato-suelo” que se obtuvo al pasar al matraz aforado.

B= parte alícuota (mL) de la solución “bicromato-suelo” que se valora.

N= normalidad de la solución de  $\text{FeSO}_4$  utilizado en la valoración.

m= peso de la muestra (g).

0.69= factor para convertir los mL de solución de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  en por ciento de MO.

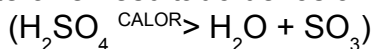
## 7. DETERMINACIÓN DE ELEMENTOS TOTALES

*Fundamentación:* En la caracterización de los AO, es importante conocer el contenido de elementos totales, pues de ello depende el valor fertilizante de estos. Para determinar los elementos totales, es necesario hacer una digestión de la muestra con ácido sulfúrico, con lo cual

se logra destruir la MO y los elementos minerales que contiene pasan a la solución y entonces pueden ser determinados de forma independiente.

### **7.1. Digestión de las muestras**

*Fundamentación:* Para lograr la descomposición total del AO, es necesario someterlo a una digestión (destrucción) con ácido sulfúrico concentrado (96-98 % de concentración). Aunque el ácido sulfúrico es capaz y suficiente para descomponer la MO, para reducir el tiempo de la digestión se añade un catalizador que es Selenio. Es importante tener presente que en la digestión siempre haya exceso de ácido sulfúrico en relación con la cantidad de muestra que se utilice y el tiempo que dure el proceso. En ninguna ocasión se puede permitir que al final de la digestión el contenido del digestor sea sólido, porque en esos casos el ácido sulfúrico se descompone y los gases de  $\text{SO}_3$  que se forman pueden arrastrar al  $\text{NH}_4^+$  u otro componente y alterar el resultado de los análisis.



La digestión concluirá cuando la mezcla que se obtenga tenga aspecto claro sin color oscuro ni partículas o vestigios de carbón.

#### **Utensilios**

- ♦ Balanza analítica
- ♦ Baño de arena o digestor Kjeldahl
- ♦ Matraces aforado de 25, 100 y 250 mL
- ♦ Balones Kjeldahl de 100-150 mL
- ♦ Espátula
- ♦ Cápsula de 25 mL o vidrio reloj pequeño
- ♦ Papel de filtro, embudos pequeños
- ♦ Beaker de 2000 mL, pincel pequeño





## Reactivos

*Mezcla de sulfúrico-selenio.* Para lo cual se utiliza  $H_2SO_4$  concentrado (pureza 96 % o más) y selenio metálico (en polvo).

*Preparación de la mezcla sulfúrico-selenio.* La mezcla sulfúrico-selenio se prepara con la relación 8 g de Se/L de  $H_2SO_4$  concentrado.

Pesar 8 g de Se metálico en polvo y transferir para un balón Kjeldahl de 500 mL. Añadir 100 mL de  $H_2SO_4$  concentrado, mezclar bien y poner al calor en baño de arena o digestor Kjeldahl, hasta que se logre la digestión completa; es decir, que la solución sulfúrico-selenio quede clara. Logrado esto se separa del calor, se deja enfriar y se transfiere a un beaker de 2000 mL. Después se añaden 900 mL de  $H_2SO_4$  concentrado, se agita hasta lograr una mezcla homogénea y se deja en reposo por 24 horas o más y después se decanta el líquido claro y se conserva para hacer la digestión del tejido vegetal.

## Técnica analítica

- ♦ Pesar 0.5 g de la muestra finamente molinada y se transfiere con cuidado de forma cuantitativa a un balón Kjeldahl de 100-125 mL que esté seco. Se añaden 10 mL de la mezcla sulfúrico-selenio por el cuello del balón, girándolo de modo que el sulfúrico arrastre las partículas del vegetal que pudieran quedar adheridas al cuello del balón, se agita hasta formar una mezcla uniforme de la muestra con el ácido sulfúrico. Se deja en reposo de 5 a 10 min. agitando a intervalos.
- ♦ El balón se pone en el baño de arena o digestor Kjeldahl hasta que se obtenga la descomposición completa de las muestras. Durante esta operación,

en ocasiones es necesario agitar el balón con la muestra, para lograr que algunas partes oscuras (materia orgánica no descompuesta) se incorporen a la mezcla sulfúrica y se complete la digestión de la muestra. La digestión se da por concluida cuando el contenido del balón esté incoloro o tenga aspecto blanquecino y el color pardo o amarillo de la materia orgánica haya desaparecido. Entonces se separa el balón de calor y se deja enfriar.

- ♦ Cuando el balón esté frío (a temperatura ambiente) se añade agua (aproximadamente 50 mL) poco a poco por las paredes del balón para disolver todo su contenido y se deja enfriar. Después se transfiere a un matraz aforado de 250 mL, se enfría, enrasa y agita. Esta solución se conserva como “1era. dilución” para determinar P, K, Ca, Mg y Na. De esta solución se toman 10 mL y se transfieren a un matraz aforado de 100 mL, se enrasa y agita. Esta solución se conserva para realizar los análisis de N (2da. dilución).

Nota: Al tener 0.5 g de muestra del AO en 250 mL de solución, se obtiene una primera dilución de muestra: solución de 1:500. Cuando de esa solución se toman 10 mL y se lleva a 100 mL, se hace una dilución de 1:10. Entonces la dilución de la muestra hasta ese momento es de  $500 \times 10 = 5000$ . Es decir, la dilución es 1:5000. Para hacer los cálculos al final del análisis debe tomarse en cuenta esa dilución.

Ejemplo: si en la técnica analítica se toman 5 mL de esta última solución y se llevan a 25 mL para desarrollar el color, esa dilución será de 1:5 y entonces el factor de dilución para el cálculo será  $5000 \times 5 = 25000$ . Es decir, la dilución final será 1:25000. Esta dilución tan grande es necesario hacerla, porque el método de Nessler es



sensible y concentraciones de N mayores a 2 ppm no pueden determinarse por el método, porque las intensidades de color no son proporcionales a las concentraciones de N.

Recuerde: cuando se utilizan diluciones tan altas se requiere trabajar con mucha precisión.

## **7.2. Determinación de elementos totales**

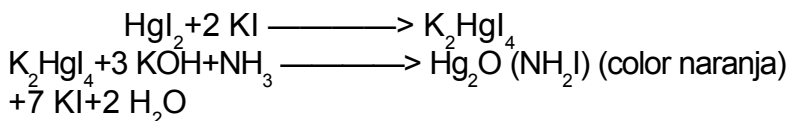
### **Introducción**

Para realizar estas determinaciones, se dispone de una solución sulfúrica que contiene 0.5 g de muestra en 250 mL de solución. Esta solución se utiliza para las determinaciones de N y P (método colorimétrico), Ca y Mg (valoración con EDTA) y K y Na (por fotometría de llama).

#### **7.2.1. Determinación de nitrógeno total. Método colorimétrico con el reactivo Nessler**

*Fundamentación:* El método tradicional (y más exacto) para determinar el N se basa en convertir todas las formas de N a amoniacal, que en medio ácido presenta la forma  $\text{NH}_4^+$  y es estable en ese medio, y después propiciar un medio alcalino para pasarlo a  $\text{NH}_3$ , destilarlo y recogerlo en medio ácido y valorarlo; pero es un método muy largo y requiere de mucha dedicación. Por ello, para su determinación más sencilla, se utiliza el método colorimétrico empleando el reactivo de Nessler, el cual, según Partington (1933), determinó que el  $\text{NH}_3$ , cuando se pone en presencia del yoduro de mercurio  $\text{HgI}_2$  y KI un medio alcalino forma un complejo de fórmula  $(\text{OHg}_2) \text{NH}_2 \text{I}$  ó quizás  $\text{NHg}_2 \text{I} \cdot \text{H}_2\text{O}$  ó  $\text{Hg}_2\text{O} (\text{NH}_2 \text{I}) \cdot \text{O} \times 1$  yoduro de mercurio y amonio de color naranja. Dentro de ciertos límites, la intensidad del color es proporcional a las concentraciones de  $\text{NH}_3$  y, por tanto, este método puede ser utilizado para determinar el N de forma cuantitativa.

## Reacciones



El método de Nessler es muy utilizado para determinar N por colorimetría en soluciones que tienen bajo contenido y siempre que las diluciones que sean necesarias, permitan obtener resultados confiables.

## Utensilios

- ♦ Matraz aforado de 25, 500 y 1000 mL, Erlenmeyer de 125 mL
- ♦ Pipeta graduada de 10 mL, beaker de 250 mL

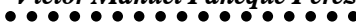
## Reactivos

- ♦ Silicato de sodio ( $\text{NaSiO}_3$ ), hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ )
- ♦ Mezcla ( $\text{SiO}_3\text{Na}-\text{NaOH}$ ), sulfato de amonio  $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$
- ♦ Reactivo Nessler (yoduro de potasio, yoduro de mercurio, hidróxido de potasio)
  - Preparación de los reactivos
  - Mezcla  $\text{SiO}_3\text{Na}-\text{NaOH}$

Pese 33 g de  $\text{NaSiO}_3$  y 66 g de  $\text{NaOH}$  y transfíralo a un beaker de 250 mL. Añada aproximadamente 100 mL de agua destilada para disolverlo, después transfiera la solución obtenida a un matraz aforado de 1000 mL. Añada agua para enrasar y agite. Conserve la solución en pomo con tapa.

## Reactivos Nessler

Este reactivo puede obtenerse preparado de las firmas que se dedican a fabricar y comercializar reactivos químicos. También se pueden preparar en los laboratorios de la forma siguiente:



1) Solución A:

Pese 35 g de KI y disuélvalos en 50 mL de agua. Añada 45.5 g de  $\text{HgI}_2$  y disuélvalos conjuntamente con el KI. El  $\text{HgI}_2$  es poco soluble en agua, pero por acción del ión común (I) se solubiliza formando el yoduro doble de potasio y mercurio ( $\text{K}_2\text{HgI}_4$ ), su solubilidad se facilita calentando a 60-80°C mientras se agita.

2) Solución B: Solución de KOH o NaOH al 50%

Disolver 112 g de KOH ó 80 g de NaOH en 60 mL de agua.

3) Transferir las soluciones A y B a un matraz aforado de 1000 mL.

Agitar, enfriar, enrasar y agitar. Conservar la solución de Nessler en pomo ámbar con tapa en lugar fresco.

*Solución estándar de N. de 100 ppm:* Para preparar la solución estándar de N, se utiliza  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  cantidad de reactivo (PM= 132.146 y equivalente en N=28.016/mol y que es equivalente a 21.20 % de N). La solución de N de 100 ppm lleva 0.1g de N/l.

- ♦ Se toma una porción del  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  y se seca a estufa a 100°C durante tres horas. Se enfría en desecadora.
- ♦ Se pesan exactamente 0.4717g del  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  químicamente puro o su equivalente según la pureza del reactivo.
- ♦ Se transfieren para un matraz aforado de 1000 mL. Se añade agua para disolverlo. Se enrasa y agita. Se rotula y conserva como solución estándar de 100 ppm de N.

*Solución patrón de 5 ppm de N.* De la solución estándar de 100 ppm de N se toma con pipeta exactamente 25 mL, se transfiere a un matraz aforado de 500 mL.

Se añade agua para enrasar y se agita. Se rotula y conserva como solución patrón de 5 ppm de N. Esta solución tiene una concentración relativa de 50 ppm de N con dilución 1:10.

### **Preparación del gráfico para N**

En condiciones normales los gráficos de N con el reactivo Nessler solo pueden hacerse de 0 a 2 ppm y con esas magnitudes se cometen muchos errores de aplicación. Por eso, para el uso práctico en el laboratorio, es recomendable confeccionar los gráficos con dilución 1:10. Se procede de la forma siguiente: Se toman 11 matraces aforados de 25 mL y se marcan del 1 al 11. A cada uno se añade los mL de solución patrón de 5 ppm de N (50 ppm concentración relativa con dilución de 1:10) que se expresan en la tabla siguiente. Para calcular los volúmenes de solución patrón se utilizó la fórmula:

$$V = C_d \times V_f / C_p$$

Donde:

V= mL de la solución patrón para un punto dado del gráfico (2, 4, 6, etc.)

V<sub>f</sub>= volumen final o total que se utilice (en este caso el matraz de 25 mL).

C<sub>p</sub>= Concentración en ppm de N del patrón (50 ppm concentración relativa).

