



GOBIERNO DE CHILE
MINISTERIO DE AGRICULTURA
INIA

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES AGROPECUARIAS

MÉTODOS DE ANÁLISIS RECOMENDADOS PARA LOS SUELOS DE CHILE REVISIÓN 2006

Junio de 2006

Centro Regional de Investigación La Platina
Santiago, de Chile

Autores:

**Angélica Sadzawka R.
María Adriana Carrasco R.
Renato Grez Z.
María De La Luz Mora G.
Hugo Flores P.
Alexander Neaman**

ISSN 0717-4810

SERIE ACTAS INIA - N° 34



GOBIERNO DE CHILE
MINISTERIO DE AGRICULTURA
INIA



SOCIEDAD CHILENA
DE LA CIENCIA DEL SUELO

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES AGROPECUARIAS

MÉTODOS DE ANÁLISIS RECOMENDADOS PARA LOS SUELOS DE CHILE

Revisión 2006

Junio de 2006
Centro Regional de Investigación La Platina

Autores:

ANGÉLICA SADZAWKA R.
INIA, Centro Regional de Investigación La Platina

MARÍA ADRIANA CARRASCO R.
Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Agronómicas

RENATO GREZ Z.
Universidad Austral de Chile, Facultad de Ciencias Forestales

MARÍA DE LA LUZ MORA G.
Universidad de La Frontera, Instituto de Agroindustria

HUGO FLORES P.
INIA, Centro Regional de Investigación La Platina

ALEXANDER NEAMAN
Universidad Católica de Valparaíso, Facultad de Agronomía

Región Metropolitana de Santiago
CHILE, 2006

ISSN 0717-4810

SERIE ACTAS INIA - N° 34

Autores:

Angélica Sadzawka R.

Química Farmacéutica
INIA, Centro Regional de Investigación La Platina

María Adriana Carrasco R.

Química, M.Sc.
Facultad de Ciencias Agronómicas
Universidad de Chile

Renato Grez Z.

Químico, Dr.
Facultad de Ciencias Forestales
Universidad Austral de Chile

María de la Luz Mora G.

Química, Dra.
Instituto de Agroindustria
Universidad de La Frontera

Hugo Flores P.

Estadístico
INIA, Centro Regional de Investigación La Platina

Alexander Reaman

Ph.D. en Ciencia del Suelo
Univesidad Católica de Valparaíso

Cita bibliográfica correcta:

Sadzawka R., A., M.A. Carrasco R., R. Grez Z., M.L. Mora G., H. Flores P. y A. Neaman. 2006. Métodos de análisis de recomendados para los suelos de Chile. Revisión 2006. Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Serie Actas INIA N° 34, Santiago, Chile, 164p.

© 2006, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, INIA.
INIA-La Platina, Santa Rosa N° 11.610, La Pintana, Santiago de Chile.
Casilla 439/3, Código postal 708 3150, Teléfono (2) 7575202, Fax 5417667

ISSN 0717-4810

Prohibida la reproducción total o parcial de esta obra sin el permiso del Instituto de Investigaciones Agropecuarias (INIA), Ministerio de Agricultura

Diseño y diagramación: Jorge Berríos V.
Impresión: Imprenta Salesianos S.A.
Cantidad de ejemplares: 500

Santiago, Chile, 2006.

INTRODUCCIÓN

Los “**Métodos recomendados para los suelos de Chile**” es un manual de laboratorio preparado por los integrantes de la Comisión de Normalización y Acreditación (CNA) de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo:

Angélica Sadzawka R.

Química Farmacéutica
Instituto de Investigaciones Agropecuarias
Centro Regional de Investigación La Platina

María Adriana Carrasco R.

Química, MSc.
Universidad de Chile
Facultad de Ciencias Agronómicas

Renato Grez Z.

Químico, Dr.
Universidad Austral de Chile
Facultad de Ciencias Forestales

María de la Luz Mora G.

Química, Dra.
Universidad de la Frontera
Instituto de Agroindustria

Hugo Flores P.

Estadístico
Instituto de Investigaciones Agropecuarias
Centro Regional de Investigación La Platina

Alexander Neaman

Ph.D. en Ciencia del Suelo
Universidad Católica de Valparaíso
Facultad de Agronomía

Esta publicación es la revisión 2006 de los métodos de análisis de suelos que la CNA recomienda para los suelos de Chile y en la que se han actualizado e incorporado nuevos métodos analíticos. Por lo tanto, reemplaza a ***Métodos de análisis de suelos recomendados para los suelos chilenos, Revisión 2004.***

El propósito de esta publicación es documentar la metodología y servir como una referencia para los analistas, ya que los métodos se describen con suficiente detalle para que puedan ser realizados en los laboratorios sin referencias a otras fuentes.

8	AZUFRE	83
8.1	Extracción con solución de dihidrógeno fosfato de calcio 0,01 mol/L y determinación turbidimétrica	83
8.2	Extracto de saturación y determinación por colorimetría con cromato de bario	89
9	CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA	95
9.1	Extracto de saturación y determinación por conductivimetría	95
9.2	Extracto 1:5 y determinación por conductivimetría	101
10	RELACIÓN DE ADSORCIÓN DE SODIO (RAS) Y PORCENTAJE DE SODIO INTERCAMBIABLE (PSI)	107
10.1	Extracto de saturación	107
11	BORO	111
11.1	Extracción con solución de CaCl_2 0,01 mol/L a ebullición y determinación colorimétrica con azometina-H.	111
11.2	Extracto de saturación y determinación colorimétrica con azometina-H.	117
12	CARBONATO Y BICARBONATO	123
12.1	Extracto de saturación y determinación por titulación potenciométrica con ácido	123
13	CLORURO	127
13.1	Extracto de saturación y determinación por titulación potenciométrica con nitrato de plata	127
13.2	Extracto de saturación y determinación por titulación manual con nitrato de plata	135
14	NITRÓGENO	141
14.1	Digestión Kjeldahl	145
14.1.1	Destilación de NH_3 y determinación por titulación	145
14.2	Extracción con cloruro de potasio 2 mol/L, destilación de NH_3 y determinación por titulación	149

15	REQUERIMIENTO DE ENCALADO Y CAPACIDAD	
	TAMPÓN DE pH (CTpH)	155
15.1	Incubación con KOH a 60°C por 24 h.	155
16	CAPACIDAD DE INTERCAMBIO DE CATIONES	161
16.1	Capacidad de intercambio de cationes efectiva (CICE)	161
16.1.1	Suma de cationes	161

1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

1.1 SECADO AL AIRE, FRACCIÓN < 2mm

1 Principio y alcance

- 1.1 El objetivo de la preparación es homogeneizar la muestra de suelo para ser usada en los análisis químicos y físicos. Estos análisis generalmente se realizan en la fracción fina de suelo (< 2 mm), la cual se ha secado a una temperatura no superior a $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, hasta masa constante, constituyendo lo que se denomina "suelo seco al aire". Las ventajas de usar el suelo seco al aire consisten en que generalmente posee un contenido de humedad óptimo para manipularlo y procesarlo, la masa de suelo seco al aire permanece relativamente constante y la actividad microbiana es baja durante el almacenaje.

Nota 1

El secado de la muestra en una estufa a $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ es preferible al secado a temperatura ambiente porque el aumento en la velocidad de secado limita los cambios debidos a la actividad microbiana.

- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de suelos, excepto si un método analítico en particular establece que debe adoptarse otro sistema de preparación de la muestra.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Martillo de madera o de otra superficie suave, o tapón de goma.
2.2 Bandejas.
2.3 Láminas de plástico.
2.4 Estufa con circulación de aire capaz de mantener una temperatura de $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ (no indispensable).
2.5 Tamiz de acero inoxidable o de otro material inerte, de orificios de 2 mm.
2.6 Mortero y pistilo de porcelana.
2.7 Bolsas o frascos de plástico con tapa para almacenar las muestras.
2.8 Mortero y pistilo de ágata.
2.9 Tamiz de acero inoxidable o de otro material inerte, de orificios de 0,5 mm o de otro tamaño especificado en el método de análisis.

3 Procedimiento

- 3.1 Homogeneizar bien la muestra de terreno, disgregando los terrones manualmente o mediante presión con un martillo de madera o un tapón de goma (2.1) y eliminando las piedras y los residuos vegetales de mayor tamaño, tales como raíces gruesas.

Nota 2

En el caso de suelos arcillosos, secar previamente la muestra hasta alcanzar un grado de humedad que permita una fácil desintegración de los terrones.

- 3.2 Separar una fracción de al menos 500 g de la muestra de terreno (en adelante muestra de laboratorio o simplemente muestra de suelo), esparcirla sobre una bandeja (2.2) cubierta con una lámina de plástico (2.3). El espesor de la capa de muestra no debe ser superior a 15 mm.
- 3.3 Secar la muestra al aire, dejando la bandeja en un ambiente ventilado libre de contaminación, o bien en estufa (2.4) a una temperatura no superior a $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, hasta que la pérdida de masa no sea mayor del 5% en 24 horas.
- 3.4 Tamizar la muestra a través del tamiz de 2 mm (2.5). Los terrones que no pasan por el tamiz se disgregan (no se muelen) en un mortero (2.6) y se tamiza nuevamente. Los fragmentos orgánicos y grava que permanecen en el tamiz se eliminan, a menos que se requiera conocer el porcentaje de grava.
- 3.5 La muestra de fracción < 2 mm se homogeniza y se almacena en una bolsa o frasco plástico (2.7) y constituye la muestra de suelo seco al aire que se somete a los procedimientos analíticos usuales. El remanente de la muestra de terreno se almacena en una bolsa plástica y permanece como contramuestra.

Nota 3

Si la cantidad de muestra es excesiva para almacenarla, obtener una submuestra mediante el sistema de cuarteo. Esto es, esparcir la muestra formando una capa delgada, dividirla en cuatro porciones iguales, combinar dos de las cuatro porciones diagonales, descartando las otras dos. Repetir este procedimiento hasta obtener la cantidad deseada de muestra de suelo.

- 3.6 En algunos análisis se recomienda el uso de material $< 0,5$ mm. Para este propósito, moler en un mortero de ágata (2.8) alrededor de 5 g a 10 g de muestra < 2 mm y pasarla **totalmente** a través de un tamiz de 0,5 mm (2.9) o de otro tamaño especificado en el método de análisis.

Nota 4

Para la determinación de algunas propiedades que requieren de extracciones químicas, no se debe moler más allá de 2 mm debido a que aumenta la superficie específica y, por lo tanto, la reactividad de la muestra.

4 Bibliografía

- 4.1 ISO 11464. 1994. Soil quality. Pretreatment of samples for physico-chemical analyses. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland. 9p.
- 4.2 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.

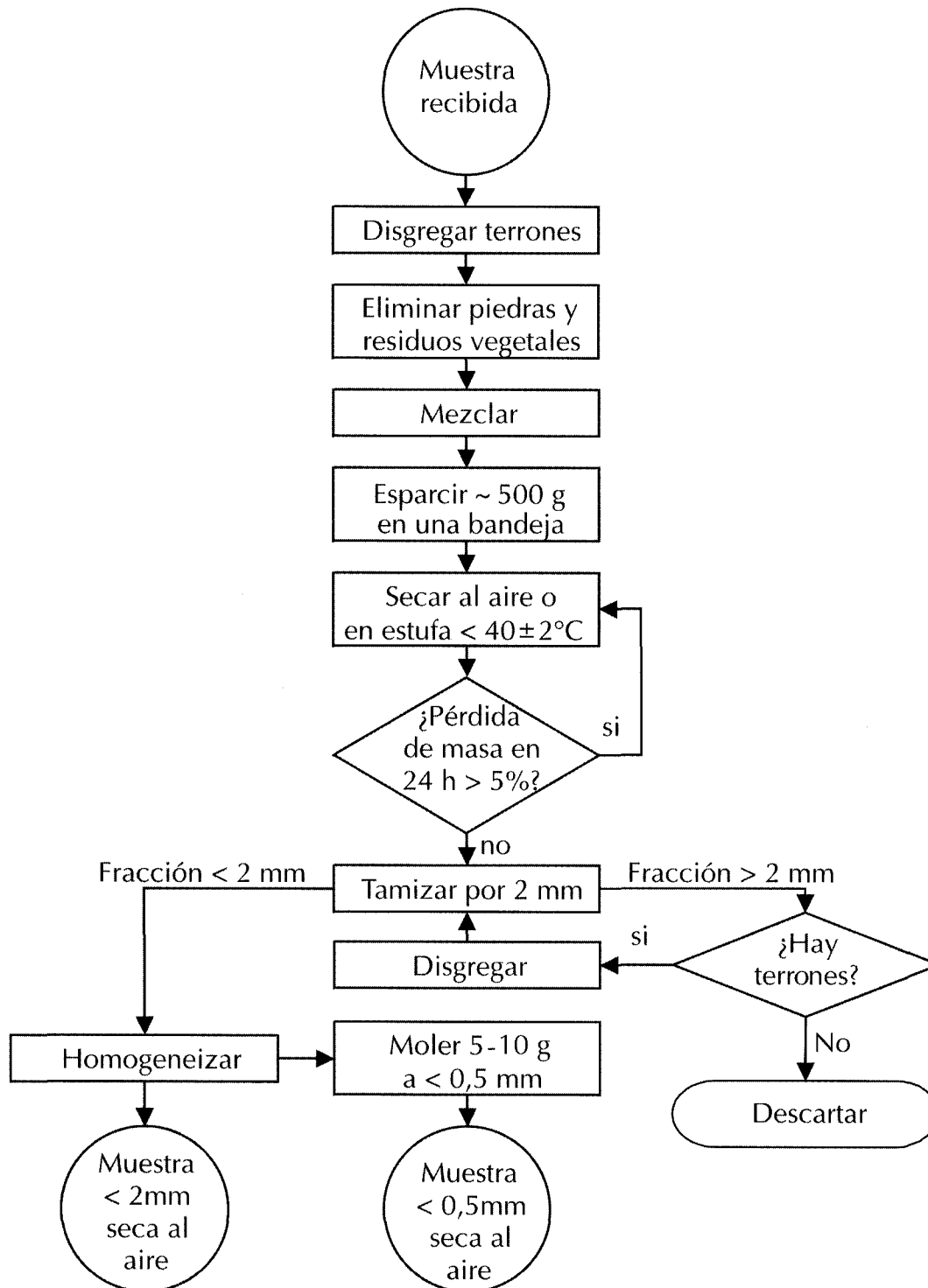


Figura 1.1-1. Diagrama de flujo del Método 1.1

2 CONTENIDO DE AGUA

2.1 PÉRDIDA DE MASA A $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra de suelo se seca a una temperatura de $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ hasta masa constante. La diferencia en la masa de suelo antes y después del secado se usa para calcular el contenido de agua.

Nota 1

Se asume que la pérdida de masa del suelo a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ es agua; sin embargo, en algunos suelos, una parte de la materia orgánica se descompone a esa temperatura y en otros, algunos minerales, como el yeso, pierden agua de cristalización.

- 1.2 El contenido de agua permite calcular el factor de corrección por humedad (Fh) (4.2), el cual se usa tanto para corregir los resultados de análisis que dependen de la masa, a una base común de suelo seco a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, como para calcular la masa de muestra seca al aire que es equivalente a una masa requerida de suelo seco a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ (4.3) o viceversa (4.4).
- 1.3 Este método es aplicable a todos los suelos.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Estufa para secado, de preferencia con ventilación forzada de aire, capaz de mantener una temperatura de $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.
- 2.2 Recipientes de metal o vidrio con tapa hermética, capacidad de 25 mL a 100 mL.
- 2.3 Desecador con un agente secante activo.
- 2.4 Balanza de precisión con una exactitud de 0,01 g.

3 Procedimiento

- 3.1 Pesar 10 g a 20 g (exactitud 0,01 g) de muestra seca al aire y $< 2\text{mm}$ (Método 1.1) en un recipiente con tapa (2.2) limpio, seco y pre-pesado.
- 3.2 Colocar en la estufa (2.1) y secar destapado a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ hasta masa constante.

Nota 2

Se entiende por masa constante a la masa alcanzada cuando, durante el proceso de secado, la diferencia entre dos pesadas sucesivas de la muestra fría, con un intervalo de 4 horas entre ellas, no excede del 0,1 % de la última masa determinada. Para la mayoría de los suelos, 16 a 24 horas son suficientes para alcanzar una masa constante.

- 3.3 Retirar de la estufa, tapar y enfriar en desecador (2.3) por al menos 45 minutos.
- 3.4 Sacar del desecador y pesar inmediatamente con una exactitud de 0,01 g.

Nota 3

Terminado el análisis, el suelo seco residual puede usarse para determinar el contenido de materia orgánica (Método 7.1 o Método 7.2).

4 Cálculos

4.1 Calcular el contenido de agua del suelo según:

$$\text{Agua (\%)} = \frac{a - b}{b - c} \times 100$$

donde:

- a = masa en g del suelo seco al aire + recipiente
- b = masa en g del suelo seco a 105°C ± 5°C + recipiente
- c = masa en g del recipiente

Nota 4

Debido a que el cálculo está en base al suelo seco a 105°C ± 5°C, el contenido de agua puede ser mayor de 100%.