Luego:

$$V = C_d \times 25 / 50 = C_d \times 0.5$$

Ejemplo: para calcular el volumen para el punto 10 ppm de N

$$\text{Entonces: } V = 10 \times 0.5 = 5 \text{ mL}$$



- ♦ Cálculos: En el AO las concentraciones de N se expresan en por ciento de materia seca. Para ello se toma en cuenta el factor de dilución para las condiciones establecidas en la técnica analítica:

1ra. dilución:  $0.5/250 = 1:500$

2da. dilución:  $10/100 = 1:10$

3ra. dilución:  $5/25 = 1:5$

Factor de dilución:  $500 \times 10 \times 5 = 25000$

Lectura del fotocolorímetro y concentración equivalente de N en ppm, según lo establecido en la técnica analítica: el valor de N que se obtiene en el gráfico tiene concentración relativa con dilución de 1:10. Entonces es necesario dividir el valor entre 10.

Todos esos elementos integrados da la fórmula:

$\% N = (25000 \times N \text{ (ppm)} \times 100) / (10 \times 1000 \text{ 000}) = 0.25 \times N \text{ (ppm)}$

Donde: % N = % de N en base seca

25000 = factor de dilución

100 = para llevar el N del gráfico en ppm a por ciento

10 = factor para convertir valores relativos de N con dilución

1: 10 a valores absolutos

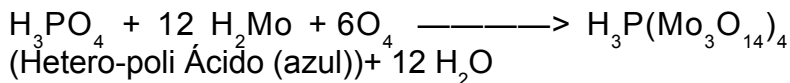
1000 000 = base para convertir ppm de N a porcentaje porque los datos están en ppm

N (ppm) = valor de N del gráfico a partir de la lectura en el fotocolorímetro.

### **7.2.2. Determinación de fósforo total. Método colorimétrico**

*Fundamentación:* Para determinar el fósforo en el AO se utiliza la solución obtenida en el mineralizador de la muestra con la digestión de ácido sulfúrico. En esa solución el P está en forma de  $H_3PO_4$ , el cual en presencia del ácido molíbdico y un reductor se forma el Hetero-poli Ácido que tiene color azul (método de Osmond).





El método es muy sensible y permite determinar pequeñas cantidades de P en la solución. Como reductor se utiliza el cloruro estañoso, pero el complejo que se forma tiene un corto tiempo de estabilidad y con frecuencia se introducen errores. Se utiliza también el ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico, el cual da más estabilidad al medio y el color azul que se produce dura más tiempo. La evaluación cuantitativa del P en esas condiciones se puede hacer porque las intensidades de color azul que se producen (dentro de ciertos límites) son proporcionales a las concentraciones de P en la solución. Para medir esas intensidades de color se utiliza un fotocolorímetro.

### **Utensilios**

- ♦ Matraz aforado de 25 y de 1000 mL
- ♦ Pipeta graduada de 10 mL
- ♦ Fotocolorímetro, beaker de 800 mL

### **Reactivos**

- ♦ Molibdato de amonio al 1.5 % con HCl 3.5N
- ♦ Ácido perclórico concentrado (70 % pureza)
- ♦ Ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico
- ♦ 2-4-Dinitrofenol (indicador), fosfato potásico diácido ( $\text{KPO}_4\text{H}_2$ )
- ♦ Ácido sulfúrico, ácido clorhídrico solución 4N, hidróxido de amonio solución 4N

### **Preparación de los reactivos**

#### *Solución de molibdato de amonio al 1.5 % y HCl 3.5N*

Pesar 8 g de molibdato de amonio y transferirlo a un beaker de 500 mL y añadir 175 mL de agua para disolverlo. Añadir 162 mL de HCl de 34 % de pureza y  $1.17 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$  de densidad o su equivalente para tener 64 g

de HCl puro (100%). Agitar para disolver el molibdato y homogeneizar. Transferir todo el contenido del beaker a un matraz aforado de 500, enfriar y añadir agua hasta el enrase, agitar, conservar un pomo ámbar en lugar fresco, tiene una duración de hasta dos meses.

#### *Solución de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico*

Pesar 0.5 g de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico: 30 g de bisulfito de sodio y 6 g de sulfato de sodio, transferirlos a un beaker de 500 mL y añadir 250 mL de agua. Dejar en reposo de un día para otro y luego filtrar. Esta solución debe consumirse fresca, se conserva en un refrigerador o en lugar fresco, se prepara cada dos semanas.

Nota: En los lugares donde se hagan pocos análisis, se puede preparar la mitad o la cuarta parte de lo indicado anteriormente, tomando la mitad o la cuarta parte de las cantidades indicadas.

#### *Solución de HCl 4 N*

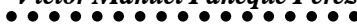
Tomar 352 mL de HCl de 34 % de pureza y 1.17 g.mL<sup>-1</sup> de densidad o su equivalente para tener 140 g de HCl puro, transferirlo a un matraz aforado de 1000 mL. Añadir agua.

#### *Solución 4 N de NH<sub>4</sub>OH*

Tomar 310 mL de NH<sub>4</sub>OH de 24 % de NH<sub>3</sub> y 0.912 g.mL<sup>-1</sup> de densidad o una cantidad equivalente para tener 68 g de NH<sub>3</sub>, transferirlo a un matraz aforado de 1000 mL, añadir agua, enfriar, enrasar y agitar.

#### *Solución de 2-4-Dinitrofenol (indicador)*

Tomar 5 g de 2-4-Dinitrofenol y transferirlos a un beaker de 250 mL. Añadir 100 mL de agua y agitar. Dejar en reposo por una hora y filtrar. Conservar la solución para utilizarla como indicador.



## **Confección del gráfico**

Para la determinación de fósforo por el método colorimétrico, se prepara un gráfico de 0-4 ppm de P de concentración absoluta (equivalente a 0-20 ppm de P concentración relativa con dilución de 1: 5). Para ello se procede de la forma siguiente:

### **Preparación de la solución estándar de 50 ppm de P**



- 1- Pesar 0.1098 g de  $\text{KPO}_4\text{H}_2$  químicamente puro o su equivalente según la pureza, previamente secado en la estufa durante tres horas a 105°C.
- 2- Se transfiere a un matraz aforado de 500 mL, se añade agua destilada para disolverlo, se agita y enrasa. Se envasa en pomo seco y se titula como solución de  $\text{KPO}_4\text{H}_2$  de 50 ppm de P.

### **Preparación de los patrones para confeccionar el gráfico**

Se preparará un patrón de 5 ppm de P a partir de la solución estándar de 50 ppm de P. Para ello se toman 50 mL con pipeta de esa solución y se transfieren a un matraz aforado de 500 mL. Se añade agua hasta el enrase y se agita. Esta es una solución que tiene una concentración absoluta de 5 ppm de P, equivalente a una concentración relativa de 25 ppm de P para una dilución 1:5. Con esta solución se preparan los patrones para confeccionar el gráfico de 0 a 20 ppm de P (concentración relativa). Se toman 11 matraces aforados de 25 mL y se numeran del 1 al 11 y a cada uno se añade en su orden las cantidades que se expresan en la Tabla 9. Las cantidades correspondientes a cada concentración del patrón se miden en bureta o pipeta de forma exacta y se transfiere a su matraz correspondiente.

**Tabla 9. Cantidades (mL) de solución patrón a emplear para preparar 25 mL de los patrones y confeccionar el gráfico**

No.	Concentración relativa de P (ppm)	mL de Solución patrón de 25 ppm de P
1	0	0
2	2	2
3	4	4
4	6	6
5	8	8
6	10	10
7	12	12
8	14	14
9	16	16
10	18	18
11	20	20

Se añade agua destilada hasta tres cuartas partes del volumen y después se añade lo indicado en el punto 4 de las técnicas analíticas:

- 7 gotas de ácido perclórico concentrado
- 7 gotas de molibdato de amonio en solución clorhídrica
- 5 gotas del indicador ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico.

Posteriormente se enrasa y se agita, se pone en reposo durante 30 min de la misma forma que se expresa en la técnica analítica. Pasado el tiempo se determinan en el fotocolorímetro las lecturas correspondientes a cada concentración (puede ser densidad óptica o transmisión). Con esa información se confecciona el gráfico.

Nota: Para calcular las cantidades de solución patrón a emplear en cada Matraz se utiliza la fórmula:

$$V = C_d \times V_f / C_p$$

Donde:

V= volumen (mL) de la solución patrón

C<sub>d</sub>= concentración deseada de P en ppm

Vf= volumen final a que se lleva la solución en el matraz

Cp= concentración de P en ppm de la solución patrón

Ejemplo: Para el punto no. 2

Cd= 2 ppm

Cp= 25 ppm de P

Vf= 25 mL

$V = Cd \times Vf / Cp$

$V = 2 \times 25 / 25 = 2$

### **Técnica analítica**

- ♦ Se toman 5 mL del extracto obtenido en la digestión de la muestra (1ra. dilución) y se transfieren a un matraz aforado de 25 mL. Se añade agua hasta tres cuartas partes de su capacidad y se agita.
- ♦ A continuación se añade en forma sucesiva agitando cada vez:
  - 10 gotas de ácido perclórico concentrado
  - 10 gotas de solución de molibdato de amonio solución clorhídrica
  - 10 gotas de la solución de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico
- ♦ Enrase y agite. Deje en reposo durante 15 min.
- ♦ Pasado el tiempo indicado determine la intensidad del color en el fotocolorímetro utilizando una longitud de onda de 650 nm o filtro rojo. Con la lectura del colorímetro se determina la concentración de P de la muestra en ppm.
- ♦ Cálculos: la cantidad de P en la muestra del AO utilizando la siguiente fórmula:  
 $\% P = \text{ppm de P} \times 0.25$

Donde: ppm de P se obtiene del gráfico

0.25: factor que incluye las diluciones de la muestra y conversión de P en ppm a porcentaje.

Así:

1ra. dilución= 0.5 g de muestra en 250 mL de solución

Dilución= 250/0.5= -1:500

2da. dilución= 5 mL de la primera solución llevados a 25 mL

Dilución 25/5= 1:5

Factor de dilución total= 500 x 5= 2500

Luego: ppm de P en la muestra= ppm de P en el gráfico x 2500

También recuerde: %= ppm/10000

Luego: % P= (ppm P x 2500)/10000= ppm P x 0.25

Finalmente: % P= ppm de P x 0.25

Nota:

- 1- Los valores que se reportan en este análisis se expresan “en base seca”
- 2- La fórmula que se utiliza para hacer los cálculos solo tiene validez para cuando se utilicen las condiciones expresadas en la técnica analítica. Si se cambiara, será necesario obtener otra fórmula o medio de cálculo.

### 7.2.3. Determinación de calcio y magnesio por el método volumétrico con EDTA

*Fundamentación:* El método está basado en la propiedad que tiene el calcio y magnesio de reaccionar al EDTA (Etilen-Diamino-Tetracético) a pH 9 y formar un complejo. El final de la reacción se puede determinar con el indicador negro T de Eriocromo.

$2C_{10}H_{14}O_8Na_2N_2 + Ca + Mg + \text{solución buffer} + \text{negro T de}$

Eriocromo  $\xrightarrow{pH\ 9}$   $(C_{10}H_{12}O_8Na_2N_2)_2 Ca Mg + 2H_2O$

El calcio reacciona con el EDTA a pH=12 y el final de la reacción se determina con el indicador murexida.

$C_{10}H_{14}O_8Na_2N_2 + Ca + NaOH + \text{Murexida} \xrightarrow{pH\ 12}$   $C_{10}H_{12}$

$O_8Na_2CaN_2 + H_2O$



## Utensilios

- ♦ Pipeta de 20 mL
- ♦ Erlenmeyer 200 mL
- ♦ Bureta de 25 mL
- ♦ Beaker de 1000 mL
- ♦ Varilla de cristal (agitador)
- ♦ Matraz aforado de 1000 mL

## Reactivos

*Solución buffer.* Disolver 67.5 g de cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) en 200 mL de agua, añadir 570 mL de  $\text{NH}_4\text{OH}$  reactivo. Mezclar bien. Transferir a un matraz aforado de 1000 mL. Enfriar, enrasar y agitar.

*NaOH solución 4N.* Pesar 160 g de NaOH reactivo, transferirlo a un beaker de 1000 mL. Añadir 500-600 mL de agua y disolverlo con varilla de cristal (agitar con cuidado que se calienta mucho). Se deja refrescar y después se transfiere a un matraz aforado de 1000 mL. Se enfría, se enrasa y se agita.

*Ferrocianuro de potasio  $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  solución al 4 %.* Se pesan 4 g de ferrocianuro de potasio reactivo. Se transfieren a un matraz aforado de 100 mL. Se disuelve con agua, se enrasa y se agita.

*Trietanol amina.* Reactivo puro tal como lo entrega el fabricante.

*Cloruro de hidroxilamina ( $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ ) al 5 %.* Pesar 5 g de cloruro de hidroxilamina reactivo y transferirlo a un matraz aforado de 100 mL. Añada agua para disolverlo, enrase y agite.