4.2 Calcular el factor de corrección por humedad (Fh) según:

$$Fh = \frac{100 + \text{Agua (\%)}}{100}$$

donde:

- Agua (%) = contenido de agua (4.1)

Nota 5

Para expresar en base a suelo seco a 105°C ± 5°C, los resultados de los análisis que dependen de la masa y que se calculan en base a suelo seco al aire, se deben multiplicar por Fh.

4.3 Si se requiere la masa de suelo seco al aire equivalente a una masa de suelo seco a 105°C ± 5°C, calcularla según:

$$\text{Masa de suelo seco al aire} = (\text{masa de suelo seco a } 105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}) \times Fh$$

donde:

- Fh = factor de corrección por humedad (4.2)

Nota 6

Con el objeto de poder comparar los resultados entre los análisis de suelos en algunas técnicas de extracción, es necesario pesar exactamente la cantidad de muestra recomendada por la técnica. Ello se logra cuando la pesada se corrige en forma previa al análisis, haciendo reaccionar la masa de suelo seco al aire equivalente a su masa seca a 105°C ± 5°C. De esta manera se asegura que en todos los casos, aún cuando las muestras pudiesen tener distinto grado de agua residual, la relación suelo:solución se mantiene, tanto entre los distintos suelos de una misma serie, como entre diferentes series.

Ejemplo: Se requiere pesar el equivalente de 5,00 g de suelo seco a 105°C ± 5°C de una muestra con un Fh de 1,15, la cantidad a pesar sería de 5,00 x 1,15 = 5,75 g de suelo seco al aire.

Dado que esto obliga a conocer el Fh antes de pesar las cantidades requeridas en las distintas técnicas, y luego corregir cada pesada, los laboratorios dedicados a análisis de rutina y que procesan muchas muestras al día verían disminuida su capacidad de trabajo. **Esto puede obviarse pesando directamente el suelo seco al aire, cuando éste haya alcanzado un contenido de agua residual inferior al 5% (Fh < 1,05)**, determinada en muestras representativas de la partida que el personal calificado haya estimado que cumple con el requisito. Si el contenido de agua residual no es inferior a este valor, las muestras deben secarse por un período adicional, ya sea al aire o en estufa con circulación forzada de aire, a no más de 40°C ± 2°C.

4.4 Si se requiere, calcular la masa de suelo seco a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ equivalente a una masa de suelo seco al aire según:

$$\text{Masa de suelo seco a } (105 \pm 5)^{\circ}\text{C} = \frac{\text{masa de suelo seco al aire}}{F_h}$$

donde:

F_h = factor de corrección por humedad (4.2)

5 Informes

Normalmente, el contenido de agua de la muestra seca al aire y el factor de corrección por humedad no se informan.

6 Repetibilidad

La repetibilidad de las mediciones de duplicados separados debería satisfacer las condiciones dadas en el Cuadro 2.1-1 (ISO 11465).

Cuadro 2.1-1. Repetibilidad

Contenido de agua (%)	Variación aceptable
$\leq 4,0$	0,2 %
$> 4,0$	0,5 %

7 Reproducibilidad

No se dispone de información.

8 Bibliografía

- 8.1 ISO 11465. 1993. Soil quality. Determination of dry matter and water content on a mass basis - Gravimetric method. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland. 3p.
- 8.2 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 8.3 USDA (United States Department of Agriculture). 1996. Soil survey laboratory methods manual. Soil Survey Investigations Report N° 42. Version 3.0. U.S. Department of Agriculture, Washington DC, USA, 693 p.

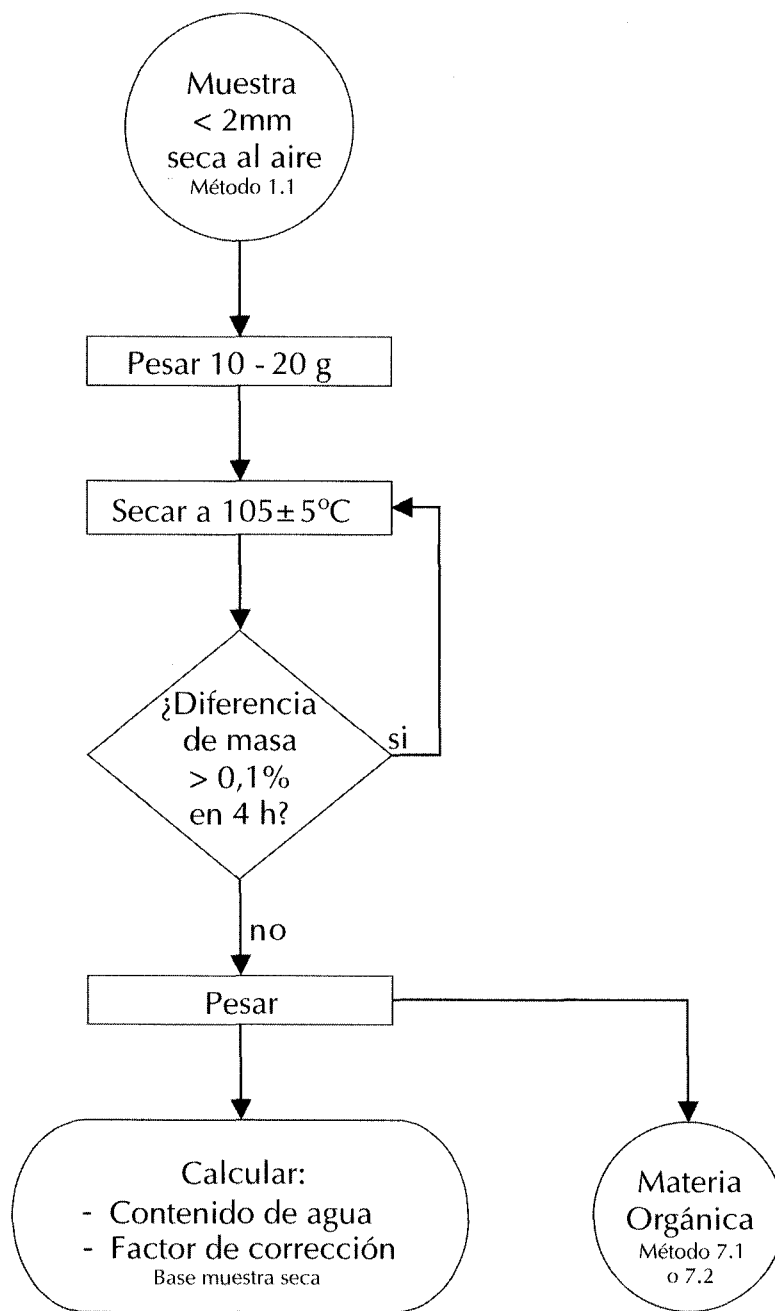


Figura 2.1-1. Diagrama de flujo del Método 2.1.

3 pH

3.1 SUSPENSIÓN Y DETERMINACIÓN POTENCIOMÉTRICA

1 Principio y alcance

- 1.1 Se prepara una suspensión de suelo con agua o con solución de cloruro de potasio 1 mol/L o con solución de cloruro de calcio 0,01 mol/L, en una proporción suelo:solución de 1:2,5, y en el sobrenadante se determina el valor del pH-H₂O, pH-KCl y/o pH-CaCl₂ con un medidor de pH.

Nota 1

Para la Taxonomía de Suelos, los pH-H₂O y pH-KCl se determinan en una suspensión de proporción suelo : solución de 1:1 y el pH-CaCl₂ en suspensión 1:2.

En los suelos orgánicos (carbono orgánico ≥ 20%), el pH se determina en una relación suelo:solución de 3:50.

- 1.2 Este método es aplicable a todos los tipos de suelos.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Agitador o varillas de vidrio o de plástico.
- 2.2 Medidor de pH con ajuste de pendiente y control de temperatura.
- 2.3 Electrodo de vidrio y de referencia o electrodo combinado.
- 2.4 Termómetro.
- 2.5 Recipientes de vidrio o plástico de al menos 100 mL de capacidad.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 2 según la NCh426/2 ($CE \leq 0,5$ mS/m a 25°C) y con un pH > 5,6.

- 3.1 Solución de cloruro de calcio, CaCl₂, 0,01 mol/L.
Disolver 1,47 g de cloruro de calcio dihidrato, CaCl₂·2H₂O, en agua y diluir a 1000 mL.
- 3.2 Solución de cloruro de potasio, KCl, 1 mol/L.
Disolver 74,5 g de cloruro de potasio, KCl, en agua y diluir a 1000 mL.
- 3.3 Soluciones tampones de pH 4,00, 7,00 y 9,22 (o similares).
Disponibles en el comercio

4 Procedimiento

4.1 Pesar 20 g (exactitud 1 g) de muestra seca al aire y < 2 mm (Método 1.1), en un recipiente (2.5).

Nota 2

En los suelos orgánicos (carbono orgánico $\geq 20\%$) pesar 3 g (exactitud 0,1 g) de muestra.

4.2 Agregar 50 mL de agua, o de solución de CaCl_2 0,01 mol/L (3.1), o de solución de KCl 1 mol/L (3.2), cuya temperatura debe estar entre 20°C y 25°C.

4.3 Agitar vigorosamente la suspensión durante 5 min usando el agitador (2.1) y dejar reposar al menos 2 h pero no más de 24 h.

Alternativa: Agitar en forma manual, y periódicamente durante 2 h, con la ayuda de una varilla de vidrio o de plástico.

4.4 Calibrar el medidor de pH siguiendo las instrucciones del fabricante y usando dos soluciones tampones, la de pH 7,00 y una de las siguientes: pH 4,00 o pH 9,22, dependiendo del rango de pH de las muestras.

4.5 Si los electrodos no cuentan con termocompensador, medir la temperatura de la suspensión y cuidar que no difiera en más de 1°C de la temperatura de las soluciones tampones que deben estar a una temperatura de 20°C a 25°C.

4.6 Agitar la suspensión e inmediatamente introducir los electrodos (2.3).

4.7 Leer el pH una vez estabilizada la lectura y anotar el valor con dos decimales.

Nota 3

La lectura puede considerarse estable cuando el pH medido en un período de 5 s varía en no más de 0,02 unidades. El tiempo requerido para la estabilización generalmente es de 1 min o menos, pero puede depender de numerosos factores, incluyendo:

- el valor del pH (en suelos alcalinos es más difícil alcanzar la estabilización de la lectura del pH);
- la calidad y antigüedad del electrodo de vidrio;
- las diferencias de pH entre las muestras de una serie;
- la mezcla mecánica de la suspensión antes de la medición de pH puede ayudar a lograr lecturas estables en un menor tiempo.
- el tipo de solución, la estabilización de la lectura se alcanza más rápidamente en soluciones de CaCl_2 o de KCl que en agua.

Nota 4

En las muestras con alto contenido de materia orgánica y/o arcilla puede ocurrir el efecto de suspensión. En los suelos calcáreos la suspensión puede adsorber dióxido de carbono. En estas circunstancias y en los suelos con bajos contenidos de sales solubles es difícil alcanzar un pH estable.

5 Informes

5.1 Informar las lecturas obtenidas en 4.7, sin unidades con un decimal, como:

- pH- H_2O , relación 1:2,5 (o 1:1 o 3:50) =
- pH-KCl, relación 1:2,5 (o 1:1 o 3:50) =
- pH- CaCl_2 , relación 1:2,5 (o 1:1 o 3:50) =

6 Repetibilidad

6.1 La repetibilidad de los análisis de pH-H₂O, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 3.1-1.

Cuadro 3.1-1. Repetibilidad* de la determinación de pH-H₂O

Muestra Nº	Nº de laboratorios participantes	Nº de resultados aceptados	Media	Desviación estándar de la repetibilidad (s_r)	Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	Límite de repetibilidad ($r = 2,8 \times s_r$)
1	19	38	4,77	0,020	0,42	0,06
2	22	44	4,93	0,045	0,91	0,13
3	17	34	5,12	0,018	0,36	0,05
4	22	44	5,37	0,038	0,71	0,11
5	21	42	5,40	0,028	0,53	0,08
6	23	46	5,56	0,067	1,20	0,19
7	20	38	5,64	0,030	0,53	0,08
8	16	32	5,75	0,044	0,76	0,12
9	15	30	7,54	0,033	0,44	0,09
10	19	38	7,72	0,033	0,43	0,09
11	22	44	7,75	0,035	0,45	0,10
12	20	40	7,99	0,025	0,31	0,07
13	10	20	8,53	0,018	0,22	0,05

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

6.2 La repetibilidad de los análisis de pH-CaCl₂, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2002 y 2005, se presenta en el Cuadro 3.1-2.

Cuadro 3.1-2. Repetibilidad* de la determinación de pH-CaCl₂

Muestra Nº	1	2	3	4	5	6	7
Nº de laboratorios participantes	18	21	19	19	18	9	19
Nº de resultados aceptados	36	42	38	36	36	18	38
Media	4,33	4,67	4,77	4,96	7,29	7,69	7,86
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,011	0,016	0,012	0,022	0,031	0,016	0,033
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	0,24	0,35	0,25	0,44	0,42	0,21	0,42
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,03	0,05	0,03	0,06	0,09	0,04	0,09

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

6.3 La repetibilidad de los análisis de pH-KCl, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Wageningen Agricultural University en 1990 (ISO 10390), se presenta en el Cuadro 3.1-3.

Cuadro 3.1-3. Repetibilidad* de la determinación de pH-KCl

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	30	30	30	30	30
N° de resultados aceptados	60	60	60	60	60
Media	4,16	4,88	7,49	7,51	7,68
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,056	0,066	0,076	0,067	0,054
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	1,34	1,36	1,03	0,89	0,71
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,16	0,19	0,21	0,19	0,15

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 10390)

7 Reproducibilidad

7.1 La reproducibilidad de los análisis de pH-H₂O, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 3.1-4.

Cuadro 3.1-4. Reproducibilidad* de la determinación de pH-H₂O

Muestra N°	N° de laboratorios aceptados	N° de resultados rechazados	Media	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	50	0	4,59	0,140	3,1	0,39
2	38	0	4,77	0,075	1,6	0,21
3	56	1	4,91	0,143	2,9	0,40
4	25	0	4,92	0,142	2,9	0,40
5	76	3	4,94	0,090	1,8	0,25
6	19	0	5,08	0,080	1,6	0,22
7	59	2	5,13	0,119	2,3	0,33
8	83	1	5,17	0,118	2,3	0,33
9	49	0	5,28	0,184	3,5	0,52
10	73	1	5,41	0,093	1,7	0,26
11	62	2	5,41	0,099	1,8	0,28
12	40	0	5,48	0,163	3,0	0,46
13	47	1	5,51	0,110	2,0	0,31
14	51	0	5,57	0,148	2,6	0,41
15	62	2	5,61	0,089	1,6	0,25
16	38	2	5,77	0,202	3,5	0,57
17	19	0	6,77	0,201	3,0	0,56

continuación cuadro 3.1-4

18	19	0	6,94	0,100	1,4	0,28
19	19	1	7,51	0,118	1,6	0,33
20	46	1	7,55	0,126	1,7	0,35
21	58	0	7,70	0,179	2,3	0,50
22	49	0	7,76	0,164	2,1	0,46
23	11	0	7,92	0,100	1,3	0,28
24	32	0	7,96	0,159	2,0	0,44
25	40	0	7,99	0,122	1,5	0,34
26	40	0	8,06	0,153	1,9	0,43
27	11	0	8,33	0,329	3,9	0,92
28	18	0	8,43	0,128	1,5	0,36
29	33	0	8,49	0,152	1,8	0,43
30	24	1	8,62	0,153	1,9	0,43

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

7.2 La reproducibilidad de los análisis de pH-CaCl₂, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2002 y 2005, se presenta en el Cuadro 3.1-5.

Cuadro 3.1-5. Reproducibilidad* de la determinación de pH-CaCl₂

Muestra Nº	Nº de laboratorios aceptados	Nº de resultados rechazados	Media	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	36	0	4,33	0,053	1,2	0,15
2	18	0	4,50	0,067	1,5	0,19
3	57	4	4,66	0,036	0,8	0,10
4	77	1	4,70	0,052	1,1	0,15
5	39	0	4,77	0,039	0,8	0,11
6	20	0	4,95	0,045	0,9	0,13
7	57	3	4,96	0,043	0,9	0,12
8	18	0	6,62	0,197	3,0	0,55
9	18	0	6,76	0,127	1,9	0,36
10	55	0	7,29	0,122	1,7	0,34
11	19	0	7,44	0,097	1,3	0,27
12	36	2	7,88	0,093	1,2	0,26

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

7.3 La reproducibilidad de los análisis de pH-KCl, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Wageningen Agricultural University en 1990 (ISO 10390), se presenta en el Cuadro 3.1-6.