*Negro T de Eriocromo (indicador).* Pesar 0.5 g de negro T de Eriocromo y 250 g de NaCl. Se mezclan bien.

Para ello se puede utilizar un mortero, la mezcla que se obtenga tiene que ser muy buena.

*Murexida (indicador)-purpurato de amonio.* Pesar 0.5 g de Murexida y 100 g de  $K_2SO_4$  mezclarlos bien en mortero.

*Solución 0.01N de EDTA.* El EDTA tiene fórmula  $C_{10}H_{14}O_8Na_2N_2$  con PM= 336.228 funciona como divalente, porque tiene dos hidrógenos sustituibles en la fórmula.

Su Equivalente es:  $336.228/2= 168.114$ .

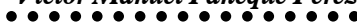
Si se toma en cuenta una pureza de 98 %, entonces será necesario  $1.68114 \times 100= 1.715$  g

Pesar 1.681 g de EDTA sal sódica (anhidra) o su equivalente según la pureza y se transfiere a un matraz aforado de 1000 mL. Añada agua para disolver, enrase y agite.

Nota 1: Debe tenerse presente que este cálculo está hecho para el EDTA-Na anhidra. En ocasiones el EDTA-Na viene con dos moléculas de agua  $C_{10}H_{14}O_8Na_2N_2 \cdot 2H_2O$  con el PM= 372. Entonces para preparar una solución 0.01N, será necesario pesar 1.86 g o su equivalente según pureza para un litro.

Nota 2: Todos los textos indican que esta solución de EDTA debe valorarse con una solución patrón de  $CaCO_3$ . Sin embargo, dado lo poco confiable de los reactivos para prepararlos y lo difícil que es lograr soluciones patrones de Ca y Mg, es recomendable utilizar esa solución de EDTA como patrón primario por la estabilidad de ese reactivo y porque tiene peso molecular alto su manipulación es confiable. De todos modos, la mayor precisión se obtiene cuando se utilicen soluciones patrones de Ca y EDTA "Fixanal" u otro reactivo garantizado.





## **7.2.4. Determinación de calcio + magnesio y calcio**

### **Técnica analítica**

1. Del extracto que se obtuvo en la digestión de la muestra (1ra. dilución), tomar con pipeta dos porciones de 10 mL y se transfieren a dos Erlenmeyers de 200 mL, uno de ellos se marca para Ca y el otro para Ca+Mg. A cada uno de ellos se añade aproximadamente 50 mL de agua.

2. Determinación de Ca+Mg

a) Al Erlenmeyer marcado Ca+Mg se añade:

- 5 mL de solución buffer de  $\text{NH}_4\text{OH}$
- 5 gotas de solución de ferrocianuro de K al 4 %
- 5 gotas de Trietanol amina al 5 %
- Una "pizca" del indicador negro T de Eriocromo.

b) Valorar con solución 0.01N de EDTA

La valoración termina cuando se produzca un cambio de color vino (o rosado) a azul brillante permanente.

c) Se anota el volumen (mL) de EDTA consumido para Ca+Mg

Nota: Cuando se hace esta valoración, en ocasiones, si el AO tiene mucho Fe, Al y otros elementos menores, el cambio no se produce con mucha nitidez y se cometen imprecisiones al estimar el volumen de EDTA consumido. En esos casos, se continúa el análisis realizando la siguiente marcha analítica, según epígrafe 7.2.4a.

3 - Determinación de Ca

a) Al Erlenmeyer marcado Ca se añade

- 5 mL de solución de NaOH 4N
- 5 gotas de solución de cloruro de hidroxilamina al 5 %
- 5 gotas de Trietanol amina
- Agitar y añadir una pizca del indicador Murexida (purpurato de amonio) y agitar.

b) Valorar con solución 0.01N de EDTA. El punto final se obtiene cuando cambia de rosado a violeta.

c) Anotar el volumen de EDTA consumido para Ca.

4- Cálculos:

a) Para determinar los mL de EDTA consumidos para el Mg, se resta a la primera valoración (Ca+Mg) la segunda valoración (Ca).

mL EDTA para Mg = (mL para Ca+Mg) - (mL para Ca)

b) % Ca = mL de EDTA 0.01N consumidos en la valoración del Ca

c) % Mg = mL EDTA 0.01N consumidos para el Mg x 0.608

Nota 1: Estas fórmulas solo son válidas para las condiciones establecidas en este análisis: 0.5 g del AO en 250 mL solución de la digestión y tomar una parte alícuota de 10 mL, lo que equivale a trabajar con una alícuota de 0.02 g de AO.

Nota 2: Base de cálculo

Para el Ca:

1 mL solución de EDTA 0.01N = 1 mL de solución 0.01N de Ca  
Equivalente químico de  $\text{Ca}^{+2} = 40.08/2 = 20.04$

1 L de solución 0.01N =  $20.04 \times 0.01 = 0.2004 \text{ g.L}^{-1}$  de Ca

1 mL de solución 0.01N =  $0.2004/1000 = 0.0002004 \text{ g}$  de Ca

1 mL de solución 0.01N de EDTA = 0.0002004 g de Ca

1 mL de solución 0.05N de EDTA = 0.001002 g de Ca

Para el Mg:

1 mL solución de EDTA 0.01N = 1 mL de solución 0.01N de Mg  
Equivalente químico del Mg =  $24.32/2 = 12.16$

1 L de solución 0,01N de Mg =  $0.01 \times 12.16 = 0.1216 \text{ g.L}^{-1}$   
de Mg

1 mL de solución 0,01N de Mg =  $0.1216/1000 = 0.0001216 \text{ g}$   
de Mg

1 mL de solución EDTA 0.01N= 0.0001216 g de Mg  
1 mL de solución 0.05N de EDTA= 0.00608 g de Mg

Cálculos para el Ca

mL de EDTA Sol. 0.01N x 0.0002004—0.02 g de suelo  
Ca(%)———100

Ca (%)= (mL EDTA 0.01N x 0.0002004 x 100)/0.02

Ca (%)= mL EDTA 0.01N

El razonamiento para el Mg es el mismo que para el Ca

Mg (%) = 0.608 x mL EDTA 0.01N

Nota 3: Cuando se analizan AO con altos contenidos de Ca y Mg como los son las turbas margas, algunas gallinazas, entonces se hace necesario utilizar en la valoración solución de EDTA con 0.05N, pues el EDTA de 0.01N resulta muy diluido y se consume mucho en la valoración. Si fuera así debe modificarse la fórmula según corresponda.

Condición:

0.5 g            250

Parte alícuota            10 mL

Cálculos:

Para Ca

% Ca= mL EDTA 0.01N

% Ca= mL EDTA 0.05N x 5

Para Mg

% Mg= mL EDTA 0.01N x 0.608

% Mg= mL EDTA 0.05N x 3.04

### **7.2.4a. Determinación de calcio y magnesio en abonos orgánicos. Complementario**

#### **Técnica analítica**

1. Del filtrado que se obtuvo en la digestión de la muestra (1ra. dilución), tomar con pipeta 50 mL y transferirlos a un Erlenmeyer o beaker de 250 mL.

2. Poner el recipiente al calor en mechero o plancha eléctrica a ebullición lenta y evapora hasta aproximadamente la mitad del volumen.
3. Separe el recipiente del calor. Añada cinco gotas del indicador Rojo de Metilo y  $\text{NH}_4\text{OH}$ , solución 1 + 1, gota a gota, agitando hasta obtener un primer cambio de color de rojo a “naranja pálido” o “rosado naranja” (observe el precipitado que se forma  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  y  $\text{Al}(\text{OH})_3$  fundamentalmente).
4. Ponga el recipiente al calor a ebullición lenta durante dos a tres minutos, para que el precipitado flocule. Si en el tiempo que el recipiente está al calor aparece el color rojo, añada unas gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$ , solución 1+1, hasta obtener el color “rosado–naranja”.
5. Pasado el tiempo indicado, separe el recipiente del calor. Deje refrescar. Transfiera todo el contenido del beaker, a través de un embudo y papel de filtro, para un matraz aforado de 100 mL. Para esta transferencia debe utilizarse agua, a la cual se haya añadido unas gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$ , para garantizar que el pH del agua sea ligeramente alcalino y no se disuelva el precipitado.
6. Después de transferir todo el líquido, con el precipitado al papel de filtro, se lava tres o cuatro veces con pequeñas porciones de la misma agua que utilizó para transferir el precipitado. Enfríe, enrase y agite.
7. Tomar con pipeta dos porciones de 20 mL y transfíralos a dos Erlenmeyer de 150–200 mL marcados, uno para valorar Ca y el otro para valorar Ca+Mg. Añada 30-50 mL de agua de cada recipiente. Valore el Ca y el Ca+Mg.
8. Determinación de Ca+Mg. Determinación de Ca+Mg a) Al Erlenmeyer marcado Ca+Mg se añade:
  - 5 mL de solución buffer de  $\text{NH}_4\text{OH}$
  - 5 gotas de solución de ferrocianuro de K al 4 %



se puede cuantificar el K y con una longitud de onda de 586 nm se puede cuantificar el sodio.

### **Utensilios**

- ♦ Beakers
- ♦ Erlenmeyer o frasco de 15 mL
- ♦ Fotómetro de llama
- ♦ Matraz aforado de 50, 100 y 1000 mL

### **Reactivos**

- ♦ Cloruro de potasio (KCl) PM= 74.553
- ♦ Cloruro de sodio (NaCl) PM= 58.444
- ♦ Solución estándar de 1000 ppm de K y Na

### **Preparación de la solución estándar de 1000 ppm de K y Na**

- ♦ Pesar 1.9164 g de KCl y 2.555 g de NaCl de 99.5 % de pureza y desecado en la estufa a 105°C durante tres horas o las cantidades equivalentes para tener 1.9068 g de KCl y 2.5422 g de NaCl químicamente puro.
- ♦ Se transfiere a un matraz aforado de 1000 mL, se añade agua para diluirlo y después se enrasa y se agita. Esta solución tiene una concentración de K y Na de 1000 ppm.

### **Preparación de la solución patrón de 100 ppm de K y Na**

- ♦ Tome de la solución estándar de 1000 ppm de K y Na, 100 mL (mídalo con Pipeta o Bureta aforadas de 100 mL) y transfíralo a un Matraz aforado de 1000 mL, enrásese con agua y agite. Esta solución patrón tiene 100 ppm de K y Na.

### **Confección de los gráficos de K y Na**

- ♦ Dada las concentraciones de K y Na de la mayoría de los suelos cubanos, un gráfico de 0 a 100 ppm es



suficiente para determinar esos elementos. Para confeccionar el gráfico se procede de la forma siguiente:

- ♦ Se preparan patrones de 0 a 100 ppm con rango de 10 ppm, es decir, 0, 10, 20, etc. Para ello se utilizan matraces aforados de 25 mL y se marcan con números consecutivos del 2 al 10. En cada uno de ellos se depositan (con bureta) las cantidades de solución patrón que se indican en la Tabla 10.

**Tabla 10. Cantidades (mL) de la solución patrón de 100 ppm de K y Na a utilizar para preparar 25 mL de los patrones y confeccionar gráficos de K y Na**

Fórmula:  $V = C_d \times V_f / C_p = C_d \times 25 / 100 = C_d \times 0.25$

V= volumen de la solución patrón

C<sub>d</sub>= concentración deseada

C<sub>p</sub>= concentración del patrón

V<sub>f</sub>= volumen final

A los matraces (2 al 10) se les añade agua hasta el enrase y se agitan. Se rotulan con sus correspondientes concentraciones de K y Na, se conservan para confeccionar los gráficos.

### **Confección de los gráficos**

Se ajusta el fotómetro según su especificación para K y Na, con agua destilada y con el patrón de 100 ppm de cada catión. Después se lee cada una de las muestras, según el orden del 2 al 10, y se leen las transmisiones correspondientes y se anotan, con esa información se confecciona el gráfico.

### **7.2.6. Determinación de potasio por fotometría de llama en el abono orgánico**

La determinación del K en el AO vegetal se hace en la solución que se obtuvo al hacer la digestión de la muestra con  $H_2SO_4$  y se logra la mineralización de la MO. En esta solución el potasio está en forma de catión K y se puede determinar por fotometría de llama.

#### **Utensilios**

- ♦ Fotómetro de llama, beaker o Erlenmeyer de 20-25 mL
- ♦ Matraz aforado de 25, 250 y 1000 mL
- ♦ Pipeta aforada de 25 mL
- ♦ Bureta de 25 mL
- ♦ Pipeta graduada de 10 y 25 mL

#### **Reactivos**

- ♦ KCl (solución patrón de 100 ppm)

#### **Técnica analítica**

- 1- En un beaker o Erlenmeyer de 15-20 mL se toma una porción de la solución que se obtuvo en la digestión de la muestra del AO. (se utiliza la solución original sin hacer ninguna dilución adicional: 1ra. dilución).
- 2- Se lleva al fotómetro de llama, se ajusta según las especificaciones del equipo y después se quema la muestra problema y se anota la lectura que se obtenga. Con esa lectura se determina en el gráfico la concentración de K de la muestra en ppm.

Cálculos: Para calcular el contenido de K en la muestra se utiliza la siguiente fórmula:

$$\% K = \% \text{ de K} \times 0.05$$

Donde: ppm de K= se obtiene del gráfico a partir de la lectura del equipo al quemar la solución



0.05= factor de dilución que tiene incluido el factor para convertir los ppm en %

Así: Dilución: 0.5 g de muestra llevados a 250 mL =  $250/0.5 = 1:500$

% = ppm/10000

Entonces: % de K = (ppm de K x 500)/10000 = ppm de K x 0.05

Nota: Los valores de K están expresados en base a la muestra seca al aire

### **7.2.7. Determinación de sodio. Fotometría de llama**

#### **Utensilios**

- ♦ Fotómetro de llama
- ♦ Beaker o Erlenmeyer de 20-25 mL
- ♦ Matraz aforado de 25, 250 y 1000 mL
- ♦ Pipeta aforada de 25 mL
- ♦ Bureta de 25 mL
- ♦ Pipeta graduada de 10 y 25 mL

#### **Reactivos**

*Solución patrón de K y Na de 100 ppm*

#### **Técnica analítica**

- 1- En un beaker o Erlenmeyer de 15-20 mL se toma una porción de la solución que se obtuvo en la digestión de la muestra del AO. Se utiliza la solución original sin hacer ninguna dilución adicional: 1ra. dilución.
- 2- Se lleva al fotómetro de llama, se ajusta según las especificaciones del equipo y después se quema la muestra problema y se anota la lectura que se obtenga.

Con esa lectura se determina en el gráfico la concentración de Na de la muestra en ppm.

Cálculos: Para el contenido de Na en la muestra se utiliza la siguiente fórmula:

$\% \text{ Na} = \% \text{ de Na} \times 0.05$

Donde: ppm de Na se obtiene del gráfico a partir de la lectura del equipo al quemar la solución

0.05= factor de dilución que tiene incluido el factor para convertir los ppm en %

Así:

Dilución: 0.5 g de muestra llevados a:

250 mL=  $250/0.5 = 1:500$

$\% = \text{ppm}/10000$

Entonces:  $\% \text{ de Na} = (\text{ppm de Na} \times 500)/10000 = \text{ppm de Na} \times 0.05$

Nota: Los valores de Na están expresados en base a la muestra seca al aire

### **7.2.8. Determinación de sales solubles totales por el método de dilución 1:5**

*Fundamentación:* La concentración excesiva de sales en AO puede ser un factor limitante para su uso y ser causa de afectaciones a los cultivos donde se apliquen. No es frecuente que los AO tengan contenidos altos de SST y si se conoce su origen se puede decidir no realizar esa determinación. No obstante las SST pueden alcanzar valores altos en Turbas Carbonatadas o en yacimientos que están cerca del mar. También en humus de lombriz o estiércol que se mezclan con materiales carbonatados o salinos. La determinación de SST dependerá del conocimiento que se tenga del origen y procedencia del AO que se necesita caracterizar.

#### **Utensilios**

- ♦ Balanza técnica
- ♦ Agitador mecánico
- ♦ Conductímetro

- ♦ Erlenmeyer de 500 mL
- ♦ Embudos
- ♦ Papel de filtro
- ♦ Beaker de 125 mL

### **Reactivos**

- ♦ Agua destilada libre de carbonatos

### **Técnica analítica**

- 1- Pese 20 g de AO y transfíralos a un pomo plástico de 125 mL y añada 100 mL de agua destilada libre de carbonato.
- 2- Agite durante dos horas en agitador mecánico. Posteriormente, deje en reposo durante 30 min. Si el líquido que sobrenada es claro, decántelo y transféralo a un pomo seco y con tapa. Si el líquido que sobrenada no es claro, fíltrelo y recójalo en un beaker seco. Esta solución se conserva para realizar los análisis.
- 3- De la solución así obtenida se toma una porción en un beaker de 125 mL y se determina su conductividad en el conductímetro y se obtiene  $CE_t$ . Se toma la temperatura de la solución en el momento de leer la conductividad y se obtiene t.

4- Cálculos: se aplican las fórmulas:

$$CE_{25\text{ }^{\circ}\text{C}} = CE_t \times ft \times K \text{ y SST en ppm} = CE_{25\text{ }^{\circ}\text{C}} \times 5 \times 640$$

$CE_t$  = se obtiene en la lectura del conductímetro y se expresa en  $\text{mmhos.cm}^{-1}$

ft = factor de corrección de temperatura para 25°C que se obtiene de t en la Tabla 3.

K = constante de la celda que es específica para cada celda

5 = factor de dilución

640 = factor para convertir  $CE_{25\text{ }^{\circ}\text{C}}$  en  $\text{mmhos.cm}^{-1}$  a SST en ppm

Nota:

- En la solución que se obtienen en la extracción de la sales solubles con relación 1:5, se pueden determinar los aniones ( $\text{Cl}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  y  $\text{HCO}_3^-$ ) y cationes solubles (Ca, Mg, K y Na) con los métodos correspondientes.
- En los laboratorios que no se disponga de agitador mecánico, se puede agitar a mano a intervalos de 15 min. durante dos horas y después se deja reposar por 12 horas o más y después se decanta o se filtra.

### **7.2.9. Determinación de la relación carbono/nitrógeno**

*Fundamentación:* La relación carbono-nitrógeno es una característica muy importante en los AO, por lo que su determinación es imprescindible para definir su calidad y modo de uso y aplicación.

#### **Determinación**

La determinación de la relación C-N se hace por cálculo, tomando como base los resultados de los análisis de MO y el N total. Para su cálculo se utiliza la fórmula:

$$\text{Rel. C/N} = (\% \text{ de MO} \times 0.58) / (\% \text{ N total})$$

## **VI. CUARTA PARTE. ANÁLISIS DE FERTILIZANTES QUÍMICOS**

*Fundamentación:* El productor y los usuarios de los abonos químicos necesitan conocer las concentraciones de nutrientes de los fertilizantes, ya que de ello depende su valor comercial y sus efectos sobre los cultivos y los suelos. En este documento se presentan las principales técnicas analíticas para caracterizar los fertilizantes químicos.

Todas las unidades de producción que reciben y aplican fertilizantes deben comprobar si estos productos que reciben tienen la calidad y características que el productor expresa.

### **1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS**

Las muestras que llegan al laboratorio deben ser bien mezcladas y cuarteadas hasta que se pueda separar una parte aproximada a 200 g. Esa muestra se tamiza por 0.5 mm de abertura. Después se mezcla y homogeneiza, y se envasa en pomo con tapa.

### **2. DETERMINACIÓN DE HUMEDAD**

*Fundamentación:* El método se basa en pesar y secar el fertilizante en estufa a 100°C hasta que la muestra haya perdido toda el agua, la cual se logra cuando dos pesadas sucesivas no muestran diferencia de pesos.

#### **Utensilios**

- ♦ Estufa
- ♦ Balanza analítica
- ♦ Espátula o cuchara pequeña
- ♦ Cápsula de 50 mL o vidrio de reloj de 10 cm de diámetro.

## **Técnica analítica**

1. Pese 10 g de la muestra en cápsula o vidrio de reloj. Póngalo a secar en estufa a 100°C durante seis horas o más.
2. Pasado el tiempo indicado, saque la cápsula de la estufa y póngala a enfriar en desecadora. Cuando esté fría pésela. Anote el peso.
3. Cálculo. La humedad se expresa en porcentaje y se calcula utilizando la fórmula:

$$\% \text{ humedad} = ((\text{peso húmedo} - \text{peso seco}) / \text{peso húmedo}) \times 100$$

### **3. DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS LIBRES**

*Fundamentación:* El ácido libre puede estar presente en los fertilizantes fosfóricos: superfosfato sencillo, superfosfato triple y rocas fosfóricas y fosforitas aciduladas. En los procesos de producción de esos fertilizantes se utilizan los ácidos sulfúrico o fosfórico para transformar el  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  en fosfatos solubles y en el producto final quedan ácidos libres, los cuales pueden afectar la calidad de los fertilizantes cuando esos fosfatos se utilicen para producir fertilizantes mezclados. Además, pueden dañar los envases y afectar (quemar) los cultivos. La determinación de los ácidos libres se basa en que son muy solubles y cuando esos fertilizantes se disuelven en agua los ácidos pasan a la solución y pueden ser determinados por volumetría en una reacción ácido-base.

#### **Utensilios**

- ♦ Balanza analítica
- ♦ Matraz aforado de 250 mL
- ♦ Beaker o Erlenmeyer de 200-250 mL
- ♦ Embudos



- ♦ Papel de filtro
- ♦ Agitador de vidrio
- ♦ Pipeta aforada de 50 mL
- ♦ Bureta de 25-50 mL

### **Reactivos**

*Solución de NaOH 0.1N.* Pesar exactamente 4 g de NaOH químicamente puro o su equivalente, según la pureza del reactivo. Transferirlo a un matraz aforado de 1000 mL. Añadir agua destilada hasta aproximadamente la mitad. Agitar para disolver el reactivo. Después añadir agua hasta el enrase. Agitar. Conservar como solución de NaOH 0.1N. Esta solución debe valorarse con una solución 0.1N de biftalato de K.

*Solución de NaOH 0.01N.* La solución 0.01N de NaOH es muy diluida y su equivalente químico es bajo, por lo que para preparar un litro de la solución 0.01N, es necesario pesar 0.4 g de NaOH, con lo cual no se puede obtener exactitud. Para obtener una solución de NaOH 0.01N, es preferible partir de una solución 0.1N y, por dilución, preparar la de 0.01N. Tomar con pipeta 50 mL de la solución 0.1N de NaOH y transferirlos a un matraz aforado de 500 mL. Añadir agua hasta el enrase. Agitar. Esta solución debe ser valorada con una de ácido patrón 0.01N.

### **Bromocresol verde (pH 3.8-amarillo-pH 5.4-azul)**

Pesar 0.1 g del indicador y transferirlo a un beaker de 250 mL. Añadir 3 mL de NaOH solución 0.05N para disolverlo. Después se añade 200 mL de agua y se agita.

Nota: Para este análisis también puede utilizarse el indicador bromofenol azul. El cambio es de pH= 3 (amarillo) a 4.6 (violado-azulado).

## **Solución de NaOH 0.05N**

Pesar 2.2 g de NaOH químicamente puro y transferirlo a un matraz aforado de 1000 mL. Añada agua para disolverlo, posteriormente enrase y agite. Esta solución debe valorarse con solución de ácido de la misma normalidad.

### **Técnica analítica**

- ♦ Pesar 25 g del fertilizante para el análisis y se transfiere a un matraz aforado de 250 mL. Se añade agua destilada recientemente hervida y fría hasta las tres cuartas partes de la capacidad del matraz. Se agita varias veces para disolver los ácidos. Posteriormente, se añade agua hasta el enrase. Se agita. Se deja en reposo para decantar o se filtra.
- ♦ Del líquido claro se toma, con pipeta, 50 mL y se transfieren a un beaker o Erlenmeyer de 200–250 mL. Se añaden cinco gotas del indicador bromocresol verde. Se valora con solución 0.1N de NaOH. La valoración termina cuando se produzca un cambio de color (amarillo a azul). Anote el volumen de NaOH 0.1N consumido.
- ♦ Calcule la cantidad de ácido libre en la muestra, tomando en cuenta que:

1 mL de NaOH 0.1N = 0.0049 g de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

O utilizando la siguiente fórmula:

% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> = mL de NaOH 0.1N x 0.098

Nota: Esta fórmula solo tiene validez cuando se toman 25 g y se lleva a 250 mL, y de ello se toma una parte alícuota de 50 mL y se valora con solución de NaOH 0.1N. Para hacer los cálculos debe recordarse que según la fórmula VN = VN, las soluciones de igual normalidad se corresponden en volumen. Entonces:

1 L de NaOH 0.1N = 1 L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1N

1 L de NaOH 0.1N = 4.9 g de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>



1 L de NaOH 0.1N = 0.0049 g de  $H_2SO_4$

Para el análisis se tomaron 25 g de la muestra y se llevaron a 250 mL. De aquí se tomaron 50 mL, lo cual equivale a una alícuota de 5 g de muestra. Entonces:

% de  $H_2SO_4$  = mL NaOH 0.1N x 0.0049 x 100/5 = mL NaOH x 0.098

% de  $H_2SO_4$  = mL NaOH 0.1N x 0.098

#### 4. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO

El nitrógeno es uno de los elementos más importantes en los fertilizantes. Todas las técnicas analíticas para determinar N en los fertilizantes se basan en el método Kjeldahl y con él se obtienen resultados con buena precisión. En los fertilizantes pueden presentarse tres tipos de N: amoniacal, nítrico y orgánico, los cuales cuando existen es necesario diferenciarlos y determinar la cantidad que existe de cada uno.