Cuadro 3.1-6. Reproducibilidad* de la determinación de pH-KCl

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de resultados aceptados	60	60	60	60	60
N° de resultados no aceptados	0	0	0	0	0
Media	4,16	4,88	7,49	7,51	7,68
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,127	0,129	0,190	0,185	0,179
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	3,06	2,64	2,54	2,46	2,33
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	0,36	0,36	0,53	0,52	0,50

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 10390)

8 Bibliografía

- 8.1 AOAC. 1995. Official methods of analysis of AOAC international. 16^a Ed. Volume I. Method 973.04. AOAC International, Virginia, USA.
- 8.2 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 42 p.
- 8.3 ISO 10390. 1994. Soil quality. Determination of pH. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 5 p.
- 8.4 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 8.5 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 8.6 Thomas, G.W. 1996. Soil pH and soil acidity. p. 475-490. In: Sparks, D.L. (Ed.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical Methods. Number 5 in the Soil Science Society of America Book Series. Soil Science Society of America, Inc., American Society of Agronomy, Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1390 p.

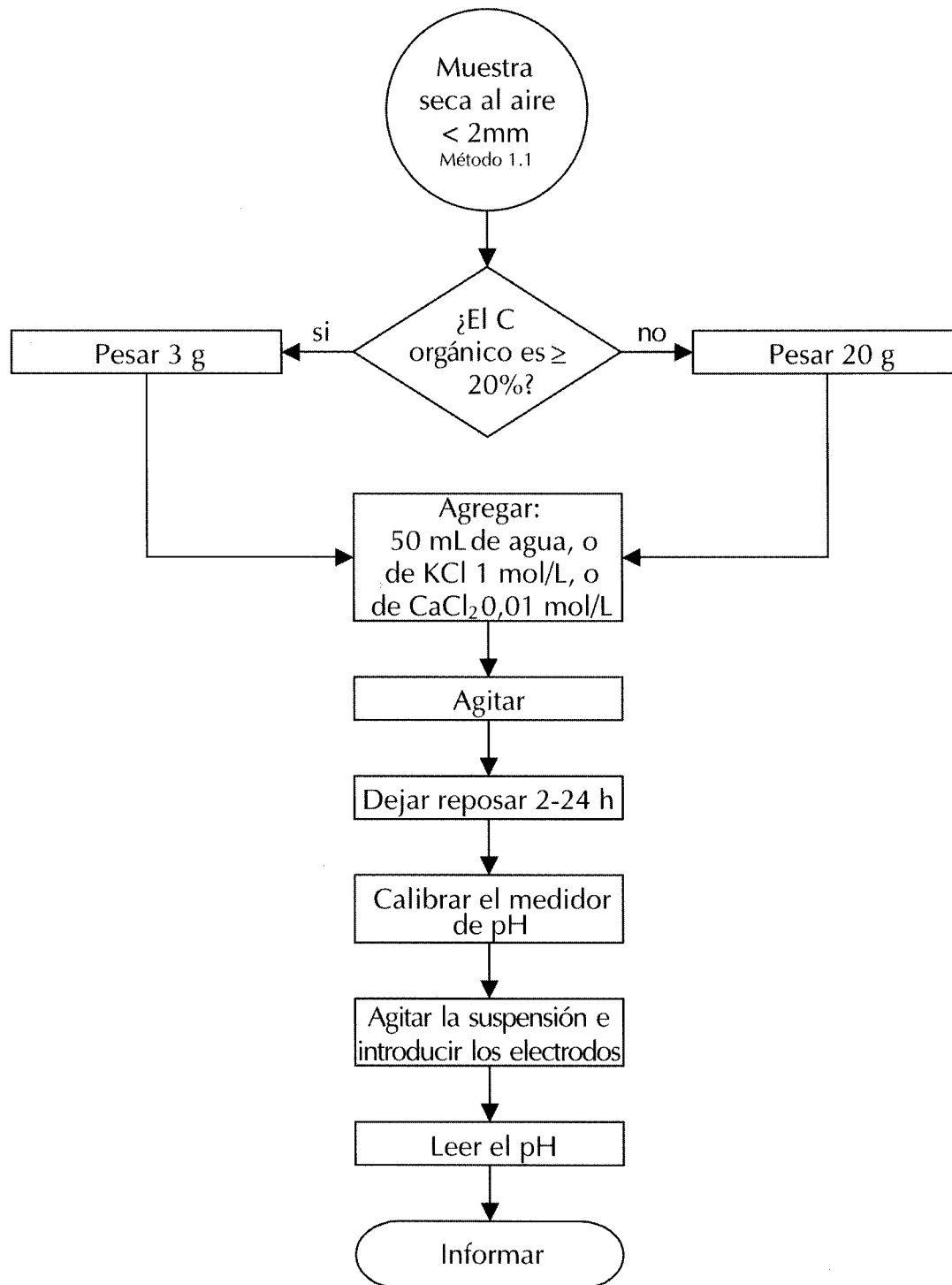


Figura 3.1-1. Diagrama de flujo del Método 3.1.

4 CALCIO, MAGNESIO, POTASIO Y SODIO

4.1 EXTRACCIÓN CON SOLUCIÓN DE ACETATO DE AMONIO 1 mol/L A pH 7,0 Y DETERMINACIÓN POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN Y EMISIÓN ATÓMICA, CON LANTANO

1 Principio y alcance

- 1.1 La solución de acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0 extrae del suelo los cationes solubles, intercambiables y provenientes de calcita, dolomita y yeso. En el extracto se determina, con llama de aire-acetileno, Ca y Mg por espectrofotometría de absorción atómica (EAA) y K y Na por espectrofotometría de emisión atómica (EEA).

Nota 1

Los átomos de Ca y de Mg tienden a formar, en la llama de aire-acetileno, compuestos refractarios, especialmente con fosfato y aluminio, y los átomos de K y de Na están sujetos a interferencias de ionización. Para minimizar estos problemas se agrega lantano como agente supresor.

La determinación de K y Na en el extracto también puede realizarse por espectrofotometría de absorción atómica.

Puede usarse espectrofotometría de emisión atómica de plasma por acoplamiento inductivo (EEA-PAI) como un método alternativo para la determinación de calcio, magnesio, potasio y sodio en el extracto.

- 1.2 Este método es aplicable en todos los tipos de suelos. Solamente en suelos no calcáreos, no yesíferos y de baja salinidad ($CE < 0,5$ dS/m), se puede asumir que las cantidades de calcio, magnesio, potasio y sodio extraídas corresponden a las formas intercambiables.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Envases de plástico de base cuadrada, de 150 mL.
2.2 Agitador recíproco.
2.3 Espectrofotómetro de absorción atómica (EAA) con lámparas de Ca y Mg.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 ($CE \leq 0,2$ mS/m a 25°C).

- 3.1 Solución de acetato de amonio, CH_3COONH_4 , 1 mol/L a pH 7,0.
Disolver 386 g de CH_3COONH_4 en alrededor de 3 L de agua y diluir a 5 L. Ajustar a pH 7,0 con ácido acético o amoníaco diluidos.
- 3.2 Ácido clorhídrico, HCl.
3.2.1 HCl 37% d = 1,19 kg/L
3.2.2 HCl 32% d = 1,16 kg/L

- 3.3 Solución de lantano, 10 g/L de La.
- 3.3.1 Disolver 31,2 g de nitrato de lantano hexahidrato, $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, en agua en un matraz aforado de 1000 mL. Agregar 83 mL de HCl 37% (3.2.1) o 98 mL de HCl 32% (3.2.2) y enrasar con agua.
- 3.3.2 Disolver 11,7 g de óxido de lantano, La_2O_3 , en alrededor de 200 mL de agua en un matraz aforado de 1000 mL. Colocar en un baño de agua fría y agregar lentamente, mientras se agita el matraz, 100 mL de HCl 37% (3.2.1) o 120 mL de HCl 32% (3.2.2). Enfriar y enrasar con agua.
- 3.4 Solución de lantano, 1,1 g/L de La.
Diluir 110 mL de la solución de lantano de 10 g/L (3.3.1 o 3.3.2) a 1000 mL con agua.
- 3.5 Solución estándar de calcio, 1000 mg/L de Ca.
- 3.5.1 Disponible en el comercio.
- 3.5.2 Pesar 2,497 g de carbonato de calcio, CaCO_3 (calentado a 400°C durante 2 h y enfriado en un desecador), en un matraz Erlenmeyer de 1000 mL, agregar un poco de agua y 12,5 mL de HCl 37% (3.2.1) o 14,8 mL de HCl 32% (3.2.2). Hervir para eliminar el anhídrido carbónico, enfriar, transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua a 20°C.
- 3.6 Solución estándar de magnesio, 1000 mg/L de Mg.
Disponible en el comercio.
- 3.7 Solución estándar de potasio, 1000 mg/L de K.
- 3.7.1 Disponible en el comercio.
- 3.7.2 Disolver 1,9068 g de cloruro de potasio, KCl (calentado a 200°C durante 24 h y enfriado en un desecador), en agua, en un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua a 20°C.
- 3.8 Solución estándar de sodio, 1000 mg/L de Na.
- 3.8.1 Disponible en el comercio.
- 3.8.2 Disolver 2,542 g de cloruro de sodio, NaCl (calentado a 200°C durante 24 h y enfriado en un desecador), en agua, en un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua a 20°C.
- 3.9 Solución de estándares mezclados de Ca, Mg, K y Na.
A un matraz aforado de 200 mL agregar:
- 50 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Ca (3.5.1 o 3.5.2),
 - 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Mg (3.6),
 - 20 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de K (3.7.1 o 3.7.2),
 - 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Na (3.8.1 o 3.8.2),
 - agua hasta enrasar.
- Esta solución estándar contiene:
250 mg/L de Ca, 50 mg/L de Mg, 100 mg/L de K y 50 mg/L de Na.
- 3.10 Serie de estándares mezclados de Ca, Mg, K y Na.
A seis matraces aforados de 250 mL agregar:
- 0-5-10-15-20-25 mL de la solución de estándares mezclados de Ca, Mg, K y Na (3.9),
 - 25 mL de solución de acetato de amonio (3.1),
 - 25 mL de solución de 10 g/L de La (3.3.1 o 3.3.2),
 - agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene:

Ca = 0-5-10-15-20-25 mg/L

Mg = 0-1-2-3-4-5 mg/L

K = 0-2-4-6-8-10 mg/L

Na = 0-1-2-3-4-5 mg/L

Nota 2

Si por las características del espectrofotómetro es necesario utilizar otros rangos de concentración para que las lecturas se sitúen en la zona de linealidad, proceder a efectuar las diluciones que sean necesarias, siguiendo como referencia la técnica descrita.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar 5 g (exactitud 0,01 g) de muestra seca al aire y < 2 mm (Método 1,1) en un frasco plástico de 150 mL (2.1). Incluir dos blancos y una muestra de referencia por cada 20 muestras.
- 4.2 Agregar 50 mL de solución de acetato de amonio (3.1).
- 4.3 Agitar durante 30 minutos en un agitador recíproco (2.2) a 180 golpes/min y a 20-25°C.
- 4.4 Filtrar.
- 4.5 Mezclar 1 mL de filtrado y 9 mL de solución de La 1,1 g/L (3.4).

Nota 3

Esta relación indica una dilución del filtrado de 1→10.

- 4.6 En un EAA (2.3) con llama de aire-acetileno y calibrado con la serie de estándares mezclados de Ca, K, Mg y Na (3.10) leer la concentración de Ca y de Mg por absorción a 422,7 nm y 285,2 nm, respectivamente, y la concentración de K y de Na por emisión a 766,5 nm y 589,0 nm, respectivamente.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular las concentraciones de Ca, Mg, K y Na en la muestra según:

$$\text{Ca (cmol+/kg)} = (a - b) \times 0,500$$

$$\text{Mg (cmol+/kg)} = (a - b) \times 0,822$$

$$\text{K (cmol+/kg)} = (a - b) \times 0,256$$

$$\text{Na (cmol+/kg)} = (a - b) \times 0,435$$

donde:

a = mg/L de Ca, Mg, K o Na en el filtrado de la muestra diluido 1→10

b = mg/L promedio de Ca, Mg, K o Na en los blancos diluidos 1→10

6 Informes

- 6.1 Informar los resultados obtenidos en 5.1, con un decimal si los valores son ≥ 10 o con dos decimales si son < 10 , como:
- Ca extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0 = ... cmol+/kg
 - Mg extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0 = ... cmol+/kg
 - K extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0 = ... cmol+/kg
 - Na extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0 = ... cmol+/kg

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de Ca extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.1-1.

Cuadro 4.1-1. Repetibilidad* de la determinación de Ca extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8
N° de laboratorios participantes	17	21	17	19	20	18	19	22
N° de resultados aceptados	34	40	34	36	40	36	36	42
Media (cmol+/kg)	1,04	1,52	2,81	3,37	3,57	4,23	4,40	5,74
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,034	0,037	0,098	0,042	0,133	0,088	0,086	0,179
Coficiente de variación de la repetibilidad (%)	3,2	2,4	3,5	1,3	3,7	2,1	2,0	3,1
Límite de repetibilidad = r $r = (2,8 \times s_r)$	0,09	0,10	0,28	0,12	0,37	0,25	0,24	0,50

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

- 7.2 La repetibilidad de los análisis de Mg extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.1-2.

Cuadro 4.1-2. Repetibilidad* de la determinación de Mg extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8
N° de laboratorios participantes	21	17	17	20	18	19	22	19
N° de resultados aceptados	42	34	34	40	36	36	40	36
Media (cmol+/kg)	0,37	0,43	0,53	1,03	1,15	1,17	1,44	3,38
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,016	0,018	0,011	0,015	0,029	0,023	0,046	0,094
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	4,3	4,3	2,1	1,5	2,6	1,9	3,2	2,8
Límite de repetibilidad = r $r = (2,8 \times s_r)$	0,05	0,05	0,03	0,04	0,08	0,06	0,13	0,26

*Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

7.3 La repetibilidad de los análisis de K extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.1-3.

Cuadro 4.1-3. Repetibilidad* de la determinación de K extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8
N° de laboratorios participantes	21	17	19	18	23	19	20	20
N° de resultados aceptados	42	34	38	36	46	38	40	38
Media (cmol+/kg)	0,17	0,31	0,31	0,34	0,52	0,61	0,64	0,80
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,007	0,014	0,006	0,007	0,016	0,026	0,013	0,020
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	4,2	4,4	2,1	2,0	3,0	4,2	2,0	2,5
Límite de repetibilidad = r $r = (2,8 \times s_r)$	0,02	0,04	0,02	0,02	0,04	0,07	0,04	0,06

*Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

7.4 La repetibilidad de los análisis de Na extraíble con de acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.1-4.

Cuadro 4.1-4. Repetibilidad* de la determinación de Na extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8
N° de laboratorios participantes	17	18	19	21	20	23	17	19
N° de resultados aceptados	34	36	34	38	40	44	34	36
Media (cmol+/kg)	0,07	0,08	0,09	0,10	0,11	0,16	0,34	0,91
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,004	0,007	0,006	0,011	0,010	0,009	0,016	0,016
Coficiente de variación de la repetibilidad (%)	5,5	8,6	6,4	10,9	9,1	5,8	4,7	1,7
Límite de repetibilidad = r $r = (2,8 \times s_r)$	0,01	0,02	0,02	0,03	0,03	0,03	0,05	0,04

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de Ca extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.1-5.

Cuadro 4.1-5. Reproducibilidad* de la determinación de Ca extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0

Muestra N°	N° de resultados aceptados	N° de resultados no aceptados	Media (cmol+/kg)	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	75	1	0,16	0,07	41,3	0,18
2	48	9	0,17	0,07	42,8	0,21
3	38	5	0,36	0,09	23,3	0,24
4	24	0	0,96	0,18	18,5	0,50
5	34	0	1,04	0,09	8,7	0,25
6	44	4	1,53	0,11	7,0	0,30
7	46	2	2,58	0,62	24,1	1,74
8	63	3	2,78	0,49	17,6	1,37
9	39	2	3,37	0,24	7,1	0,67
10	17	0	3,54	0,24	6,9	0,68
11	58	0	3,61	0,27	7,6	0,76
12	44	2	4,09	0,24	5,8	0,66

continuación del cuadro 4.1-5

13	58	0	4,17	0,31	7,4	0,86
14	66	4	4,67	0,56	12,0	1,57
15	48	1	5,80	0,46	8,0	1,30
16	34	2	7,98	1,53	19,2	4,29

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8.2 La reproducibilidad de los análisis de Mg extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.1-6.

Cuadro 4.1-6. Reproducibilidad* de la determinación de Mg extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0

Muestra Nº	Nº de resultados aceptados	Nº de resultados no aceptados	Media (cmol+/kg)	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	46	7	0,11	0,04	36,7	0,11
2	73	3	0,24	0,03	12,3	0,08
3	23	1	0,34	0,06	16,7	0,16
4	46	3	0,38	0,06	15,7	0,17
5	57	9	0,41	0,04	9,7	0,11
6	45	2	0,43	0,11	26,7	0,32
7	34	0	0,53	0,04	7,5	0,11
8	43	0	0,70	0,12	17,2	0,34
9	35	0	0,96	0,35	35,9	0,97
10	58	0	1,02	0,07	6,7	0,19
11	42	4	1,12	0,08	7,0	0,22
12	58	0	1,15	0,09	7,5	0,24
13	61	7	1,18	0,07	6,0	0,20
14	43	6	1,48	0,09	6,2	0,25
15	17	0	1,94	0,11	5,4	0,29
16	39	2	3,51	0,43	12,3	1,21

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8.3 La reproducibilidad de los análisis de K extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.1-7.