Las determinaciones que se hacen son: nitrógeno total; nitrógeno amoniacal, nitrógeno nítrico y nitrógeno amoniacal

El N nítrico y orgánico se obtiene por cálculo de la forma siguiente:

N nítrico = (N nítrico y amoniacal) - N amoniacal

N orgánico = N total - (N nítrico y amoniacal)

##### 4.1. Determinación de nitrógeno total

*Fundamentación:* El método que se presenta tiene como base la reducción de todas las formas de nitrógeno que contenga el abono a  $N^{-3}$ , que en presencia de ácido toma la forma estable de radical amonio ( $NH_4^+$ ). Esta reducción se logra sometiendo la muestra a la digestión ácida con  $H_2SO_4$  concentrado en presencia de un catalizador. Además, en el proceso de digestión también se añaden sales ( $K_2SO_4$ ), para aumentar el punto de ebullición del  $H_2SO_4$

y lograr que la digestión se complete en un tiempo más corto. Cuando se logra que todo el N de la muestra pase a  $\text{NH}_4^+$ , entonces se somete la solución obtenida a reacción alcalina y a un proceso de digestión. El  $\text{NH}_3$  que se forma se recoge en una solución ácida y las cantidades presentes se determinan por volumetría.

a) Digestión de la muestra

### **Utensilios**

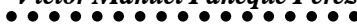
- ♦ Balanza analítica
- ♦ Digestor Kjeldahl
- ♦ Espátulas o cuchara pequeña
- ♦ Balones Kjeldahl de 250 a 500 mL
- ♦ Matraces aforados de 500 mL
- ♦ Embudos con pico de 8 a 10 cm de diámetro

### **Reactivos**

- ♦  $\text{H}_2\text{SO}_4$  de 96 a 98 % de pureza
- ♦ Selenio en polvo
- ♦ Mezcla de sulfúrico y selenio

### **Preparación de la mezcla sulfúrico-selenio**

La mezcla sulfúrico-selenio se prepara con la relación 8 g de Se/L de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado. Pesar 8 g de selenio metálico en polvo y transferir para un balón Kjeldahl de 500 mL. Añadir 100 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, mezclar bien y poner al calor en baño de arena o digestor Kjeldahl, hasta que se logre la digestión completa, es decir, que la solución (sulfúrico-selenio) quede clara. Logrado esto se separa del calor, se deja enfriar y se transfiere a un beaker de 2000 mL. Después se añaden 900 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, se agita hasta lograr una mezcla homogénea y se deja en reposo por 24 horas o más, y después se decanta el líquido claro y se conserva para hacer la digestión del tejido vegetal.



## **Técnica analítica**

1. Pesar 2 g de la muestra del fertilizante y transferirlo, con cuidado, a un balón Kjeldahl de 250-500 mL.
2. La muestra se transfiere con cuidado y de forma cuantitativa a un balón Kjeldahl de 250 -500 mL que esté seco. Se añaden 20 mL de la mezcla sulfúrico-selenio por el cuello del balón, girándolo de modo que el sulfúrico arrastre las partículas del vegetal que pudieran quedar adheridas al cuello del balón; se agita hasta formar una mezcla uniforme de la muestra con el ácido sulfúrico. Se deja en reposo de 5 a 10 min. agitando a intervalos.
3. El balón se pone en el baño de arena o digestor Kjeldahl, hasta que se obtenga la descomposición completa de las muestras. Durante esta operación, en ocasiones es necesario agitar el balón con la muestra, para lograr que algunas partes oscuras (materia orgánica no descompuesta) se incorporen a la mezcla sulfúrica-selenio y se complete la digestión de la muestra. La digestión se da por concluida cuando el contenido del balón esté incoloro o tenga aspecto blanquecino y el color pardo o amarillo de la materia orgánica haya desaparecido. Entonces se separa el balón de calor y se deja enfriar.
4. Cuando el balón esté frío (a temperatura ambiente) se añade agua (aproximadamente 50 mL) poco a poco por las paredes del balón, para disolver todo su contenido y se deja enfriar. Después se transfiere a un matraz aforado de 500 mL, se enfría, enrasa y agita. Esta solución se conserva como “primera dilución” para determinar P, K, Ca y Mg.

b) Determinación del N total por digestión

**Utensilios**

- ♦ Digestor Kjeldahl
- ♦ Beaker o Erlenmeyer de 250 mL
- ♦ Varillas agitadoras
- ♦ Pipetas graduadas de 10 mL o bureta de 25-50 mL
- ♦ Trocitos de piedra pómez

**Reactivos**

- ♦ Solución de NaOH 0.1N, solución de  $H_2SO_4$  0.1N
- ♦ Solución de biftalato de potasio  $[KHC_6H_4(COO)_2]$  0.1N
- ♦ Fenolftaleína indicador, rojo de metilo indicador
- ♦ Solución de NaOH al 45%
- ♦ Preparación de los reactivos
- ♦ Solución de NaOH al 0.1N

Pesar exactamente 4 g de NaOH químicamente puro o su equivalente, según la pureza, y transfíralo a un matraz aforado de 1000 mL. Enrase y agite. Esta solución se valora con una solución estándar (patrón) de biftalato de potasio. Se utiliza fenolftaleína como indicador.

*Solución 0.1N de  $H_2SO_4$ .* Tomar exactamente 9.8 g de  $H_2SO_4$  químicamente puro, lo cual se logra tomando exactamente 5.4 mL de  $H_2SO_4$  de 98 % de pureza y densidad igual a  $1.859 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$  o cantidades equivalentes según la pureza. Transferir el ácido a un matraz aforado de 1000 mL. Añadir agua. Agitar, enrasar y agitar. Esta solución debe ser valorada con una solución patrón de NaOH 0.1N utilizando fenolftaleína como indicador. Ajústela para obtener 0.1N.

Recuerde: Cantidad (mL) de  $H_2SO_4^* = H_2SO_4 \text{ (g)}^* / ((\text{Pureza} / 100) \times \text{Densidad})$

Donde: \* indica= 100 % necesarios

*Solución de biftalato de potasio 0.1N (patrón).* PM= 204.216 (monovalente)  $[\text{KHC}_6\text{H}_4(\text{COO})_2]$

Para preparar la solución patrón de biftalato de potasio, es necesario desecar el reactivo a 120°C durante una hora. Pasado el tiempo se saca y pone a enfriar en desecadora. La pesada se hace de forma ágil para que el reactivo no coja humedad del ambiente. Pesar exactamente 20.4216 g de biftalato de potasio químicamente puro o la cantidad equivalente según la pureza.

Transfíralo de forma cuantitativa y con cuidado a un matraz aforado de 1000 mL

Añadir agua destilada, recientemente hervida y fría para disolver el reactivo

Posteriormente, añadir agua hasta el enrase. Agitar y envasar. Rotular como solución patrón de 0.1N.

*Fenolftaleína indicador.* Pesar 1 g de fenolftaleína y transferirlo a un beaker de 250 mL. Añadir 100 mL de etanol 95 %. Disolver y enrasar.

*Rojo de metilo indicador.* Disolver 0.1 g de rojo de metilo en 60 mL de alcohol (etanol) y después añadir 100 mL de agua.

### **Técnica analítica**

1. Tomar con pipeta 50 mL de la solución problema obtenida en la digestión de la muestra y transferirla a un balón Kjeldahl de 500 mL. Añadir 200 mL de agua y unos pedacitos de piedra pómez para evitar el *booming*.
2. Tomar de 1.5 a 2 mL de solución 0.1N de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ó HCl por cada 1 % de N que tenga la muestra y transfíralo a un Erlenmeyer o beaker de 250 mL. Añada aproximadamente 40-50 mL de agua y cinco gotas del indicador rojo de metilo. El recipiente se coloca en el

*Cuarta parte. Análisis de fertilizantes químicos*

receptor del destilador Kjeldahl, de modo que el tubo de salida del destilador quede dentro de la solución del ácido y cuando se obtenga el destilado el  $\text{NH}_3$  que acompaña, se fije con el ácido y no haya pérdidas.

3. Al balón Kjeldahl que está preparado (no. 1), añadir 30 mL de solución de NaOH al 45 %, colocar en el digestor Kjeldahl, ajustar el tapón, agitar y colocarlo en el destilador.

4. Destilar hasta que todo el  $\text{NH}_3$  del balón haya pasado al beaker o Erlenmeyer colector, lo cual generalmente se logra cuando se haya destilado 150 mL.

5. Terminada la destilación se separa el Erlenmeyer o beaker del destilador (en este momento es necesario lavar el tubo de salida del destilador con un “chorrito” de agua y recogerlo en el recipiente colector). El contenido del recipiente se valora con solución 0.1N de NaOH, el cambio es de rojo a naranja-amarillo.

6. Cálculo. Es necesario tomar como base lo siguiente:

a) El peso de la muestra y parte alícuota que se tomó para hacer la destilación:

Pesada= 2 g de la muestra

Volumen a que se levó= 500 mL equivalente a: 500 mL-  
2 g en 50 mL= 0.2 g

b) Equivalencia de la solución del ácido con N

1 mL de solución de ácido 0.1N= 0.0014 g de N

c) El volumen de ácido 0.1N combinado con el  $\text{NH}_3$  en el proceso de destilación.

mL de ácido 0.1N combinado= mL de ácido 0.1N utilizados-mL de NaOH 0.1N consumidos en la valoración.

Entonces:

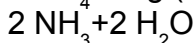
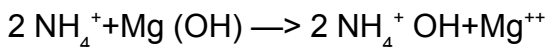
% N= ((0.0014 x mL de ácido 0.1N combinados)/(peso de muestra)) x 100

$$\% N = ((0.0014 \times \text{mL de ácido } 0.1N \text{ combinados}) / (0.2)) \times 100$$

$$\% N = 0.7 \times \text{mL ácido } 0.1 N \text{ combinado}$$

## 4.2. Determinación del nitrógeno amoniacal

*Fundamentación:* La determinación de nitrógeno amoniacal se basa en el desplazamiento que se obtiene cuando iones de  $\text{NH}_4^+$  se ponen en contacto con una base y se forma  $\text{NH}_3$ , el cual en medio alcalino puede desplazarse y ser recogido por destilación y hacerlo reaccionar en el seno de una solución ácida.



### Utensilios

- ♦ Destilador Kjeldahl
- ♦ Beaker o Erlenmeyer de 250 mL
- ♦ Pipeta graduada de 10 mL o bureta de 25-50 mL

### Reactivos

- ♦ MgO en polvo 90-95 % de pureza libre de carbonatos
- ♦ Solución 0.1N de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  o HCl, rojo de metilo indicador

### Preparación de los reactivos

Igual que lo expresado en la determinación de N Total. El MgO debe ponerse en la mufla a 400-500°C durante 30 min para eliminar los carbonatos.

### Técnica analítica

1. Pesar 0.35 g de la muestra del fertilizante y transferirla para un balón Kjeldahl de 500 mL. Añadir 250 mL de agua. Agitar para lograr dispersar el fertilizante y obtener una mezcla homogénea.
2. Tomar en beaker o Erlenmeyer solución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ó HCl equivalente a 2.5-3 mL por cada 1 % de N amoniacal que tenga el fertilizante. Añada cinco gotas del indicador rojo de metilo y 40-50 mL de agua.

Ponga el recipiente en el tubo colector del destilador Kjeldahl, logrando que la salida del tubo colector quede por debajo de la superficie del líquido para evitar pérdidas.

3. Añadir 5 g de MgO libre de carbonatos al balón Kjeldahl, que contiene la muestra y el agua, ajuste el balón al tapón del destilador y póngalo al calor para que se produzca la destilación. La destilación se mantiene hasta que se agota todo el  $\text{NH}_3$  que está en el balón de destilación, lo cual se logra cuando se destilen de 100-150 mL.
  4. Terminado el proceso de destilación se separa el beaker o Erlenmeyer colector del destilado, se lava el tubo de salida con un “chorrito” de agua.
  5. Valore el contenido del beaker o Erlenmeyer utilizando solución 0.1N de NaOH. La valoración termina cuando se obtiene el cambio de rojo a naranja y amarillo. Anote el volumen (mL) consumidos.
  6. Cálculos. Las bases son:
    - a) Peso de la muestra
    - b) 1 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.1N = 0.0014 g de N
    - c) Volumen (mL) de ácido 0.1N combinado con el  $\text{NH}_3$ , lo cual se determina restando al volumen de ácido empleando los mililitros de NaOH 0.1N utilizados en la valoración.
- $\% \text{N} = ((0.0014 \times \text{mL de ácido 0.1N combinados}) / 0.35) \times 100$   
 $\% \text{N} = 0.4 \times \text{mL de ácido 0.1N}$

### **4.3. Determinación de nitrógeno nítrico y amoniacal**

*Fundamentación:* La determinación de nitrógeno nítrico y amoniacal es semejante a la determinación del nitrógeno amoniacal, pero se hace necesario reducir el N de  $\text{NO}_3$  (valencia +5) a  $\text{NH}_3$  (valencia -3), lo cual se obtiene utilizando un elemento reductor, que puede ser Fe o zinc metálico,





sulfuro ferroso o la aleación o mezcla devarda que es un reductor, polvo gris formado por: Cu= 50 %, Al= 45 % y zinc= 5 %. Cuando el nitrógeno nítrico se somete al proceso de reducción en medio alcalino, se puede lograr la reducción y destilación de forma simultánea.

### **Utensilios**

Los mismos utilizados en la técnica de nitrógeno amoniacal.

### **Reactivos**

Los mismos utilizados en la determinación de nitrógeno amoniacal. Además, zinc metálico en polvo, sulfato ferroso ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), aleación devarda

### **Técnica analítica**

1. Pesar 0.35 g de la muestra del fertilizante y transferirla a un balón Kjeldahl de 500 mL. Añada 200 mL de agua. Agitar para mezclar bien.
2. Tomar en beaker o Erlenmeyer solución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ó HCl equivalente a 2.5-3 mL por cada 1 %<sup>2</sup> de N amoniacal que tenga el fertilizante. Añada cinco gotas del indicador Rojo de Metilo y 40-50 mL de agua. Ponga el recipiente en el tubo colector del destilador Kjeldahl, logrando que la salida del tubo colector quede por debajo de la superficie del líquido para evitar pérdidas.
3. Pueden utilizarse una de las dos opciones:
  - a) Añadir 5 g de zinc en polvo y 2 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  y 40 mL de NaOH al 45 %. Conectar el balón al destilador ajustando bien el tapón. Agite y ponga al calor para destilar.
  - b) Añadir 5 g de la aleación devarda y 10 mL de NaOH. Conectar el balón al destilador ajustando bien el tapón. Agite y ponga al calor para destilar.

4. Terminado el proceso de destilación se separa el beaker o Erlenmeyer colector del destilador. Se lava el tubo de salida con un “chorrito” de agua.
5. Valore el contenido del beaker o Erlenmeyer utilizando solución 0.1N de NaOH. La valoración termina cuando se obtiene el cambio de rojo a naranja y amarillo. Anote el volumen (mL) consumido.
6. Cálculos. Las bases son:
  - a) Peso de la muestra
  - b) 1 mL de  $H_2SO_4$  0.1N = 0.0014 g de NVolumen (mL) de ácido 0.1N combinado con el  $NH_3$ , lo cual se determina restando al volumen de ácido empleando los mililitros de NaOH 0.1N utilizados en la valoración.  
 $\% N = ((0.0014 \times \text{mL de ácido 0.1N combinados}) / 0.35) \times 100$   
 $\% N = 0.4 \times \text{mL de ácido 0.1N}$

## **5. DETERMINACIÓN DE FÓSFORO**

En los fertilizantes químicos el fósforo está en forma de  $PO_4HCa$ ,  $(PO_4H_2)_2Ca$  y  $(PO_4)_2Ca_3$ , los cuales son solubles en ácido clorhídrico concentrado y mezcla de HCl y  $HNO_3$ . En los portadores que tienen altos contenidos de  $P_2O_5$ , es necesario hacer las determinaciones precipitando el fósforo como fosfomolibdato de amonio, disolverlo en un medio alcalino y hacer la determinación. En los fertilizantes que tienen contenidos bajos, la determinación puede hacerse por el método colorimétrico. Cuando el  $PO_4H_2$  se pone en presencia del ácido molíbdico y un reductor se forma, el fosfato  $H_3P$  ( $Mo_3O_{14}$ )<sub>4</sub>, que es de color azul, el color que dentro de ciertos límites es proporcional a las concentraciones de P en la solución.



## 5.1. Determinación de fósforo total. Método colorimétrico

### Utensilios

- ♦ Balanza analítica
- ♦ Beaker de 400 y 800 mL
- ♦ Probeta de 50 mL
- ♦ Horno eléctrico o mechero
- ♦ Cápsula de 25 mL o vidrio reloj
- ♦ Espátula o cuchara pequeña
- ♦ Pipeta graduada de 10 mL
- ♦ Matraz aforado de 25, 500 y 1000 mL
- ♦ Fotocolorímetro
- ♦ Papel de filtro

### Reactivos

- ♦ Ácido clorhídrico concentrado
- ♦ Ácido nítrico concentrado
- ♦ Molibdato de amonio 1.5 % en solución de HCl 3.5N
- ♦ Ácido perclórico concentrado
- ♦ Ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico (indicador)
- ♦ 2-4 dinitrofenol (indicador)
- ♦ Ácido clorhídrico solución 4N
- ♦ Hidróxido de amonio solución 4N
- ♦ Fosfato potásico diácido ( $KPO_4H_2$ )
- ♦ Hidróxido de sodio al 45 %

### Preparación de los reactivos

#### *Solución de molibdato de amonio al 1.5 % y HCl 3.5N*

Pesar 15 g de molibdato de amonio y transferirlo a un beaker de 800 mL y añadir 350 mL de agua destilada, agitar, añadir 322 mL de HCl de 34 % de pureza y  $1.17 \text{ g.L}^{-1}$  de densidad o su equivalente que proporcionen 128 g de HCl puro, agitar hasta disolver el molibdato y homogeneizar, transferir el contenido del beaker a un matraz aforado

#### *Cuarta parte. Análisis de fertilizantes químicos*

de 1000 mL, enfriar y añadir agua hasta el enrase, agitar. Esta solución se guarda en pomo ámbar y tiene una duración de hasta dos meses.

#### *Solución indicador de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico*

Pesar 0.5 g de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico, 30 g de bisulfito de sodio y 6 g de sulfito de sodio, transferirlo a un beaker de 500 mL, añadir 250 mL de agua para disolver, dejar en reposo durante la noche y luego filtrar. Esta solución debe emplearse fresca, se conserva en refrigerador o lugar fresco y se prepara cada dos semanas.

#### *Solución de HCl 4N*

Medir 352 mL de HCl de 34 % de pureza y 1.17 de densidad o su equivalente para tener 140 g de HCl puro, transferirlo a un matraz aforado de 1000 mL, añadir agua, enfriar, enrasar y se agita.

#### *Solución de 2-4- dinitrofenol (indicador)*

Tomar 5 g de 2-4-dinitrofenol y transferirlos a un beaker de 250 mL. Añadir 100 mL de agua y agitar. Dejar en reposo por una hora y filtrar. Conservar la solución para utilizarla como indicador.

#### *Solución de hidróxido de amonio 4N*

Tomar 310 mL de  $\text{NH}_4\text{OH}$  de 24 % de pureza en  $\text{NH}_3$  y  $0.912 \text{ g.L}^{-1}$  de densidad o la cantidad equivalente para tener 68 g de  $\text{NH}_3$ , transferirlo a un matraz aforado de 1000 mL, añadir agua destilada, enfriar, enrasar y agitar.

#### *Hidróxido de sodio al 45 %*

Pesar 225 g de NaOH reactivo y transferirlo a un beaker de 500 mL. Añadir 500 mL de agua con probeta. Agite para disolver enfríe y enrase.



## **Confección del gráfico**

Para la determinación de fósforo por el método colorimétrico se prepara un gráfico de 0-4 ppm de P de concentración absoluta (equivalente a 0-20 ppm de P concentración relativa con dilución de 1: 5). Para ello se procede de la forma siguiente:

### **Preparación de la solución estándar de 50 ppm de P** ( $\text{KPO}_4\text{H}_2$ : PM= 136.075)

- ♦ Pesar 0.1098 g de  $\text{KPO}_4\text{H}_2$  químicamente puro o su equivalente según la pureza, previamente secado en la estufa durante tres horas a 105 °C.
- ♦ Se transfiere a un matraz aforado de 500 mL, se añade agua destilada para disolverlo, se agita y enrasa. Se envasa en pomo seco y se titula como solución de  $\text{KPO}_4\text{H}_2$  de 50 ppm de P.

### **Preparación de los patrones para confeccionar el gráfico**

Se preparará un patrón de 5 ppm de P a partir de la solución estándar de 50 ppm de P. Para ello se toman 50 mL con pipeta de esa solución, se transfieren para un matraz aforado de 500 mL. Se añade agua hasta el enrase y se agita. Esta es una solución que tiene una concentración absoluta de 5 ppm de P, equivalente a una concentración relativa de 25 ppm de P para una dilución 1:5. Con esta solución se preparan los patrones para confeccionar el gráfico de 0 a 20 ppm de P (concentración relativa). Se toman 11 matraces aforados de 25 mL y se numeran del 1 al 11, y a cada uno se añade en su orden las cantidades que se expresan en la Tabla 11. Las cantidades correspondientes a cada concentración del patrón se miden en bureta o pipeta de forma exacta y se transfieren a su matraz correspondiente. Se añade agua destilada

*Cuarta parte. Análisis de fertilizantes químicos*

hasta tres cuartas partes del volumen y después se añade lo indicado en el punto 4 de las técnicas analíticas que es:

- 7 gotas de ácido perclórico concentrado
- 7 gotas de molibdato de amonio en solución clorhídrica
- 7 gotas del indicador ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico

Posteriormente se enrasa y se agita, se pone en reposo durante 30 min, de la misma forma que se expresa en la técnica analítica. Pasado el tiempo, se determinan en el fotocolorímetro las lecturas correspondientes a cada concentración (puede ser densidad óptica o transmisión). Con esa información se confecciona el gráfico.

Nota: Para calcular las cantidades de solución patrón a emplear en cada Matraz se utiliza la fórmula:

$$V = C_d \times V_f / C_p$$

Donde:

V= volumen (mL) de la solución patrón

C<sub>d</sub> = concentración deseada de P en ppm

V<sub>f</sub>= volumen final a que se lleva la solución en el matraz

C<sub>p</sub>= concentración de P en ppm de la solución patrón

**Tabla 11. Cantidades (mL) de solución patrón a emplear para preparar 25 mL de los patrones para confeccionar el gráfico**

No.	Concentración relativa de P (ppm)	mL de solución patrón de 25 ppm de P
1	0	0
2	2	2
3	4	4
4	6	6
5	8	8
6	10	10
7	12	12
8	14	14
9	16	16
10	18	18
11	20	20

Ejemplo: Para el punto no. 2

Cd= 2 ppm

Cp= 25 ppm de P

Vf= 25 mL

V= Cd x Vf/Cp V= 2 x 25/25= 2

### **Técnica analítica**

1. Pesar 1 g de la muestra y transferirla a un balón de 400 mL. Añadir 20 mL de HCl concentrado y 10 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado. Agitar para lograr una mezcla homogénea. Poner al calor a ebullición lenta durante 5-10 min. sin permitir que llegue a la sequedad. Pasado el tiempo indicado retirar del calor y dejar que se enfríe.
2. Transferir a un matraz aforado de 500 mL. Enfriar y añadir agua hasta el enrase. Agitar. Dilución 1:500.
3. De la solución obtenida tomar exactamente, con pipeta, 10 mL y transferirlos a un matraz aforado de 500 mL. Añadir agua hasta el enrase. Agitar y filtrar.
4. De esa solución tomar 5 mL y transferirlos a un matraz aforado de 25 mL y añadir agua hasta la mitad de su capacidad. Agite. Añada agua hasta la mitad, se añaden dos gotas de indicador 2-4 de dinitrofenol. Añada NH<sub>4</sub>OH al 45 % gota a gota, agitando hasta que aparezca el color amarillo. A continuación se añade HCl 4N hasta que desaparezca el color amarillo; posteriormente completar el volumen con agua destilada hasta las tres cuartas partes aproximadamente.
5. A continuación se añade en forma sucesiva y agitando cada vez:
  - 10 gotas de ácido perclórico concentrado
  - 10 gotas de solución de molibdato de amonio solución clorhídrica
  - 10 gotas de la solución de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico.