Cuadro 4.1-7. Reproducibilidad* de la determinación de K extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0

Muestra Nº	Nº de resultados aceptados	Nº de resultados no aceptados	Media (cmol+/kg)	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	50	3	0,04	0,009	25,0	0,03
2	23	2	0,07	0,013	17,3	0,04
3	78	2	0,11	0,013	11,5	0,04
4	48	1	0,17	0,017	10,2	0,05
5	41	6	0,26	0,018	6,8	0,05
6	62	4	0,31	0,040	12,9	0,11
7	61	0	0,32	0,022	7,0	0,06
8	36	0	0,34	0,026	7,5	0,07
9	47	1	0,47	0,037	7,9	0,10
10	18	0	0,50	0,036	7,1	0,10
11	51	0	0,52	0,043	8,2	0,12
12	39	4	0,54	0,042	7,9	0,12
13	37	4	0,61	0,057	9,3	0,16
14	61	0	0,64	0,042	6,6	0,12
15	66	4	0,81	0,082	10,1	0,23
16	33	2	1,32	0,174	13,1	0,49

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8.4 La reproducibilidad de los análisis de Na extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.1-8.

Cuadro 4.1-8. Reproducibilidad* de la determinación de Na extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0

Muestra Nº	Nº de resultados aceptados	Nº de resultados no aceptados	Media (cmol+/kg)	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	47	10	0,07	0,018	26,5	0,05
2	34	0	0,07	0,019	27,2	0,05
3	56	2	0,08	0,024	29,7	0,07
4	22	2	0,09	0,026	30,2	0,07
5	61	11	0,09	0,021	22,2	0,06
6	42	7	0,10	0,031	32,4	0,09

continuación del cuadro 4.1-5

7	58	0	0,11	0,020	18,5	0,06
8	39	8	0,12	0,041	33,7	0,11
9	37	6	0,14	0,034	24,4	0,10
10	43	3	0,15	0,024	16,8	0,07
11	72	4	0,16	0,020	12,0	0,05
12	47	2	0,16	0,037	22,4	0,10
13	17	0	0,18	0,021	11,7	0,06
14	30	5	0,18	0,084	46,4	0,24
15	65	3	0,32	0,088	27,7	0,25
16	41	0	0,88	0,133	15,1	0,37

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 42 p.
- 9.2 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.3 USDA (United States Department of Agriculture). 1996. Soil survey laboratory methods manual. Soil Survey Investigations Report N° 42. Version 3.0. U.S. Department of Agriculture, Washington DC, USA, 693 p.
- 9.4 Wolf, A. and Beegle, D. 1995. Recommended soil tests for macronutrients: phosphorus, potassium, calcium and magnesium. Chapter 5. *In*: Horton, M.L. (Ed.). Recommended soil testing procedures for the Northeastern United States. 2nd Edition. Northeastern Regional Publication N° 493, USA. Disponible en:
http://ag.udel.edu/extension/Information/Soil_Testing/title-95.htm.

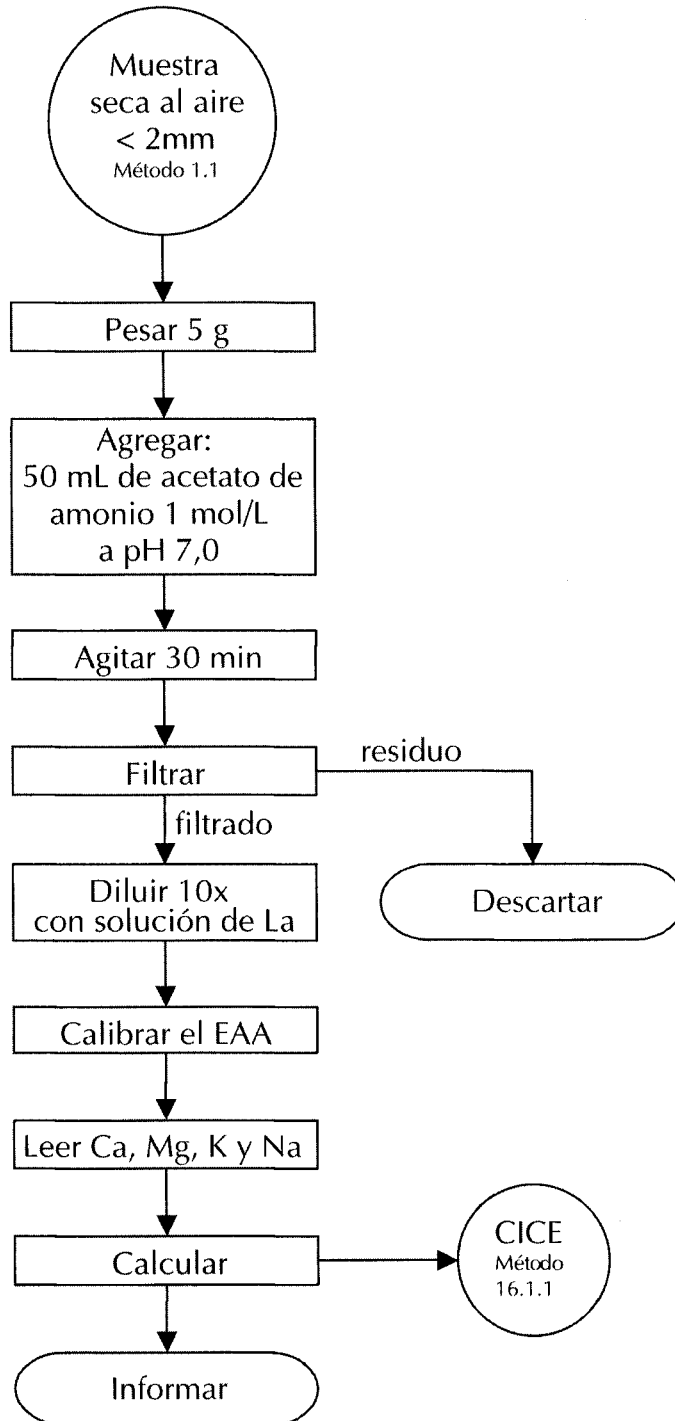


Figura 4.1-1. Diagrama de flujo del Método 4.1.

4 CALCIO, MAGNESIO, POTASIO Y SODIO

4.2 EXTRACTO DE SATURACIÓN Y DETERMINACIÓN POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN Y EMISIÓN ATÓMICA, CON LANTANO

1 Principio y alcance

- 1.1 En el extracto de saturación obtenido por el Método 9.1, se determinan las concentraciones de Ca^{+2} , Mg^{+2} , K^+ y Na^+ por espectrofotometría de absorción y emisión atómica con llama de aire-acetileno.

Nota 1

Los átomos de Ca y de Mg tienden a formar, en la llama de aire-acetileno, compuestos refractarios, especialmente con fosfato y aluminio y los átomos de K y Na están sujetos a interferencias de ionización. Para minimizar estos problemas se agrega lantano como agente supresor.

Puede usarse espectrometría de emisión atómica de plasma por acoplamiento inductivo (EEA-PAI) como un método alternativo para la determinación de calcio, magnesio, y sodio en el extracto de saturación.

- 1.2 Este método es recomendable en suelos afectados por sales ($\text{CE} \geq 0,5$ dS/m).

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica (EAA) con lámparas de Ca y Mg.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 ($\text{CE} \leq 0,2$ mS/m a 25°C).

- 3.1 Ácido clorhídrico, HCl.

3.1.1 HCl 37% d = 1,19 kg/L.

3.1.2 HCl 32% d = 1,16 kg/L.

- 3.2 Solución de lantano, 10 g/L de La.

3.2.1 Disolver 31,2 g de nitrato de lantano hexahidrato, $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, en agua en un matraz aforado de 1000 mL. Agregar 83 mL de HCl 37% (3.1.1) o 98 mL de HCl 32% (3.1.2) y enrasar con agua.

3.2.2 Disolver 11,7 g de óxido de lantano, La_2O_3 , en alrededor de 200 mL de agua en un matraz aforado de 1000 mL. Colocar en un baño de agua fría y agregar lentamente, mientras se agita el matraz, 100 mL de HCl 37% (3.1.1) o 120 mL de HCl 32% (3.1.2). Enfriar y enrasar con agua.

- 3.3 Solución de lantano, 2 g/L de La.
Diluir 100 mL de la solución de lantano de 10 g/L (3.2) a 500 mL con agua.
- 3.4 Solución estándar de calcio, 1000 mg/L de Ca.
3.4.1 Disponible en el comercio.
3.4.2 Pesar 2,497 g de carbonato de calcio, CaCO_3 , (calentado a 400°C durante 2 h y enfriado en un desecador), en un matraz Erlenmeyer de 1000 mL, agregar un poco de agua y 12,5 mL de HCl 37% (3.1.1) o 14,8 mL de HCl 32% (3.1.2). Hervir para eliminar el anhídrido carbónico, enfriar, transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua a 20°C.
- 3.5 Solución estándar de magnesio, 1000 mg/L de Mg.
Disponible en el comercio.
- 3.6 Solución estándar de potasio, 1000 mg/L de K.
3.6.1 Disponible en el comercio.
3.6.2 Disolver 1,9068 g de cloruro de potasio, KCl (calentado a 200°C durante 24 h y enfriado en un desecador), en agua en un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua a 20°C.
- 3.7 Solución estándar de sodio, 1000 mg/L de Na.
3.7.1 Disponible en el comercio.
3.7.2 Disolver 2,542 g de cloruro de sodio, NaCl (calentado a 105°C durante 24 h y enfriado en un desecador), en un poco de agua. Trasladar a un matraz volumétrico de 1000 mL y enrasar con agua.
- 3.8 Solución de estándares mezclados de Ca y Mg.
En un matraz aforado de 200 mL agregar:
→ 100 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Ca (3.4.1 o 3.4.2),
→ 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Mg (3.5),
→ agua hasta enrasar.
Esta solución de estándares mezclados contiene 500 mg/L de Ca y 50 mg/L de Mg.
- 3.9 Serie de estándares mezclados de Ca, Mg, K y Na.
En seis matraces aforados de 500 mL agregar:
→ 0-5-10-15-20-25 mL de la solución de estándares mezclados de Ca y Mg (3.8),
→ 0-1-2-3-4-5 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de K (3.6.1 o 3.6.2),
→ 0-5-10-15-20-25 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Na (3.7.1 o 3.7.2),
→ 50 mL de solución de 10 g/L de La (3.2.1 o 3.2.2),
→ agua hasta enrasar.
Esta serie de estándares contiene:
- | | | |
|----|---|------------------------------|
| Ca | = | 0-5-10-15-20-25 mg/L |
| Mg | = | 0,0-0,5-1,0-1,5-2,0-2,5 mg/L |
| K | = | 0-2-4-6-8-10 mg/L |
| Na | = | 0-10-20-30-40-50 mg/L |

Nota 2

Si por las características del espectrofotómetro es necesario utilizar otros rangos de concentración para que las lecturas se sitúen en el rango de linealidad, proceder a efectuar las diluciones que sea necesario, siguiendo como referencia la técnica descrita.

4 Procedimiento

- 4.1 Mezclar 5 mL del extracto de saturación diluido 1→10 (Método 9.1, Nota 9) y 5 mL de solución de lantano, 2 g/L de La, (3.3).

Nota 3

La dilución final del extracto es, por lo tanto, 1→20.

- 4.2 En un EAA (2.1) con llama de aire-acetileno y calibrado con la serie de estándares mezclados de Ca, Mg, K y Na (3.9), leer las concentraciones de Ca y Mg por absorción atómica a 422,7 nm y 285,2 nm, respectivamente, y las concentraciones de K y Na por emisión atómica a 766,5 nm y 589,0, nm respectivamente.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular las concentraciones de Ca, Mg, Na y K solubles en el extracto de saturación, expresadas en mmol+/L, según:

$$\text{Ca (mmol+/L)} = (a - b)$$

$$\text{Mg (mmol+/L)} = (a - b) \times 1,64$$

$$\text{Na (mmol+/L)} = (a - b) \times 0,87$$

$$\text{K (mmol+/L)} = (a - b) \times 0,51$$

donde:

a = mg/L de Ca, Mg, Na o K en el extracto de saturación diluido 1→20

b = mg/L promedio de Ca, Mg, Na o K en los blancos diluidos 1→20

- 5.2 Opcionalmente, calcular las concentraciones de Ca, Mg, Na y K solubles en el extracto de saturación, expresadas en mg/L, según:

$$\text{Ca, Mg, Na, K (mg/L)} = (a - b) \times 20$$

donde:

a = mg/L de Ca, Mg, Na o K en el extracto de saturación diluido 1→20

b = mg/L promedio de Ca, Mg, Na o K en los blancos diluidos 1→20

- 5.3 Opcionalmente, calcular las concentraciones de Ca, Mg, Na y K solubles en el extracto de saturación, expresadas en cmol+/kg de suelo, según:

$$\text{Ca, Mg, K, Na (cmol + /kg)} = \text{Ca, Mg, K, Na (mmol + /L)} \times \frac{\text{SA}}{1000}$$

donde:

Ca, Mg, Na, K (mmol+/L) = mmol+/L de Ca, Mg, Na o K en el extracto de saturación (5.1)

SA = saturación de agua en % (Método 9.1 punto 4.2.3)

- 5.4 Opcionalmente, calcular las concentraciones de Ca, Mg, K y Na solubles en el extracto de saturación, expresadas en mg/kg de suelo, según:

$$\text{Ca, Mg, K, Na (mg / kg)} = \text{Ca, Mg, K, Na (mg / L)} \times \frac{\text{SA}}{100}$$

donde:

$$\begin{aligned} \text{Ca, Mg, Na, K (mg/L)} &= \text{mg/L de Ca, Mg, Na o K en el extracto de saturación (5.2)} \\ \text{SA} &= \text{saturación de agua (\%)} \text{ (Método 9.1 punto 4.2.3)} \end{aligned}$$

6 Informes

- 6.1 Informar los resultados obtenidos en 5.1, con un máximo de tres cifras significativas, como:
- Ca soluble en el extracto de saturación = ... mmol+/L
 - Mg soluble en el extracto de saturación = ... mmol+/L
 - Na soluble en el extracto de saturación = ... mmol+/L
 - K soluble en el extracto de saturación = ... mmol+/L
- 6.2 Opcionalmente, informar los resultados obtenidos en 5.2 en mg/L y/o los obtenidos en 5.3 en cmol+/kg y/o los obtenidos en 5.4 en mg/kg, con un máximo de tres cifras significativas.

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de Ca soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2000 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.2-1.

Cuadro 4.2-1. Repetibilidad* de la determinación de Ca soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1	2	3	4	5	6
N° de laboratorios participantes	17	15	8	10	19	21
N° de resultados aceptados	32	28	16	20	36	42
Media (mmol+/L)	18,6	29,0	29,7	33,5	39,1	44,3
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,73	2,44	1,12	2,35	2,37	2,11
Coficiente de variación de la repetibilidad (%)	3,9	8,4	3,8	7,0	6,1	4,8
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	2,0	6,8	3,1	6,6	6,6	5,9

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

7.2 La repetibilidad de los análisis de Mg soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2000 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.2-2.

Cuadro 4.2-2. Repetibilidad* de la determinación de Mg soluble en el extracto de saturación

Muestra Nº	1	2	3	4	5	6
Nº de laboratorios participantes	17	15	19	21	10	8
Nº de resultados aceptados	32	28	36	42	20	16
Media (mmol+/L)	8,8	8,9	17,1	18,0	87,5	149,0
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,54	0,87	0,77	0,81	5,98	10,48
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	6,2	9,7	4,5	4,5	6,8	7,0
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	1,5	2,4	2,2	2,3	16,8	29,3

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

7.3 La repetibilidad de los análisis de Na soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2000 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.2-3.

Cuadro 4.2-3. Repetibilidad* de la determinación de Na soluble en el extracto de saturación

Muestra Nº	1	2	3	4	5	6
Nº de laboratorios participantes	17	15	19	21	10	8
Nº de resultados aceptados	30	30	36	42	20	16
Media (mmol+/L)	6,1	10,3	27,7	74,2	284	509
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,41	0,92	1,37	1,94	17,7	28,7
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	6,7	8,9	4,9	2,6	6,2	5,6
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	1,1	2,6	3,8	5,4	50	80

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

7.4 La repetibilidad de los análisis de K soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la CNA-SCCS, se presenta en el Cuadro 4.2-4.

Cuadro 4.2-4. Repetibilidad* de la determinación de K soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1
N° de laboratorios participantes	8
N° de resultados aceptados	16
Media (mmol+/L)	26,9
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	1,37
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	5,1
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	3,8

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de Ca soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2000 y 2004, se presenta en el Cuadro 4.2-5.

Cuadro 4.2-5. Reproducibilidad* de la determinación de Ca soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	18	18	40	33	47	32	10	17	23	17	46	10
N° de resultados no aceptados	0	0	2	2	2	1	0	1	0	1	0	0
Media (mmol+/L)	17	25	26	27	30	31	33	34	38	39	45	53
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	4,7	6,6	6,9	12,4	7,3	7,8	9,1	7,4	15,9	6,8	5,8	8,5
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	27	26	27	46	24	25	28	21	41	17	13	16
Límite de reproducibilidad = R $R = (2,8 \times s_R)$	13	18	19	35	21	22	25	21	45	19	16	24

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8.2 La reproducibilidad de los análisis de Mg soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2000 y 2004, se presenta en el Cuadro 4.2-6.

Cuadro 4.2-6. Reproducibilidad* de la determinación de Mg soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	34	47	32	17	17	47	18	40	11	33	11	24
N° de resultados no aceptados	2	2	1	1	1	2	1	1	0	0	0	0
Media (mmol+/L)	9	9	14	16	18	19	25	36	41	87	103	167
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	2,0	2,3	3,8	2,4	4,2	2,4	4,8	10,9	5,3	23,5	45,7	38,5
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	23	25	27	16	23	13	19	30	13	27	44	23
Límite de reproducibilidad = R $R = (2,8 \times s_R)$	6	6	11	7	12	7	13	31	15	66	128	108

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8.3 La reproducibilidad de los análisis de Na soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2000 y 2004, se presenta en el Cuadro 4.2-7.

Cuadro 4.2-7. Reproducibilidad* de la determinación de Na soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	32	47	16	32	16	46	40	10	18	33	10	23
N° de resultados no aceptados	0	1	1	1	1	0	2	0	0	0	0	0
Media (mmol+/L)	6,1	10	14	18	24	75	95	127	142	279	288	509
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	1,34	2,4	1,7	4,9	5,2	12,4	18,6	9,4	63,4	45,8	50,6	92,2
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	21,9	24	12	27	22	16	20	7	44	16	18	18
Límite de reproducibilidad = R $R = (2,8 \times s_R)$	3,8	7	5	14	15	35	52	26	178	128	142	258

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8.4 La reproducibilidad de los análisis de K soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la CNA-SCCS, se presenta en el Cuadro 4.2-8.

Cuadro 4.2-8. Reproducibilidad* de la determinación de K soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1	2	3
N° de resultados aceptados	8	16	8
N° de resultados no aceptados	0	0	0
Media (mmol+/L)	1,3	27	20
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,67	9,3	6,7
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	50	35	34
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	1,9	26	19

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 ISO 5725-2, 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.3 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 9.4 USDA (United States Department of Agriculture). 1996. Soil survey laboratory methods manual. Soil Survey Investigations Report N° 42. Version 3.0. U.S. Department of Agriculture, Washington DC, USA, 693 p.

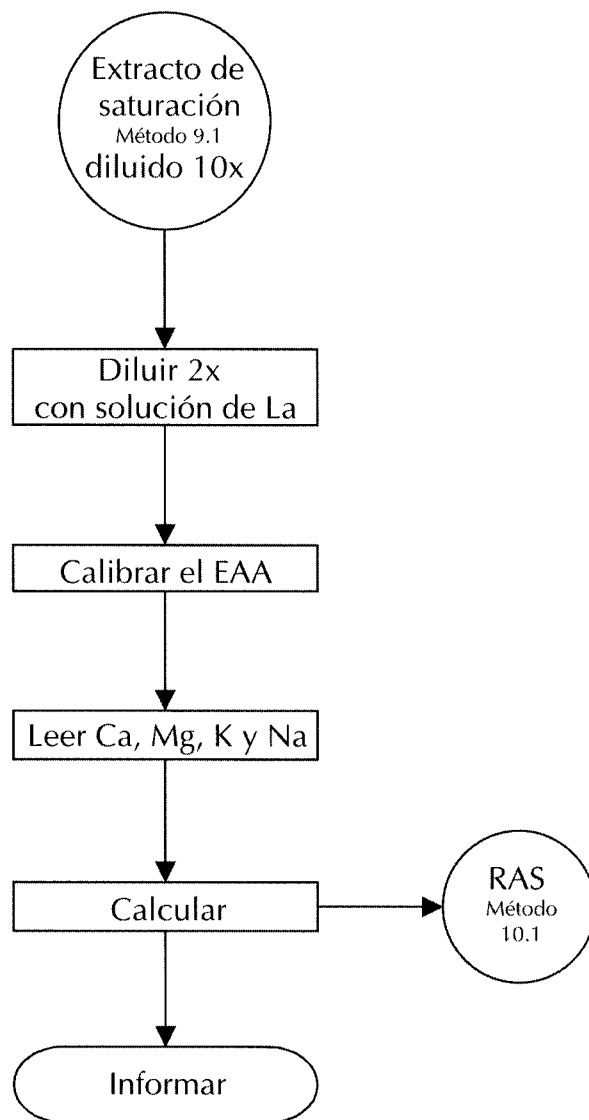


Figura 4.2-1. Diagrama de flujo del Método 4.2.

5 ALUMINIO

5.1 EXTRACCIÓN CON SOLUCIÓN DE CLORURO DE POTASIO 1 mol/L Y DETERMINACIÓN POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra se extrae con una solución de cloruro de potasio 1 mol/L y, en el extracto, se mide aluminio por espectrofotometría de absorción atómica con llama de óxido nitroso-acetileno.
- 1.2 Este método se aplica en suelos ácidos ($\text{pH-H}_2\text{O} < 6,6$) y se puede asumir que el Al extraído corresponde a la forma intercambiable.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Envases de plástico de base cuadrada, de 150 mL.
- 2.2 Agitador recíproco.
- 2.3 Espectrofotómetro de absorción atómica (EAA) con lámpara de Al.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 2 según la NCh426/2 ($\text{CE} \leq 0,5 \text{ mS/m}$ a 25°C).

- 3.1 Solución de cloruro de potasio, 1 mol/L.
Disolver 373 g de cloruro de potasio, KCl, en agua y diluir a 5 L.
- 3.2 Solución de cloruro de potasio, 2 mol/L.
Disolver 149 g de cloruro de potasio, KCl, en agua y diluir a 1 L.
- 3.3 Solución estándar de aluminio, 1000 mg/L de Al.
Disponible en el comercio.
- 3.4 Solución estándar de aluminio, 100 mg/L de Al.
Diluir 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Al (3.3) con agua a 100 mL.
- 3.5 Serie de estándares de aluminio.
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
 - 0-5-10-15-20-25 mL de la solución estándar de 100 mg/L de Al (3.4),
 - 50 mL de solución de KCl 2 mol/L (3.2),
 - agua hasta enrasar.Esta serie de estándares contiene: 0-5-10-15-20-25 mg/L de Al.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar 10 g (exactitud 0,1 g) de muestra seca al aire y < 2 mm (Método 1.1), en un frasco plástico de 150 mL (2.1). Incluir dos blancos y una muestra de referencia por cada 20 muestras.
- 4.2 Agregar 50 mL de solución de KCl 1 mol/L (3.1).
- 4.3 Tapar los frascos y agitar durante 30 min a 180 golpes/min y a una temperatura de 20°C a 25°C.
- 4.4 Filtrar.
- 4.5 Leer la concentración de Al a 309,3 nm en un EAA (2.3), con llama de óxido nitroso-acetileno y calibrado con la serie de estándares de aluminio (3.5).

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de Al extraíble con solución de KCl 1 mol/L, según:

$$\text{Al (cmol+/kg)} = (a - b) \times 0,0556$$

donde:

- a = mg/L de Al en el extracto
- b = mg/L promedio de Al en los blancos

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, con dos decimales, como:
 - Al extraíble con KCl 1 mol/L = ... cmol+/kg

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de Al extraíble con KCl 1 mol/L, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.1-1.

Cuadro 5.1-1. Repetibilidad* de la determinación de Al extraíble con KCl 1 mol/L

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8
N° de laboratorios participantes	21	18	19	18	19	16	20	17
N° de resultados aceptados	40	34	38	34	38	32	40	34
Media (cmol+/kg)	0,09	0,12	0,18	0,28	0,47	0,96	1,19	1,50
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,009	0,006	0,012	0,012	0,009	0,026	0,020	0,019
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	10,2	5,4	6,9	4,4	1,9	2,7	1,7	1,3
Límite de repetibilidad = r $r = (2,8 \times s_r)$	0,03	0,02	0,03	0,03	0,03	0,07	0,06	0,05

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de Al extraíble con KCl 1 mol/L, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 1997 y 2004, se presenta en el Cuadro 5.1-2.

Cuadro 5.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de Al extraíble con KCl 1 mol/L

Muestra N°	N° de resultados aceptados	N° de resultados no aceptados	Media (cmol+/kg)	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	45	1	0,09	0,046	52,4	0,13
2	47	2	0,11	0,074	70,1	0,21
3	38	2	0,12	0,012	10,0	0,03
4	56	1	0,12	0,030	24,8	0,09
5	68	1	0,20	0,054	27,5	0,15
6	24	1	0,20	0,123	60,9	0,34
7	39	1	0,23	0,072	31,4	0,20
8	23	1	0,29	0,084	29,3	0,24
9	39	1	0,29	0,060	20,7	0,17
10	18	1	0,48	0,065	13,7	0,18
11	59	1	0,92	0,175	18,9	0,49
12	53	2	1,00	0,159	16,0	0,45
13	17	0	1,00	0,102	10,2	0,28
14	45	0	1,19	0,126	10,5	0,35
15	41	1	1,21	0,121	10,0	0,34
16	34	0	1,50	0,122	8,1	0,34

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 Bertsch, P.M. and P.R. Bloom. 1996. Aluminium. p. 517-550. *In*: Sparks, D.L. (Ed.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical Methods. Number 5 in the Soil Science Society of America Book Series. Soil Science Society of America, Inc., American Society of Agronomy, Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1390 p.
- 9.2 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.3 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.4 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 9.5 USDA (United States Department of Agriculture). 1996. Soil survey laboratory methods manual. Soil Survey Investigations Report N° 42. Version 3.0. U.S. Department of Agriculture, Washington DC, USA, 693 p.
- 9.6 Van Reeuwijk, L.P (Ed.). 1986. Procedures for soil analysis. Technical Paper 9. International Soil Reference and Information Center, Wageningen, The Netherlands. 106 p.

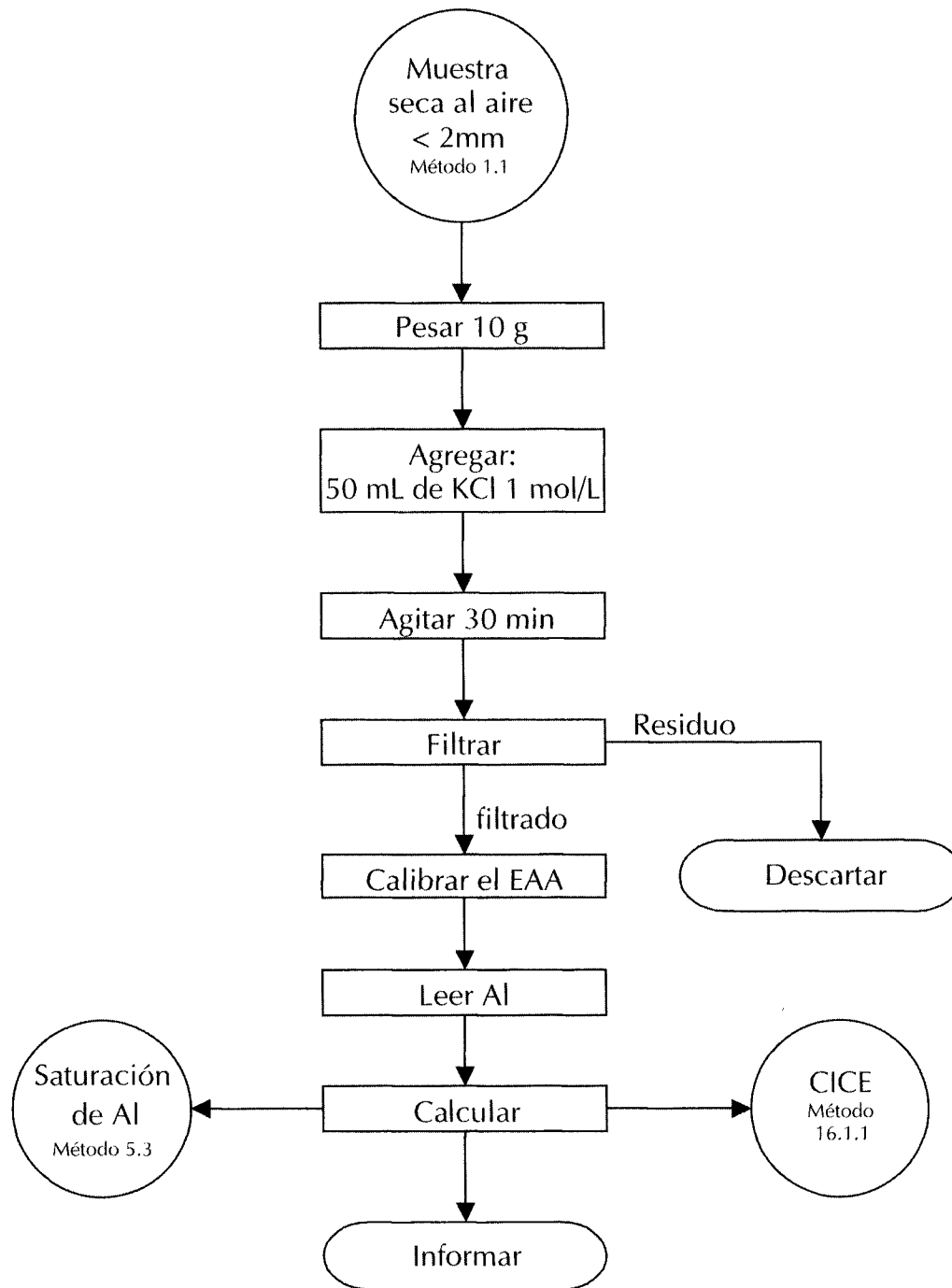


Figura 5.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.1.

5 ALUMINIO

5.2 EXTRACCIÓN CON SOLUCIÓN DE ACETATO DE AMONIO 1 mol/L A pH 4,8 Y DETERMINACIÓN POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra se extrae con una solución de acetato de amonio 1 mol/L a pH 4,8 y, en el extracto, se determina la concentración de aluminio por espectrofotometría de absorción atómica con llama de óxido nitroso-acetileno.
- 1.2 Este método es recomendado para suelos ácidos ($\text{pH-H}_2\text{O} < 6,6$).

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Envases de plástico de base cuadrada, de 150 mL.
- 2.2 Agitador recíproco.
- 2.3 Espectrofotómetro de absorción atómica (EAA) con lámpara de Al.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 2 según la NCh426/2 ($\text{CE} \leq 0,5 \text{ mS/m}$ a 25°C).

- 3.1 Solución de acetato de amonio 1 mol/L a pH 4,8.
Disolver 386 g de $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ en alrededor de 3 L de agua, agregar 300 mL de ácido acético 99% a 100%, $d = 1,05 \text{ kg/L}$, mezclar y diluir a 5 L. Ajustar a $\text{pH } 4,8 \pm 0,05$ con ácido acético o amoníaco.
- 3.2 Solución de cloruro de potasio, 10 g/L de K.
Disolver 19 g de KCl en agua y diluir a 1 L.
- 3.3 Solución de cloruro de potasio, 1,11 g/L de K.
Disolver 2,12 g de KCl en agua y diluir a 1L.
- 3.4 Solución estándar de aluminio, 1000 mg/L de Al.
Disponibile en el comercio.
- 3.5 Solución estándar de aluminio, 250 mg/L de Al.
Diluir 50 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Al (3.4) a 200 mL con agua.
- 3.6 Serie de estándares de aluminio.
A seis matraces aforados de 250 mL agregar:
→ 0-5-10-15-20-25 mL de la solución estándar de 250 mg/L de Al (3.5),
→ 25 mL de solución de cloruro de potasio de 10 g/L de K (3.2),

- 25 mL de la solución de acetato de amonio 1 mol/L a pH 4,8 (3.1),
- agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene: 0-5-10-15-20-25 mg/L de Al.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar 5 g (exactitud 0,01 g) de muestra seca al aire y < 2 mm (Método 1.1), en un frasco plástico de 150 mL (2.1). Incluir dos blancos y una muestra de referencia por cada 20 muestras.
- 4.2 Agregar 50 mL de solución de acetato de amonio 1 mol/L a pH 4,8 (3.1).
- 4.3 Tapar los frascos y agitar por 30 minutos a 20-25°C en un agitador recíproco con 180 golpes/minuto (2.2).
- 4.4 Filtrar inmediatamente a través de un papel filtro de porosidad media (8-11 µm).
- 4.5 Mezclar 1 mL del filtrado y 9 mL de solución de cloruro de potasio de 1,11 g/L de K (3.3).
Nota 1
Esta relación indica una dilución del filtrado de 1→10.
- 4.6 Leer la concentración de Al a 309,3 nm en un EAA (2.3) con llama de óxido nitroso-acetileno y calibrado con la serie de estándares de aluminio (3.6).

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de Al extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 4,8 en la muestra según:

$$\text{Al (g/kg)} = \frac{(a - b)}{10}$$

donde:

- a = mg/L de Al en el extracto de la muestra diluido 1→10
- b = mg/L promedio de Al en los blancos diluidos 1→10

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, con tres cifras significativas, como:
 - Al extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 4,8 = ... g/kg

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de Al extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 4,8, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), se presenta en el Cuadro 5.2-1.

Cuadro 5.2-1. Repetibilidad* de la determinación de Al extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 4,8

Muestra N°	1
N° de laboratorios participantes	19
N° de resultados aceptados	36
Media (g/kg)	1,44
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,091
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	6,3
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,25

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

- 8.1 La reproducibilidad de los análisis de Al extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 4,8, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la CNA-SCCS, se presenta en el Cuadro 5.2-2.

Cuadro 5.2-2. Reproducibilidad* de la determinación de Al extraíble con acetato de amonio 1 mol/L a pH 4,8

Muestra N°	1	2	3
N° de resultados aceptados	18	19	38
N° de resultados no aceptados	1	1	2
Media (g/kg)	0,61	0,77	1,44
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,104	0,168	0,283
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	17,1	21,7	19,6
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	0,29	0,47	0,79

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 McIntosh, J.L. 1969. Bray and Morgan soil extractants modified for testing acid soils from different parent materials. *Agronomy J.* 61:259-265.
- 9.3 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.

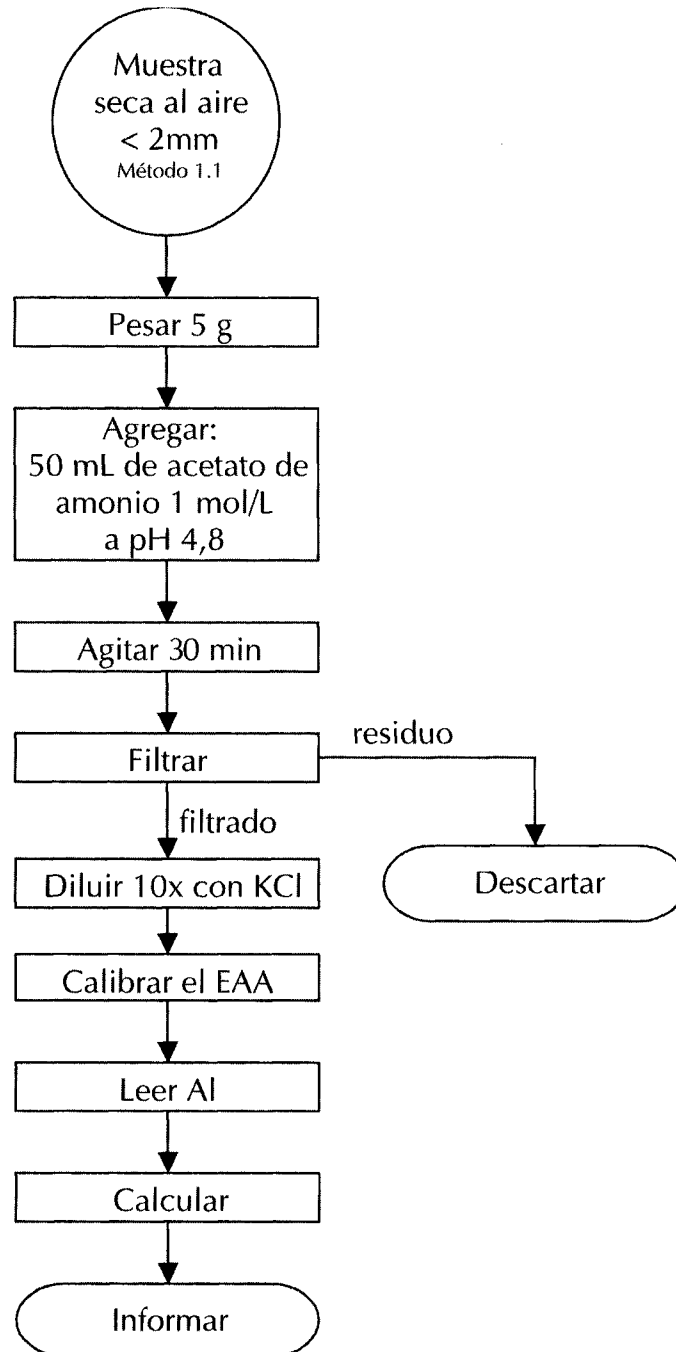


Figura 5.2-1. Diagrama de flujo del Método 5.2.

5 ALUMINIO

5.3 SATURACIÓN DE ALUMINIO

1 Principio y alcance

- 1.1 Se entiende por saturación de aluminio a la contribución en porcentaje del Al extraíble con solución de KCl 1 mol/L en la capacidad de intercambio de cationes efectiva (CICE).
- 1.2 Este método se aplica en suelos ácidos ($\text{pH-H}_2\text{O} < 6,6$) de baja salinidad ($\text{CE} \leq 0,5$ dS/m).

2 Procedimiento

- 2.1 Determinar el Al extraíble con solución de KCl 1 mol/L según el Método 5.1.
- 2.2 Calcular la CICE según el Método 16.1.1.

3 Cálculos

- 3.1 Calcular la saturación de Al, expresada en porcentaje, según:

$$\text{Saturación de Al (\%)} = \frac{\text{Al}}{\text{CICE}} \times 100$$

donde:

Al = Al, en cmol+/kg, extraíble con solución de KCl 1 mol/L (Método 5.1)
CICE = CICE, en cmol+/kg, calculada según el Método 16.1.1

4 Informes

- 4.1 Informar el resultado obtenido en 3.1, con un decimal, como:
- Saturación de Al = ... %

5 Repetibilidad

- 5.1 La repetibilidad de los análisis de saturación de Al, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo, entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.3-1.

Cuadro 5.3-1. Repetibilidad* de la determinación de saturación de Al

Muestra Nº	1	2	3	4	5	6	7	8
Nº de laboratorios participantes	20	18	18	18	19	16	20	17
Nº de resultados aceptados	40	36	36	34	36	32	40	34
Media (%)	1,15	2,17	2,72	3,22	7,98	20,17	35,96	43,14
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,13	0,11	0,15	0,16	0,26	0,54	0,91	0,53
Coficiente de variación de la repetibilidad (%)	11,56	4,90	5,66	4,95	3,24	2,67	2,54	1,24
Límite de repetibilidad = r $r = (2,8 \times s_r)$	0,37	0,30	0,43	0,45	0,72	1,51	2,56	1,50

*Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

6 Reproducibilidad

6.1 La reproducibilidad de los análisis de saturación de Al, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo, entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.3-2.

Cuadro 5.3-2. Reproducibilidad* de la determinación de saturación de Al

Muestra Nº	Nº de resultados aceptados	Nº de resultados no aceptados	Media (%)	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	43	4	1,13	0,32	28,1	0,89
2	43	2	1,36	0,48	35,6	1,36
3	20	4	1,53	0,40	26,3	1,12
4	51	5	2,18	0,33	15,1	0,92
5	60	4	2,78	0,54	19,3	1,51
6	37	2	3,21	0,69	21,5	1,93
7	37	1	6,69	1,75	26,2	4,91
8	52	4	8,10	0,77	9,5	2,15
9	17	0	14,0	1,2	8,7	3,4
10	22	1	16,0	3,6	22,3	10,0
11	70	4	16,7	3,9	23,6	11,0
12	54	1	19,7	3,8	19,1	10,5
13	44	0	35,8	3,5	9,8	9,8
14	39	1	40,7	3,6	8,8	10,1
15	34	0	43,1	2,2	5,2	6,3
16	45	3	70,0	8,2	11,6	22,8

*Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

7 Bibliografía

- 7.1 Bertsch, P.M. and P.R. Bloom. 1996. Aluminium. p.517-550. *In*: Sparks, D.L. (Ed.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical Methods. Number 5 in the Soil Science Society of America Book Series. Soil Science Society of America, Inc., American Society of Agronomy, Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1390p.
- 7.2 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 7.3 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 7.4 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 7.5 USDA (United States Department of Agriculture). 1996. Soil survey laboratory methods manual. Soil Survey Investigations Report N° 42. Version 3.0. U.S. Department of Agriculture, Washington DC, USA, 693p.
- 7.6 VanReeuwijk, L.P.(Ed.). 1986. Procedures for soil analysis. Technical Paper 9. International Soil Reference and Information Centre, Wageningen, The Netherlands. 106 p.

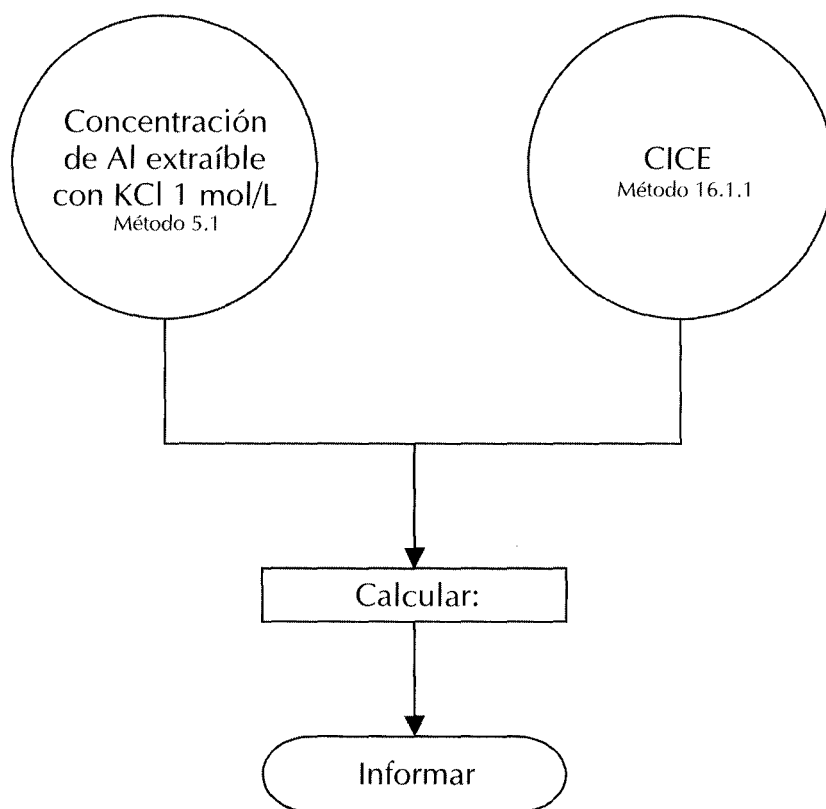


Figura 5.3-1. Diagrama de flujo del Método 5.3.

6 FÓSFORO

6.1 EXTRACCIÓN CON SOLUCIÓN DE BICARBONATO DE SODIO 0,5 mol/L A pH 8,5 Y DETERMINACIÓN COLORIMÉTRICA DEL AZUL DE MOLIBDENO.

1 Principio y alcance

- 1.1 Este método se usa como un índice del P disponible en suelos y se conoce como "P-Olsen". La utilidad del extractante se basa en que la solución de bicarbonato de sodio reduce la concentración de los iones calcio, aluminio y hierro(III) por precipitación de carbonato de calcio e hidróxidos de aluminio y hierro(III) y libera así iones fosfato a la solución.
- 1.2 La muestra de suelo se extrae con una solución de bicarbonato de sodio 0,5 mol/L a pH 8,5 y el fósforo en el extracto se determina por colorimetría mediante el método del azul de molibdeno usando ácido ascórbico como reductor.
- 1.3 Este método es aplicable en todos los tipos de suelos.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Agitador magnético (no indispensable).
- 2.2 Frascos de plástico de base cuadrada de 150 mL de capacidad.
- 2.3 Agitador recíproco.
- 2.4 Papel filtro de tamaño de poro $< 8 \mu\text{m}$, libre de P.
- 2.5 Espectrofotómetro que cubra el rango de 800-900 nm, con celdas de una longitud de paso de luz de 10 mm.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 ($\text{CE} \leq 0,2 \text{ mS/m}$ a 25°C) y con un $\text{pH} > 5,6$.

- 3.1 Solución de hidróxido de sodio, NaOH, 1 mol/L.
Disolver 40 g de NaOH en agua. Enfriar y diluir a 1 L con agua. Guardar en un envase de polietileno herméticamente cerrado.
- 3.2 Solución de bicarbonato de sodio, NaHCO_3 , 0,5 mol/L a pH 8,5.
Disolver 42,0 g (exactitud 0,1 g) de NaHCO_3 en agua y diluir a 1000 mL. Ajustar a $\text{pH} 8,50 \pm 0,02$ con solución de NaOH (3.1). Guardar en envase de polietileno.

Nota 1

Verificar y reajustar el pH de esta solución inmediatamente antes del uso, debido a que cambia en el tiempo y tiene incidencia en la solubilización de P.

3.3 Solución de bicarbonato de sodio, NaHCO_3 , 1 mol/L a pH 8,5.
Disolver 84,0 g (exactitud 0,1 g) de NaHCO_3 en agua y diluir a 1000 mL. Ajustar a pH $8,50 \pm 0,02$ con solución de NaOH (3.1). Guardar en envase de polietileno.

3.4 Carbón activado que de una absorbancia del blanco $\leq 0,015$ unidades.

Nota 2

Si el blanco da una absorbancia $> 0,015$ unidades, preparar el carbón como sigue:

- Pesar 100 g de carbón en un vaso de 1000 mL.
- Agregar 400 mL de la solución de NaHCO_3 1 mol/L (3.3).
- Agitar con un agitador magnético durante 2 h.
- Filtrar por un papel libre de fósforo.
- Lavar con agua hasta que el pH del lavado sea $7,0 \pm 0,1$.
- Secar a $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$.

3.5 Ácido sulfúrico 2,5 mol/L.

Lentamente agregar 141 mL de ácido sulfúrico, H_2SO_4 96%, $d = 1,84$ kg/L, a alrededor de 800 mL de agua bajo agitación constante. Una vez frío, diluir a 1000 mL con agua.

3.6 Solución de molibdato de amonio.

Disolver 12,0 g de heptamolibdato de amonio tetrahidrato, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, en 250 mL de agua.

3.7 Solución de tartrato de potasio y antimonio.

Disolver 0,30 g de tartrato de potasio y antimonio (III) hemihidrato, $\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$, en 100 mL de agua.

3.8 Reactivo mezclado.

En un matraz aforado de 2000 mL mezclar:

- 1000 mL de ácido sulfúrico 2,5 mol/L (3.5),
- 250 mL de solución de molibdato de amonio (3.6),
- 100 mL de solución de tartrato de potasio y antimonio (3.7) y
- agua hasta enrasar.

Nota 3

Guardar este reactivo en botella de vidrio, en la oscuridad y en un lugar frío.

3.9 Reactivo para desarrollo de color.

Agregar a un matraz aforado de 1000 mL:

- 250 mL de reactivo mezclado (3.8),
- 1,25 g de ácido ascórbico, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$, disolver, y
- agua hasta 1 L.

Nota 4

Este reactivo debe prepararse cuando se requiera y no guardarse por más de 24 horas.

3.10 Solución estándar de fósforo, 1000 mg/L de P.

3.10.1 Disponible en el comercio.

3.10.2 Disolver 4,390 g (exactitud 0,001) g de fosfato dihidrógeno de potasio, KH_2PO_4 secado a $105^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ durante 2 h, en agua en un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua.

3.11 Solución estándar de fósforo, 10 mg/L de P.

Diluir 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de P (3.10.1 o 3.10.2) a 1000 mL con agua.

3.12 Serie de estándares de fósforo.

A siete matraces aforados de 100 mL agregar:

- 0-1-2-5-10-25-50 mL de la solución estándar de 10 mg/L de P (3.11),
- 50 mL de solución de bicarbonato de sodio 1 mol/L (3.3) y
- agua hasta enrasar.

Esta serie contiene: 0,0-0,1-0,2-0,5-1,0-2,5 y 5,0 mg/L de P.

Nota 5

Estas soluciones son estables por un mes.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar 2,5 g (exactitud 0,01 g) de muestra, seca al aire y < 2mm (Método 1.1), en un frasco de plástico (2.2). Incluir dos blancos y una muestra de referencia por cada 20 muestras.

Nota 6

El tamaño y forma del envase son de relevancia, pues inciden en la cantidad de P solubilizado.

- 4.2 Agregar 0,3 g de carbón activado (3.4).
- 4.3 Agregar 50 mL de solución de bicarbonato de sodio 0,5 mol/L (3.2).
- 4.4 Tapar los frascos e inmediatamente agitar a 180 golpes/min, exactamente por 30 minutos a 20-25 °C, en un agitador recíproco (2.3).
- 4.5 Una vez finalizada la agitación, filtrar inmediatamente a través de un papel filtro (2.4).

Nota 7

Si un filtrado sale coloreado, agregar carbón activado al filtro y volver a filtrar. Si persiste la coloración, hacer un blanco mezclando 5 mL de filtrado con 20 mL de agua y leer la absorbancia según el punto 4.9. Usar el valor obtenido en los cálculos (5.2 y 5.3).

- 4.6 Transferir 5 mL de la serie de estándares (3.12), de los blancos y de los extractos de las muestras a recipientes de vidrio.
- 4.7 Lentamente agregar 20 mL del reactivo para desarrollo de color (3.9) agitando suavemente para liberar el CO₂.
- 4.8 Dejar reposar por 60 min.
- 4.9 Leer la absorbancia contra agua a 880 nm.

Nota 8

El complejo de color azul alcanza su máxima intensidad después de 1 hora y es estable al menos por 10 horas.

Nota 9

Si la intensidad del color desarrollado en la muestra es mayor que la del estándar más alto, reducir la alícuota de 5 mL a un volumen menor, agregar suficiente solución de bicarbonato de sodio (3.2) para completar el volumen de 5 mL y desarrollar color.

5 Cálculos

- 5.1 Dibujar una curva de calibración con las concentraciones de P en la serie de estándares (3.12) en el eje de las X y las absorbancias en el eje de las Y. Obtener la ecuación de regresión de mejor ajuste.

Nota 9

El coeficiente de regresión, R², debe ser > 0,99. De lo contrario, repetir las determinaciones.

- 5.2 Calcular las concentraciones de P en el extracto de la muestra y en los blancos por resolución de la ecuación de regresión.

5.3 Calcular la concentración de P en la muestra según:

$$P \text{ (mg/kg)} = (a - b) \times D \times 20$$

donde:

- a = mg/L de P en el extracto de la muestra
- b = mg/L promedio de P en los blancos
- D = factor de dilución del extracto de la muestra (si se requiere)

6 Informes

6.1 Informar los resultados obtenidos en 5.3, sin decimales, como:

- P-Olsen = ... mg/kg

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de P extraíble con bicarbonato de sodio 0,5 mol/L a pH 8,5 (P-Olsen), obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 6.1-1.

Cuadro 6.1-1. Repetibilidad* de la determinación de P extraíble con bicarbonato de sodio 0,5 mol/L a pH 8,5 (P-Olsen)

Muestra Nº	Nº de laboratorios participantes	Nº de resultados aceptados	Media (mg/kg)	Desviación estándar de la repetibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	Límite de repetibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	17	32	1,4	0,33	23,0	0,9
2	10	20	2,7	0,07	2,6	0,2
3	21	42	3,4	0,21	6,1	0,6
4	19	38	4,2	0,12	2,8	0,3
5	22	44	9,1	0,29	3,1	0,8
6	22	40	9,4	0,60	6,4	1,7
7	20	40	12,2	0,32	2,6	0,9
8	23	46	12,7	0,47	3,7	1,3
9	17	34	13,5	0,38	2,8	1,1
10	20	40	25,6	0,64	2,5	1,8
11	21	42	27,2	1,04	3,8	2,9
12	19	38	38,1	1,49	3,9	4,2
13	15	28	43,9	1,07	2,4	3,0

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de P extraíble con bicarbonato de sodio 0,5 mol/L a pH 8,5 (P-Olsen), obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la (CNA-SCCS), entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 6.1-2.

Cuadro 6.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de P extraíble con bicarbonato de sodio 0,5 mol/L a pH 8,5 (P-Olsen)

Muestra Nº	Nº de resultados aceptados	Nº de resultados no aceptados	Media (mg/kg)	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	83	4	0,9	0,5	62	1,5
2	24	1	1,1	0,7	60	1,9
3	40	2	1,5	0,8	55	2,3
4	83	2	1,5	0,6	41	1,7
5	48	3	1,8	0,8	43	2,2
6	75	1	3,2	1,1	34	3,0
7	38	0	4,2	0,6	15	1,8
8	31	1	5,8	3,0	51	8,4
9	19	0	7,0	1,1	16	3,1
10	45	6	7,0	2,0	29	5,7
11	49	2	7,7	1,0	13	2,9
12	64	0	9,3	1,1	12	3,0
13	18	1	10	3,2	31	9
14	63	3	11	3,2	30	9
15	63	0	12	1,8	15	5
16	51	0	13	1,5	12	4
17	63	4	13	2,8	21	8
18	32	0	21	2,6	13	7
19	45	3	24	6,9	29	19
20	40	0	26	4,4	17	12
21	44	0	27	3,1	11	9
22	22	1	28	2,8	20	8
23	57	3	37	4,6	12	13
24	44	3	45	10,5	23	29
25	11	0	48	4,5	10	13
26	20	0	52	8,3	16	23
27	11	0	52	8,5	16	24
28	20	0	55	9,7	18	27
29	20	0	236	52	22	145
30	38	2	287	56	20	157

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 Kuo, S. 1996. Phosphorus. p.869-920. *In: Sparks, D.L. et al.* (Eds.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical Methods. Soil Science Society of America Book Series Number 5. Soil Science Society of America, Inc., American Society of Agronomy, Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1390 p.
- 9.3 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.4 NCh2058. 1999. Suelos - Determinación del fósforo extraíble con solución de bicarbonato de sodio. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile. 5 p.
- 9.5 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.

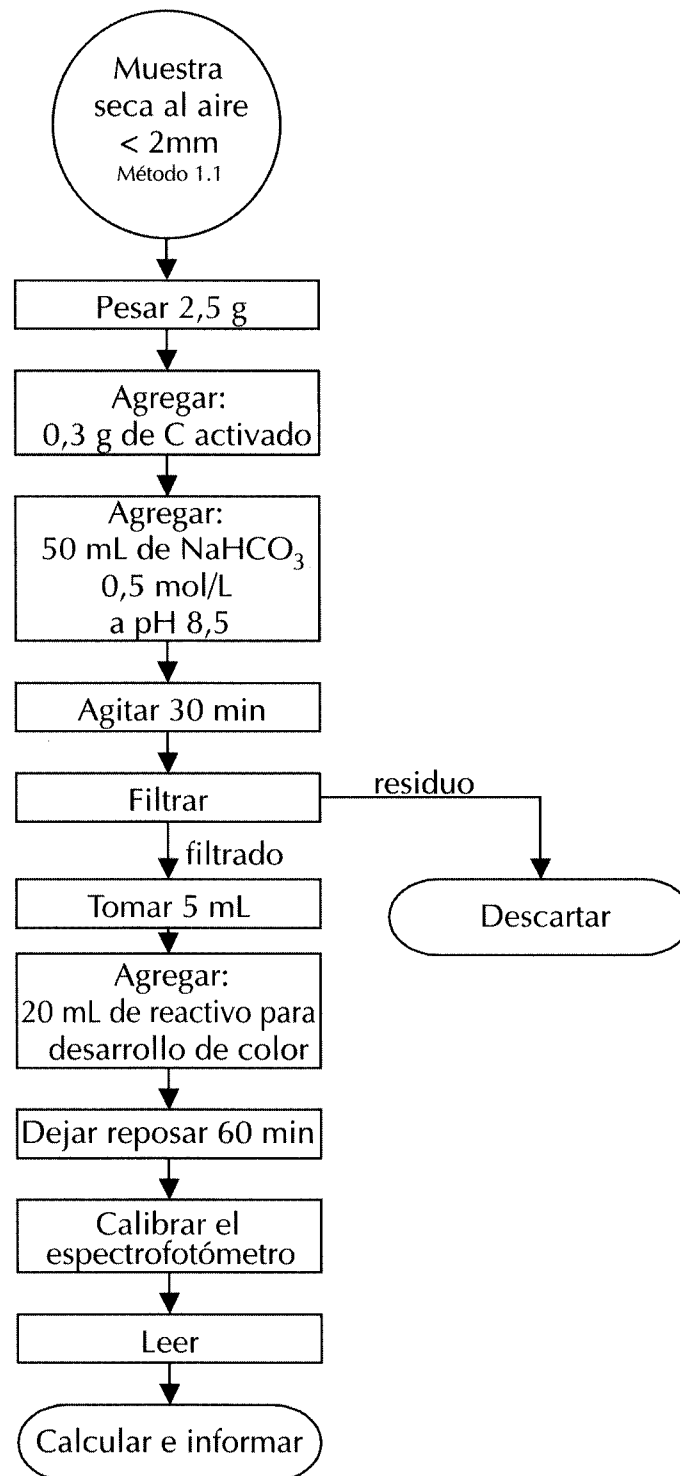


Figura 6.1-1. Diagrama de flujo del Método 6.1.

6 FÓSFORO

6.2 CAPACIDAD TAMPÓN DE FÓSFORO (CP)

6.2.1 Incubación con fósforo a 60°C por 24 h.

1 Principio y alcance

- 1.1 La capacidad tampón de fósforo (CP) es la cantidad de P, expresada en kg, necesaria para subir en 1 mg/kg el P-Olsen de una hectárea de suelo hasta una profundidad de 0,20 m.
- 1.2 El método consiste en incubar un volumen de suelo, a 60°C por 24 h, con y sin adición de fósforo y determinar luego el P-Olsen (extracción con solución de bicarbonato de sodio 0,5 mol/L a pH 8,5). Para calcular la capacidad tampón de fósforo (CP) se divide el P agregado por la diferencia entre el P-Olsen de la muestra incubada con y sin adición de P, y el resultado se multiplica por 2.
- 1.3 Este método es aplicable a todos los suelos.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Medida de acero inoxidable que entregue un volumen de 3 mL.
- 2.2 Frascos de plástico de base cuadrada de 150 mL de capacidad.
- 2.3 Estufa de incubación que permita mantener 60°C.
- 2.4 Agitador recíproco.
- 2.5 Papel filtro de tamaño de poro < 8 µm.
- 2.6 Espectrofotómetro que cubra el rango de 800-900 nm, con celda de una longitud de paso de luz de 10 mm.
- 2.7 Agitador magnético (no indispensable).

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 (CE ≤ 0,2 mS/m a 25°C) y con un pH > 5,6.

- 3.1 Cloroformo, triclorometano, CHCl₃.
Alternativa: Timol, C₁₀H₁₄O.
- 3.2 Carbón activado que de una absorbancia del blanco ≤ 0,015 unidades.

Nota 1

Si el blanco da una absorbancia > 0,015 unidades, tratar el carbón como sigue:

- Pesar 100 g de carbón en un vaso de 1000 mL.
- Agregar 400 mL de la solución de bicarbonato de sodio (3.5).

- Agitar con un agitador magnético durante 2 h.
- Filtrar por un papel libre de fósforo.
- Lavar con agua hasta que el pH del lavado sea $7,0 \pm 0,1$.
- Secar a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

3.3 Solución de hidróxido de sodio, NaOH, 1 mol/L.

Disolver 40 g de NaOH en agua. Enfriar y diluir a 1 L con agua. Guardar en un envase de polietileno herméticamente cerrado.

3.4 Solución de bicarbonato de sodio, NaHCO_3 , 0,56 mol/L, pH 8,5.

Disolver 46,7 g (exactitud 0,1 g) de NaHCO_3 en agua y diluir a 1000 mL. Ajustar a pH $8,50 \pm 0,02$ con solución de NaOH (3.3). Guardar en envase de polietileno.

Nota 2

Verificar y reajustar el pH de esta solución inmediatamente antes del uso, debido a que cambia en el tiempo y tiene incidencia en la liberación de P.

3.5 Solución de bicarbonato de sodio, NaHCO_3 , 1 mol/L, pH 8,5.

Disolver 84,0 g (exactitud 0,1 g) de NaHCO_3 en agua y diluir a 1000 mL. Ajustar a pH $8,50 \pm 0,02$ con solución de NaOH (3.3). Guardar en envase de polietileno.

3.6 Ácido sulfúrico 2,5 mol/L.

A alrededor de 800 mL de agua, agregar lentamente 141 mL de ácido sulfúrico, H_2SO_4 densidad = 1,84 g/mL, bajo agitación constante. Una vez frío, diluir a 1 L con agua.

3.7 Solución de molibdato de amonio.

Disolver 12,0 g de heptamolibdato de amonio tetrahidrato, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, en 250 mL de agua.

3.8 Solución de tartrato de potasio y antimonio.

Disolver 0,30 g de tartrato de potasio y antimonio(III) hemihidrato, $\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$, en 100 mL de agua.

3.9 Reactivo mezclado.

En un matraz aforado de 2000 mL mezclar:

- 1000 mL de ácido sulfúrico 2,5 mol/L (3.6),
- 250 mL de solución de molibdato de amonio (3.7),
- 100 mL de solución de tartrato de potasio y antimonio (3.8) y
- agua hasta enrasar.

Nota 3

Guardar este reactivo en botella de vidrio, en la oscuridad y en un lugar frío.

3.10 Reactivo para desarrollo de color.

Agregar a un matraz o vaso marcado a 1 L:

- 250 mL de reactivo mezclado (3.9),
- 1,25 g de ácido ascórbico, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$, disolver, y
- agua hasta 1 L.

Nota 4

Este reactivo debe prepararse cuando se requiera y no debe guardarse por más de 24 horas.

3.11 Solución estándar de fósforo, 1000 mg/L de P.

3.11.1 Disponible en el comercio.

3.11.2 En un matraz aforado de 1000 mL disolver en agua 4,390 g (exactitud 0,001 g) de fosfato dihidrógeno de potasio, KH_2PO_4 secado a $105^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ durante 2 h, y enrasar con agua.

3.12 Solución de fósforo de 100 mg/L.

Diluir 100 mL de la solución de fósforo de 1000 mg/L (3.11) a 1000 mL con agua.

3.13 Solución estándar de fósforo, 10 mg/L de P.

Diluir 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de P (3.11) en un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua.

3.14 Serie de estándares de fósforo.

A seis matraces aforados de 100 mL agregar:

- 0-1-2-5-10-25 mL de la solución estándar de 10 mg/L de P (3.13),
- 50 mL de solución de bicarbonato de sodio 1 mol/L (3.5),
- agua hasta enrasar.

Esta serie contiene: 0,0-0,1-0,2-0,5-1,0-2,5 mg/L de P.

Nota 5

Estas soluciones son estables por un mes.

4 Procedimiento

- 4.1 Medir 3 mL de muestra, seca al aire y < 2 mm (Método 1.1), y pesar (exactitud 0,01 g), en 2 frascos (2.2).
- 4.2 A un frasco agregar 5 mL de agua y al otro 5 mL de la solución de P de 100 mg/L (3.12).
- 4.3 Agregar a cada frasco una gota de cloroformo o un cristal de timol (3.1).
- 4.4 Tapar e incubar a 60°C por 24 horas.
- 4.5 Agregar 0,3 g de carbón activado (3.2).
- 4.6 Agregar 45 mL de solución de bicarbonato de sodio 0,56 mol/L (3.4).
- 4.7 Tapar los frascos e inmediatamente agitar a 180 golpes/min, exactamente por 30 minutos a 20°C a 25°C, en un agitador recíproco (2.4).
- 4.8 Una vez finalizada la agitación, filtrar inmediatamente a través de un papel filtro (2.5) libre de fósforo.
- 4.9 Transferir con pipeta 5 mL de la serie de estándares (3.14) y de los extractos de las muestras a recipientes de vidrio.
- 4.10 Lentamente agregar 20 mL de reactivo para desarrollo de color (3.10) agitando suavemente para liberar el CO₂.
- 4.11 Dejar reposar por 60 min.
- 4.12 Medir la absorbancia contra agua a 880 nm en un espectrofotómetro (2.5).

Nota 6

El complejo de color azul alcanza su máxima intensidad después de 1 hora y es estable al menos por 10 horas.

5 Cálculos

- 5.1 Dibujar una curva de calibración con las concentraciones de P en la serie de estándares (3.14) en el eje de las X y las absorbancias en el eje de las Y. Obtener la ecuación de regresión de mejor ajuste.

Nota 7

El coeficiente de regresión, R², debe ser > 0,99. De lo contrario, repetir las determinaciones.

- 5.2 Calcular las concentraciones de P en el extracto de la muestra incubada con y sin adición de P por resolución de la ecuación de regresión.
- 5.3 Calcular las concentraciones de P en la muestra con y sin adición de P según:

$$P \text{ (mg/kg)} = \frac{a}{s} \times 50$$

donde:

- a = mg/L de P en el extracto de la muestra
s = masa en g del volumen de suelo incubado

- 5.4 Calcular la capacidad tampón de fósforo (CP) según:

$$CP = \frac{500}{v \times (P_p - P_0)} \times 2$$

donde:

- CP = kg/ha de P necesarios para subir en 1 mg/kg el P-Olsen del suelo hasta una profundidad de 0,20 m
v = volumen, en mL, de suelo incubado
P_p = mg/kg de P-Olsen en la muestra incubada con adición de P
P₀ = mg/kg de P-Olsen en la muestra incubada sin adición de P

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.4, sin decimales, como:
- Capacidad tampón de fósforo (CP) = ... kg/(ha-0,2 m)*
- * kg de P necesarios para subir en 1 mg/kg el P-Olsen de una hectárea de suelo hasta una profundidad de 0,2 m.

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de la capacidad tampón de fósforo (CP), obtenida por comparación interlaboratorios realizada entre 2004 y 2005 por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), se presenta en el Cuadro 6.2.1-1.

Cuadro 6.2.1-1. Repetibilidad* de la determinación de la capacidad tampón de fósforo (CP)

Muestra N°	1	2
N° de laboratorios participantes	19	20
N° de resultados aceptados	38	38
Media (P kg/(ha.0,2m))	30	33
Desviación estándar de la repetibilidad = s _r	1,8	1,5
Coficiente de variación de la repetibilidad (%)	5,8	4,6
Límite de repetibilidad = r = (2,8 x s _r)	5	4

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de la capacidad tampón de fósforo (CP), obtenida por comparación interlaboratorios realizada entre 2004 y 2005 por la CNA-SCCS, se presenta en el Cuadro 6.2.1-2.

Cuadro 6.2.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de la capacidad tampón de fósforo (CP)

Muestra N°	1	2	3	4	5	6
N° de resultados aceptados	24	20	38	38	24	44
N° de resultados no aceptados	1	0	0	1	1	0
Media	12	28	30	33	36	41
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	2,6	7,4	5,7	5,4	9,5	9,2
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	23	27	19	17	27	22
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	7	21	16	15	27	26

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 Barrow, N.J. and R.E. Mendoza. 1990. Equations for describing sigmoid yield responses and their application to some phosphate responses by lupins and by subterranean clover. *Fertilizer Res.* 22, 181-188.
- 9.2 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.3 Mora, M.L. and N.J. Barrow. 1996. The effects of time of incubation on the relation between charge and pH of soil. *European J. Soil Sci.* 47, 131-136.
- 9.4 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.5 NCh2058. 1999. Suelos - Determinación del fósforo extraíble con solución de bicarbonato de sodio. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile. 5 p.
- 9.6 Sadzawka R., A. y Campillo R. 2004. Capacidad tampón de fósforo. Validación en terreno de la determinación de laboratorio. 55º Congreso Agronómico de Chile, Universidad Austral de Chile, Valdivia, Chile.
- 9.7 Sadzawka R., A. y R. Molina M. 2004. Capacidad tampón de fósforo. Método de determinación en el laboratorio. XVI Congreso Latinoamericano de la Ciencia del Suelo, Cartagena de Indias, Colombia.
- 9.8 Sadzawka R., A., M.L. Mora G., R. Grez Z. y H. Flores P. 2003. Capacidad tampón de fósforo, parámetro relevante para la rentabilidad agrícola-ambiental?. Manejo sustentable de suelos chilenos, Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo, Boletín N° 19, Chillán, Chile, 211-216.

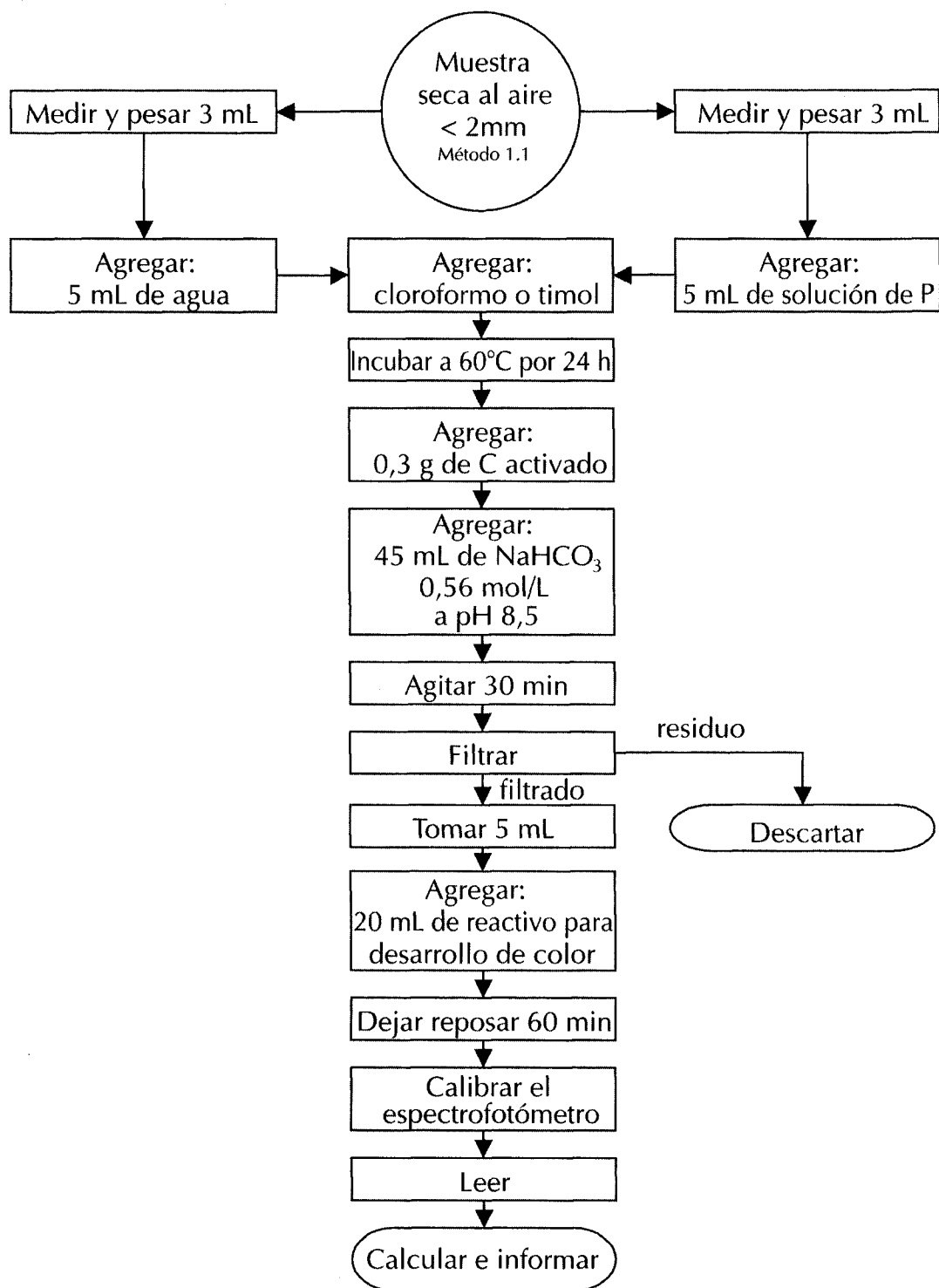


Figura 6.2.1-1. Diagrama de flujo del Método 6.2.1.

7 CARBONO ORGÁNICO Y MATERIA ORGÁNICA

7.1 OXIDACIÓN CON DICROMATO EN MEDIO ÁCIDO Y DETERMINACIÓN COLORIMÉTRICA DEL CROMATO REDUCIDO

1 Principio y alcance

- 1.1 El método consiste en una oxidación de la materia orgánica con una mezcla de dicromato y ácido sulfúrico. Después de la reacción se mide colorimétricamente el cromato reducido.
- 1.2 Este método es aplicable a todos los suelos minerales (carbono orgánico < 20%).

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro rango visible con cubetas de 10 mm de paso de luz.
- 2.2 Plancha aislante.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 2 según la NCh426/2 ($CE \leq 0,5$ mS/m a 25°C).

3.1 Ácido sulfúrico, H_2SO_4 96% $d=1,84$ kg/L.

3.2 Solución de dicromato de sodio 0,5 mol/L.

Disolver 149 g de dicromato de sodio, $Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$, en agua y diluir a 1000 mL.

Nota 1

La solubilidad del dicromato de sodio dihidrato (1800 g/L a 20°C) es mayor que la del dicromato de potasio (120 g/L a 20°C), lo que permite aumentar la concentración de dicromato y, por lo tanto, aplicar el método en un mayor rango de concentraciones de carbono orgánico.

3.3 Solución estándar de sacarosa, 100 mg/mL de C.

Disolver 238 g de sacarosa, $C_{12}H_{22}O_{11}$, en agua y diluir a 1000 mL.

3.4 Serie de estándares de sacarosa.

A seis matraces aforados de 100 mL agregar:

→ 0-10-20-30-40-50 mL de la solución estándar de sacarosa 100 mg/mL de C (3.3),

→ agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene: 0-10-20-30-40-50 mg de C por 1 mL de solución

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar entre 1 g y 2 g (exactitud 0,01 g) de muestra seca al aire y < 2mm (Método 1.1) en un matraz Erlenmeyer de 125 mL a 150 mL. Incluir dos blancos (matraces sin muestra) y seis matraces con 1 mL de la serie de estándares de sacarosa (3.4).

Nota 2

También puede usarse el suelo seco a 105°C ± 5°C después de la determinación del contenido de agua (Método 2.1).

Nota 3

Si el contenido de materia orgánica del suelo es mayor de 10%, pesar 0,2 g (exactitud 0,001 g).

- 4.2 Agregar 10 mL de solución de dicromato de sodio 0,5 mol/L (3.2).
- 4.3 Agregar cuidadosa y rápidamente 20 mL de ácido sulfúrico (3.1) mientras se agita la suspensión para evitar puntos localizados de ebullición.
- 4.4 Agitar y dejar reposar sobre una plancha aislante (2.2) bajo campana durante 30 minutos.
- 4.5 Agregar 70 mL de agua.
- 4.6 Mezclar y dejar reposar durante la noche.
- 4.7 Leer la absorbancia del sobrenadante claro a 600 nm, cuidando de no disturbar el sedimento del fondo del matraz.

5 Cálculos

- 5.1 Dibujar una curva de calibración con los mg de carbono de la serie de estándares de sacarosa (3.4) en el eje de las X y las absorbancias en el eje de las Y. Obtener la ecuación de regresión de mejor ajuste.

Nota 4

El coeficiente de regresión, R^2 , debe ser > 0,99. De lo contrario, repetir las determinaciones

- 5.2 Calcular los contenidos de C en la muestra y en los blancos por resolución de la ecuación de regresión.
- 5.3 Calcular la concentración de carbono en la muestra según:
- 5.3.1 En los suelos de pH > 6,5:

$$\text{Carbono orgánico (\%)} = \frac{a - b}{10 \times s}$$

donde:

- a = mg de C en la muestra
b = mg promedio de C en los blancos
s = masa en g de la muestra

- 5.3.2 En los suelos de pH ≤ 6,5:

$$\text{Carbono orgánico (\%)} = \frac{a - b}{10 \times s} \times 1,16$$

donde:

- a = mg de C en la muestra
b = mg promedio de C en los blancos

- s = masa en g de la muestra
 1,16 = factor de relación con el método de titulación (Walkley y Black)

5.4 Alternativamente, calcular la concentración de materia orgánica en la muestra según:

$$\text{Materia orgánica (\%)} = \text{carbono orgánico (\%)} \times 1,724$$

donde:

- 1,724 = factor de conversión

6 Informes

6.1 Informar el resultado obtenido en 5.3 (5.3.1 o 5.3.2), con un decimal, como:

- Carbono orgánico = ... %

6.2 Alternativamente, informar el resultado obtenido en 5.4, con un decimal, como:

- Materia orgánica = ... %

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de materia orgánica, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 1998 y 2005, se presenta en el Cuadro 7.1-1.

Cuadro 7.1-1. Repetibilidad* de la determinación de materia orgánica

Muestra Nº	Nº de laboratorios participantes	Nº de resultados aceptados	Media (%)	Desviación estándar de la repetibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	Límite de repetibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	21	42	1,76	0,13	7,25	0,36
2	19	38	2,17	0,10	4,83	0,29
3	15	30	2,67	0,15	5,60	0,42
4	10	20	2,73	0,07	2,57	0,20
5	20	40	2,83	0,20	7,20	0,57
6	21	42	7,61	0,22	2,87	0,61
7	22	44	10,6	0,19	1,79	0,53
8	19	38	10,7	0,24	2,23	0,67
9	17	34	10,7	0,26	2,45	0,74
10	23	46	12,2	0,32	2,59	0,89
11	20	40	15,1	0,18	1,20	0,50
12	22	44	24,8	0,77	3,08	2,14

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de materia orgánica, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la (CNA-SCCS), entre 1998 y 2004, se presenta en el Cuadro 7.1-2.

Cuadro 7.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de materia orgánica

Muestra Nº	Nº de resultados aceptados	Nº de resultados no aceptados	Media (%)	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	23	2	0,7	0,25	35,3	0,7
2	22	0	1,0	0,25	26,0	0,7
3	35	1	1,6	0,22	13,8	0,6
4	46	0	1,8	0,20	11,3	0,6
5	58	0	2,2	0,31	14,2	0,9
6	19	1	2,5	0,33	13,5	0,9
7	10	0	2,6	0,19	7,4	0,5
8	27	0	2,6	0,34	12,0	1,0
9	34	0	2,6	0,20	7,5	0,5
10	37	3	2,7	0,42	15,7	1,2
11	50	1	2,7	0,29	11,0	0,8
12	10	0	2,8	0,20	7,3	0,6
13	43	1	2,9	0,34	12,0	1,0
14	17	2	4,8	0,31	6,5	0,9
15	18	1	5,1	0,55	10,7	1,5
16	80	2	6,0	0,54	9,1	1,5
17	55	0	7,5	0,69	9,1	1,9
18	54	1	9,2	1,04	11,3	2,9
19	50	1	10,5	0,85	8,0	2,4
20	62	2	10,6	0,64	6,0	1,8
21	42	0	10,6	1,15	10,9	3,2
22	44	0	10,7	1,73	16,2	4,8
23	53	0	12,1	1,01	8,3	2,8
24	61	1	15,0	1,03	6,9	2,9
25	43	2	18,1	1,71	9,5	4,8
26	23	0	18,2	1,11	6,1	3,1
27	27	1	19,1	2,72	14,3	7,6
28	30	2	20,2	1,95	9,7	5,5
29	49	0	24,9	2,47	9,9	6,9
30	19	1	31,6	3,86	12,2	10,8

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.3 Metson, A.J., L.C. Blakemore and D.A. Rhoades. 1979. Methods for the determination of soil organic carbon: a review, and application to New Zealand soils. *New Zealand Journal of Science* 22, 205-228.
- 9.4 Schulte, E.E. 1995. Recommended soil organic matter tests. Chapter 8. *In*: Horton, M.L. (Ed.). Recommended soil testing procedures for the northeastern United States. 2nd Edition. Northeastern Regional Publication N° 493. Disponible en: http://ag.udel.edu/extension/Information/Soil_Testing/title-95.htm.

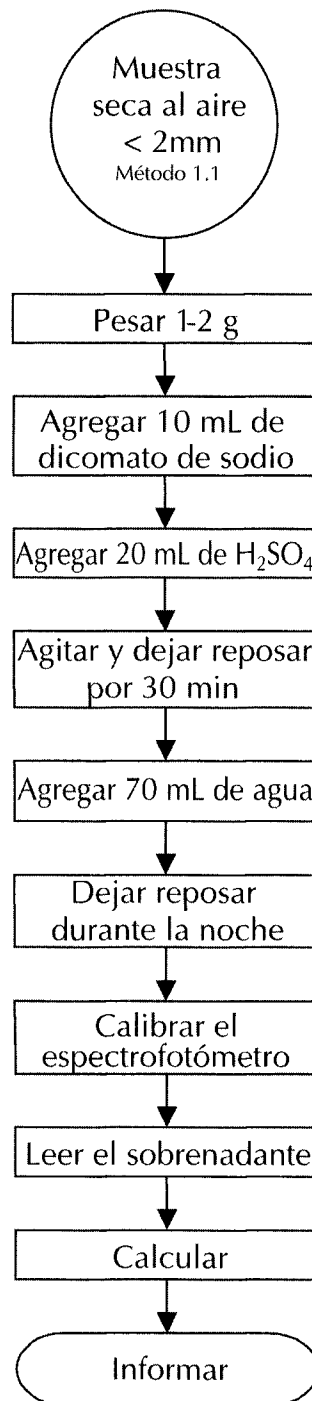


Figura 7.1-1. Diagrama de flujo del Método 7.1.

7 CARBONO ORGÁNICO Y MATERIA ORGÁNICA

7.2 PÉRDIDA POR CALCINACIÓN

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra de suelo se calcina a 360°C y se determina la pérdida de masa. Debido a que la calcinación volatiliza otras sustancias además de la materia orgánica, se informa como pérdida por calcinación.
- 1.2 En los suelos ubicados entre la Regiones I y Metropolitana se puede estimar semicuantitativamente el porcentaje de materia orgánica multiplicando por 0,8 el porcentaje de pérdida por calcinación.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Mufla.
- 2.2 Crisoles o cápsulas de porcelana, cuarzo o metal, o vasos Pyrex, de 20 mL.
- 2.3 Desecador.

3 Procedimiento

- 3.1 Colocar entre 5 g y 10 g (exactitud 0,01 g) de muestra seca al aire y < 2mm (Método 1.1) en un crisol o cápsula pre-pesado.

Nota 1

También puede usarse el suelo seco a 105°C ± 5°C después de la determinación del contenido de agua (Método 2.1) y continuando con el punto 3.4.

- 3.2 Secar en estufa a 105°C ± 5°C durante 2 horas.
- 3.3 Enfriar en desecador y pesar (exactitud 0,01 g).
- 3.4 Colocar en la mufla (2.1) y calentar hasta 360°C. Una vez alcanzada la temperatura, mantenerla por 16 horas.
- 3.5 Enfriar en la mufla hasta 150°C, luego colocar en desecador y pesar (exactitud 0,01 g).

4 Cálculos

- 4.1 Calcular la pérdida por calcinación según:

$$\text{Pérdida por calcinación (\%)} = \frac{a - b}{a - c} \times 100$$

donde:

- a = masa en g del suelo seco a $(105\pm 5)^\circ\text{C}$