6. Enrase y agite. Deje en reposo durante 15 min.
7. Pasado el tiempo indicado, determine la intensidad del color en el fotocolorímetro utilizando una longitud de onda de 650 mμ o filtro rojo. Con la lectura del colorímetro se determina la concentración de P de la muestra en ppm.
8. Cálculos. Para la cantidad de  $P_2O_5$  se utiliza la siguiente fórmula:

$$P (\%) = 2.5 \times L$$

Donde:

L = concentración de P en ppm de la lectura en la curva  
 $\% P_2O_5 \times 2.29 \times P$

## **5.2. Determinación del fósforo insoluble en agua**

*Fundamentación:* En el análisis de los fertilizantes fosfóricos es muy importante la determinación del fósforo asimilable, que es la suma de los fosfatos  $PO_4HCa$  y  $(PO_4H_2)_2Ca$ . En el proceso analítico se determina el fósforo insoluble, que está formado por el fosfato tricálcico [ $(PO_4)_2Ca_3$ ], se resta al fósforo total y se obtiene el asimilable.

La técnica analítica se basa en someter la muestra del fertilizante a una digestión con citrato de amonio 1N pH 7 durante una hora a 65°C. En esa digestión se solubilizan los fosfatos mono y bicálcico, y queda insoluble el fosfato tricálcico, el cual se separa y se determina por colorimetría.

### **Utensilios**

- ♦ Balanza analítica
- ♦ Baño de María
- ♦ Erlenmeyer de 250 mL con tapón y tubo de reflujo
- ♦ Embudos de 10 cm de diámetro
- ♦ Matraz aforado de 25 y 500 mL
- ♦ Pipeta graduada de 10 mL





- ♦ Beaker de 250-400 y 2000 mL
- ♦ Cápsula de 25 mL o cuchara pequeña
- ♦ Pipeta graduada de 10 mL
- ♦ Calorímetro o espectrofotómetro
- ♦ Tubos para lecturas colorimétricas

### **Reactivos**

- ♦ Citrato de amonio 1N pH 7, rojo fenol indicador
- ♦ Ácido clorhídrico concentrado
- ♦ Ácido nítrico concentrado
- ♦ Solución de citrato de amonio 1N pH 7

### **Preparación:** Hay dos opciones

- ♦ Pesar 185 g de ácido cítrico anhidro ( $\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ ) o 205 g de ácido cítrico monohidratado ( $\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ). Transfíralo a un beaker de 2000 mL y añada 750 mL de agua. Agitar para disolverlo. Después añada 173 mL de hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) de 28-29 % de pureza de  $\text{NH}_3$ . Agite. Enfríe. Ajuste el pH a 7 utilizando el potenciómetro o rojo fenol como indicador.
- ♦ Pesar 226.2 g de citrato de amonio químicamente puro o su equivalente, según la pureza. Transfíralo a un beaker de 1000 mL y añada aproximadamente 300 mL de agua para disolverlo. Cuando esté disuelto, páselo a un matraz aforado de 1000 mL. Enrase y agite. Ajuste el pH a 7 utilizando solución de  $\text{NH}_4\text{OH}$ , solución de ácido cítrico al 5 % con el potenciómetro o utilizando el rojo fenol como indicador.

### ***Rojo fenol indicador***

Disolver 0.1 g de rojo fenol en 15 mL 0.2N de NaOH. Disolver en 200 mL de agua recientemente hervida y fría. Envase en un frasco adecuado.

### **Técnica analítica**

- 1) Pesar 1g de muestra y pasarlo a un Erlenmeyer 250-500 mL. Añada 100 mL de solución de citrato de amonio 1N pH 7. Coloque un tapón con tubo de reflujo y agite.
- 2) Coloque el Erlenmeyer al baño de María a 65 % durante una hora. Agite a intervalos de 10 min. aproximadamente.
- 3) Pasado el tiempo indicado, separe el Erlenmeyer del baño de María. Filtre su contenido a través de un papel de filtro de grano fino y recoja el filtrado en un matraz aforado de 500 mL. Cuando todo el contenido del Erlenmeyer haya pasado para el matraz lávelo tres veces con pequeñas porciones de agua y páselo por el filtro. Posteriormente, lave el residuo que está en el papel de filtro con agua cinco o seis veces es suficiente, procurando no añadir nuevas porciones de agua hasta que la anterior haya pasado totalmente.
- 4) Concluido el proceso separe el embudo del matraz y añada agua hasta el enrase. Agite.
- 5) De la solución obtenida tomar exactamente con pipeta 10 mL y transferirlos a un matraz aforado de 500 mL. Añadir agua hasta el enrase. Agitar y filtrar.
- 6) De esa solución tomar 5 mL, transferirlos a un matraz aforado de 25 mL y añadir agua hasta tres cuartas partes de su capacidad. Agite.
- 7) A continuación se añade en forma sucesiva y agitando cada vez:
  - 10 gotas de ácido perclórico concentrado
  - 10 gotas de solución de molibdato de amonio solución clorhídrica

- 10 gotas de la solución de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico
- 8) Enrase y agite. Deje en reposo durante 15 min.
- 9) Pasado el tiempo indicado determine la intensidad del color en el fotocolorímetro utilizando una longitud de onda de 650 mμ o filtro rojo. Con la lectura del fotocolorímetro se determina la concentración de P de la muestra en ppm.
- 10) Cálculos. Para la cantidad de  $P_2O_5$  se utiliza la siguiente fórmula:

$$P(\%) = 2.5 \times L$$

Donde:

L = concentración de P en ppm de la lectura en la curva  
 $\% P_2O_5 \times 2.29 \times P$

### **5.3. Determinación de fósforo soluble en agua**

*Fundamentación:* El fósforo soluble en agua está formado por fosfatos de ácido  $(PO_4H_2)_2Ca$ . La separación de esos fosfatos del resto contenido en el fertilizante se logra sometiendo las muestras a lavados sucesivos con agua. Después el fósforo se determina por colorimetría de forma semejante al fósforo total.

#### **Utensilios**

- ♦ Matraz aforado de 500 mL
- ♦ Embudos de 10 cm de diámetro
- ♦ Papel de filtro de grano fino
- ♦ Balanza analítica
- ♦ Espátula o cuchara pequeña.

#### **Reactivos**

- ♦ Molibdato de amonio 1.5 % en solución de HCl 3.5N
- ♦ Ácido perclórico concentrado
- ♦ Ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico (indicador)
- ♦ 2-4 dinitrofenol (indicador)

*Cuarta parte. Análisis de fertilizantes químicos*

- ♦ Ácido clorhídrico solución 4 N
- ♦ Hidróxido de amonio solución 4 N
- ♦ Fosfato potásico diácido ( $\text{KPO}_4\text{H}_2$ )
- ♦ Hidróxido de sodio al 45 %.

Técnica analítica

- 1) Pesar 1 g de muestra y transféralo a un matraz aforado de 250 mL. Añadir agua hasta la mitad de su capacidad. Agitar. Posteriormente añadir agua hasta el enrase. Agitar y filtrar.
- 2) Del filtrado tomar 10 mL con pipeta y transferirlo a un matraz aforado de 500 mL. Añadir agua hasta el enrase. Agitar.
- 3) De esa solución tomar 5 mL, transferirlos a un matraz aforado de 25 mL y añadir agua a la mitad de su capacidad. Agite.
- 4) A continuación se añade en forma sucesiva y agitando cada vez:
  - 10 gotas de ácido perclórico concentrado
  - 10 gotas de solución de molibdato de amonio solución clorhídrica
  - 10 gotas de solución de ácido-1 amino-2 naftol-4 sulfónico
- 5) Enrase y agite. Deje en reposo durante 15 min.
- 6) Pasado el tiempo indicado, determine la intensidad del color en el fotocolorímetro utilizando una longitud de onda de 650 nm o filtro rojo. Con la lectura del fotocolorímetro se determina la concentración de P de la muestra en ppm.
- 7) Cálculos: La concentración de fósforo en la muestra se calcula por la siguiente fórmula:  
 $\% P = 1.25 \times L$

Donde:

L: concentración de P obtenida en la lectura de la curva

$$\% P_2O_5 = 2.29 \times P$$

#### **5.4. Análisis de portadores de fósforo. Materias primas o fertilizantes simples**

Las técnicas analíticas para las determinaciones de fósforo dadas en este manual para los fertilizantes químicos pueden ser utilizadas para el análisis de portadores simples tomando en cuenta las siguientes observaciones:

- a) superfosfato sencillo: Puede hacerse el análisis utilizando las técnicas descritas para los fertilizantes químicos sin ningún cambio.
- b) Superfosfato triple: Pueden utilizarse las técnicas analíticas descritas aquí, pero es necesario en todos los casos tomar 0.5 g de muestra.

#### **6. DETERMINACIÓN DE POTASIO TOTAL**

*Fundamentación:* Los portadores o fuentes de potasio utilizados en la producción de fertilizantes, por lo general, son sales solubles en agua ( $KCl$ ,  $K_2SO_4$ ,  $KNO_3$ ) y en el proceso de análisis solo se requiere disolver la muestra en agua y hacer la determinación del K. El método oficial dado por AOAC (1950) para determinar K en los fertilizantes, es obtener cloro platinato de K ( $K_2PtCl_6$ ) que es insoluble en alcohol.

El método más moderno es hacer las determinaciones de K por el espectrofotómetro de llama, tomando como base que al quemar una solución que contiene K da una llama de color rojizo (longitud de onda de 762.5 nm = 7625 Angström). Dentro de ciertos límites, la intensidad del color de la llama es proporcional a la concentración de K en la solución.

En la determinación del K por el método de la llama, la muestra se disuelve en agua, se filtra y después se somete a la llama. Para hacer la evaluación cuantitativa, se prepara un gráfico utilizando soluciones patrones con las concentraciones de K que se correspondan con las necesidades.

### **Utensilios**

- ♦ Fotómetro de llama
- ♦ Balanza analítica
- ♦ Matraz aforado de 50, 100, 250, 500 y 1000 mL
- ♦ Beaker de 15 y 250 mL
- ♦ Embudo de 10 cm de diámetro
- ♦ Papel de filtro de grano fino

### **Reactivos**

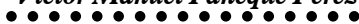
- ♦ Cloruro de potasio (KCl)
- ♦ Solución estándar de 1000 ppm de K
- ♦ Oxalato de amonio  $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$
- ♦ Solución saturada (10 g en 100 mL es suficiente)

### **Preparación de la solución estándar de 1000 ppm de K**

- 1- Pesar 1.9164 g de KCl y 2.555 g de 99.5 % de pureza y desecado en la estufa a 105°C durante tres horas o las cantidades equivalentes para tener 1.9068 g de KCl y 2.5422 g químicamente puro.
- 2- Se transfiere a un matraz aforado de 1000 mL, se añade agua para diluirlo y después se enrasa y se agita. Esta solución tiene una concentración de K de 1000 ppm.

### **Preparación de la solución patrón de 100 ppm de K**

Tome de la solución estándar de 1000 ppm de K, 100 mL (mídalo con pipeta o bureta aforada de 100 mL) y transfíralos a un matraz aforado de 1000 mL, enrase con agua y agite. Esta solución patrón tiene 100 ppm de K.



### Confección de los gráficos de K

Se preparan patrones de 0 a 100 ppm con rango de 10 ppm, es decir, 0, 10, 20, etc. Para ello se utilizan matraces aforados de 25 mL y se marcan con números consecutivos del 2 al 10. En cada uno de ellos se depositan con bureta las cantidades de solución patrón que se indican en la Tabla 12.

**Tabla 12. Cantidades (mL) de la solución patrón de 100 ppm de K a utilizar para preparar 25 mL de los patrones para confeccionar los gráficos de K**

No.	Concentración de K (ppm)	Volumen de la solución patrón de 100 ppm de K
0	agua 0	-
2	10	2.5
3	20	5.0
4	30	7.5
5	40	10
6	50	12.5
7	60	15
8	70	17.5
9	80	20
10	90	22.5
11	100	100 es la solución patrón

Fórmula:  $V = C_d \times V_f / C_p = C_d \times 25 / 100 = C_d \times 0.25$

V= volumen de la solución patrón

Cd= concentración deseada

Cp= concentración del patrón

Vf= volumen final

A los matraces (del 2 al 10) se les añade agua hasta el enrase y se agitan. Se rotulan con sus correspondientes concentraciones de K, se conservan para confeccionar los gráficos.

## **Confección de los gráficos**

Se ajusta el fotómetro según su especificación para el K, con agua destilada y el patrón de 100 ppm de cada catión. Después se lee cada una de las muestras, según el orden del 2 al 10, así como las transmisiones correspondientes y se anotan; con esa información se confecciona el gráfico.

## **Determinación del K**

Se transfiere una porción del extracto de suelo obtenido anteriormente a un beaker, Erlenmeyer o frasco de 15 mL. Se ajusta el fotómetro de la misma forma que cuando se confeccionó el gráfico. La muestra se procesa en el fotómetro y se toma la lectura. Con la lectura de cada muestra se buscan en el gráfico las concentraciones correspondientes y se obtienen los ppm de K. Se calcula la concentración de ese elemento en el fertilizante químico con la siguiente fórmula:

$$K \text{ (ppm)} = 5 \times c$$

Donde:

c = concentración de K obtenida en el gráfico

Reportar los valores de K en  $\text{cmol.kg}^{-1}$  usando la fórmula:

$$K \text{ (cmol.kg}^{-1}\text{)} = K(\text{ppm})/391$$

Nota:

1  $\text{cmol.kg}^{-1}$  de K = 391 ppm de K

## **6.1. Determinación de potasio en fertilizantes completos**

### **Técnica analítica**

1. Pesar 2.5 g y transferirlos a un matraz aforado de 250 mL. Añadir aproximadamente 125 mL de agua y 50 mL de solución saturada de oxalato de amonio, poner al calor a ebullición lenta durante 15-20 min.
2. Cuando pase el tiempo indicado baje el matraz del calor y enfríe o deje enfriarlo. Cuando esté frío, añada





*Cuarta parte. Análisis de fertilizantes químicos*

4. Se transfiere una porción de la solución anterior para un beaker o Erlenmeyer de 15 mL.
5. Se ajusta el fotómetro de llama tomando una solución patrón de 100 ppm de K. Se quema la solución en el fotómetro de llama y se anota la lectura obtenida.
6. Cálculos. Para la cantidad de potasio en la muestra se utiliza la fórmula siguiente:

$$K (\%) = 1.25 \times L$$

Donde:

L = K ppm tomado de la lectura del gráfico.

$$\% K_2O = 1.2 \times \% K$$

Nota:

Deducción de la fórmula:

*Para abonos mezclados*

a) Se toma en cuenta la dilución de la muestra en la que se determina K en el fotómetro

1era. dilución:  $250 \text{ (volumen total)}/2.5 \text{ g (peso de la muestra)} = 100:1$

2da. dilución:  $500 \text{ (volumen total)}/20 \text{ (parte alícuota)} = 2.5:1$

Dilución total = 1ra. dilución x 2da. dilución =  $100 \times 25 = 2500:1$

Entonces, el factor de dilución es 2500

b) Determinar la concentración de K en la muestra tomando en cuenta la lectura del fotómetro y llevar K en ppm a porcentaje.

Por regla de tres:

Lectura K en ppm x dilución \_\_\_\_\_ 1000000

% K \_\_\_\_\_ 100

Donde:

% K = Lectura x dilución x 100/1000000

% K = Lectura x 2500 x 100/1000000

% K = 0.25 x L



**Tabla 14. Pesos atómicos internacionales y símbolos de los elementos químicos (Análisis Químico de Suelos de Jackson, 1970)**

Elemento	Símbolo	No. atómico	Peso atómico
Actinio	Ac	89	227.05
Aluminio	Al	13	26.98
Americio	Am	95	243.00
Antimonio	Sb	51	121.76
Aragón	A	18	39.944
Arsénico	As	33	74.91
Azufre	S	16	32.066
Bario	Ba	56	137.36
Berilio	Be	4	9.013
Bismuto	Bi	83	209.00
Boro	B	5	10.82
Bromo	Br	35	79.916
Cadmio	Cd	48	112.41
Calcio	Ca	20	40.08
Carbono	C	6	12.010
Cerio	Ce	58	140.13
Cesio	Cs	55	132.91
Cloro	Cl	17	35.457
Cobalto	Co	27	58.94
Cobre	Cu	29	63.54
Cromo	Cr	24	52.01
Curio	Cm	96	245.00
Disproscio	Dy	66	162.51
Erbio	Er	68	167.27
Escandio	Sc	21	44.96
Estaño	Sn	50	118.70
Estroncio	Sr	38	87.63
Europio	Eu	63	152.00
Fluor	F	9	19.00
Fósforo	P	15	30.975
Francio	Fa	87	223.00
Gadolinio	Gd	64	157.26
Galio	Ga	31	69.72
Germanio	Ge	32	72.60
Hafnio	Hf	72	178.50
Helio	He	2	4.003
Hidrogeno	H	1	1.008
Hierro	Fe	26	55.85
Holmio	Ho	67	164.94
Indio	In	49	114.82
Iridio	Ir	77	192.20



Kriptón	Kr	36	83.80
Lantano	La	57	138.92
Litio	Li	3	6.940
Lutecio	Lu	71	174.99
Magnesio	Mg	12	24.32
Manganeso	Mn	25	54.94
Mercurio	Hg	80	200.61
Molibdeno	Mo	42	95.95
Neodimio	Nd	60	144.27
Neón	Ne	10	20.183
Neptunio	Np	93	237.00
Niobio	Nb	28	58.69
Níquel	Ni	41	58.71
Nitrógeno	N	7	14.008
Oro	Au	79	197.00
Osmio	Os	76	190.20
Oxígeno	O	8	16.00
Paladio	Pd	46	106.40
Plata	Ag	47	107.880
Platino	Pt	78	195.09
Plomo	Pb	82	207.21
Plutonio	Pu	94	242.00
Protactinio	Pa	91	231.00
Polonio	Po	84	210.00
Potasio	K	19	39.100
Prometio	Pm	61	145.00
Praseodimio	Pr	59	140.92
Radio	Ra	88	226.05
Radón	Rn	86	222.00
Renio	Re	75	186.22
Rodio	Rh	45	102.91
Rubidio	Rb	37	85.48
Rutenio	Ru	44	101.10
Samarario	Sm	62	150.43
Selenio	Se	34	78.96
Silicio	Si	14	28.09
Sodio	Na	11	22.991
Talio	Tl	81	204.39
Tántalo	Ta	73	180.95
Tecnecio	Tc	43	99.00
Telurio	Te	52	127.61
Terbio	Tb	65	158.93
Titanio	Ti	22	47.90
Torio	Th	90	232.05
Tulio	Tm	69	168.94
Uranio	U	92	238.07
Vanadio	V	23	50.95
Wolframio	W	74	183.86
Xenón	Xe	54	131.3
Yodo	I	53	126.91
Yterbio	Yb	70	173.04
Ytrio	Y	39	88.92
Zirconio	Zr	40	91.22
Zinc	Zn	30	65.38
Zirconio	Zr	40	91.22

**Dr.C. Víctor Manuel Paneque**  
**(marzo/1929 - mayo/2007)**



Nació en Manzanillo, provincia Granma, el 10 de marzo de 1929. A los 12 años de edad comenzó a trabajar como obrero agrícola. En el año 1947 se trasladó para La Habana y en 1950 se graduó de Técnico de Motores y de Maestro Agrícola en 1953.

En 1953 ingresó en la Escuela de Agronomía de la Universidad de La Habana. En 1954 comenzó a trabajar como químico del laboratorio de la Fábrica “Productora de Superfosfatos” de Regla.

En 1960 se graduó de Ingeniero Agrónomo y en 1961 de Perito Químico Azucarero.

En el período 1960-1969 trabajó como profesor de las asignaturas de física y química agrícola, suelos y agroquímica y suelos I y II en la Escuela de Agronomía de la Universidad de La Habana, además fue Director de esa Escuela en 1963 y en el período 1967-1969.

En 1969 comenzó un proceso de investigación de mejoramiento de suelos y fertilización para la caña de azúcar en el Valle “Boris Luís Sta. Coloma”.

En 1970 comenzó a trabajar en el Instituto Nacional de Ciencias Agrícolas. En el INCA desarrolló investigaciones sobre mejoramiento y fertilización de suelos Gley Ferralítico, Gley Amarillento y Ferralítico Cuárcíticos, y de fertilización en suelos Ferralíticos Rojos dedicados al cultivo de la caña de azúcar.

En 1977 hizo la defensa de tesis para Candidato a Doctor e Ciencias Agrícolas. En 1981 le fue concedida la categoría de Investigador Titular. Se mantuvo siempre vinculado a la formación pre y postgraduada. Doctor en Ciencias Agrícolas: INCA – MES, 1998.

Los resultados más notables durante su vida en la investigación fueron:

- ★ Introducción de modificaciones al proceso tecnológico de producción de sal amina del ácido 2,4-D (Herbicida Aminol) y de la planta de abono complejo en Cubanito, Matanzas
- ★ Desarrolló el proceso tecnológico para la producción de los herbicidas de los ésteres amílicos y butílicos del ácido 2,4-D a partir de alcoholes amílico y butílico de producción nacional.
- ★ Elaboración de varias técnicas analíticas nuevas para análisis de pesticidas y fertilizantes.

- ★ Establecimiento de la metodología para mejorar suelos Gley Ferráltico basada en la utilización de labores de drenaje y aplicación de cachaza como enmienda orgánica, cuando los suelos son utilizados para el cultivo de la caña de azúcar.
- ★ Establecimiento de las características químicas de los suelos que deben tomarse en cuenta para la aplicación de enmiendas químicas (cal) para suelos ácidos cuando estos son utilizados para el cultivo de la caña de azúcar.
- ★ Determinó que la fosforita cubana dentro de ciertas condiciones, puede sustituir el superfosfato como fuente de fertilizante fosfórico de la caña de azúcar.
- ★ Estableció que contenidos altos de Mg de los suelos Gley Amarillento, no salinos, no afectan el desarrollo y rendimiento de la caña de azúcar.
- ★ Desarrolló investigaciones con la utilización de aguas residuales de la Industria Azucarera y sus Derivados para el Riego de la Caña de Azúcar y Descontaminación del Medio Ambiente, 1981-2003.
- ★ Dirigió la confección de la metodología para la utilización de esas aguas residuales en el riego y fertilización de la caña de azúcar.

## **DISTINCIONES RECIBIDAS**

- ❖ Medalla 250 Aniversario de la Universidad de La Habana
- ❖ 25 Aniversario de la ATAC
- ❖ Distinción Vanguardia Nacional 1986, 1987, 1988, 1990 y 1997
- ❖ Moneda Conmemorativa XX Aniversario del ISCAH
- ❖ Moneda Conmemorativa XXX Aniversario de la Academia de Ciencias de Cuba
- ❖ Sello Conmemorativo del 50 Aniversario de la Fundación de la CTC
- ❖ XV Aniversario de la ANIR - CTC
- ❖ Distinción por el XVI Congreso de la CTC
- ❖ Distinción por el 80 Aniversario del Natalicio de Lázaro Peña
- ❖ Distinción Rafael María de Mendive
- ❖ Distinción por la Educación Cubana
- ❖ Orden Carlos J. Finlay
- ❖ Distinción Jesús Menéndez
- ❖ Distinción por la Producción y la Defensa, MTT
- ❖ Sello Conmemorativo XX Aniversario del INCA
- ❖ Medalla Conmemorativa XXV Aniversario del INCA
- ❖ Moneda Conmemorativa XX Aniversario del ISCAH

Este Manual contiene los procedimientos de análisis químico de suelos, tejido vegetal, abonos orgánicos y fertilizantes químicos más frecuentemente usados en los laboratorios, con el objetivo fundamental de brindar a los técnicos un documento que sea útil para el desarrollo del trabajo analítico.

La primera parte, análisis de suelo, recoge las técnicas analíticas fundamentales para la caracterización de la fertilidad química de los suelos, premisa para determinar las dosis de nutrientes a aplicar según las necesidades de las plantas cultivadas en diferentes suelos.

La segunda parte, análisis de tejido vegetal, describe los procedimientos para la digestión de las muestras de tejido vegetal y las técnicas analíticas para la determinación del contenido total de los macronutrientes primarios.

La tercera parte, análisis de abonos orgánicos, describe cómo preparar la muestra para los análisis químicos y los procedimientos para la determinación de materia orgánica, elementos totales (nitrógeno, fósforo, potasio, calcio y magnesio) y la relación carbono-nitrógeno.

En la cuarta y última parte, análisis de fertilizantes químicos, se presentan los procedimientos para la preparación de las muestras, determinación de la humedad, los ácidos libres, las diferentes formas de nitrógeno (total, nítrico y amoniacal) y fósforo y potasio totales.

Se considera que el Manual también es de utilidad en los Institutos Politécnicos Agrícolas, en las Universidades y Centros de Investigación Agrícolas.

**ISBN 978-959-7023-51-7**

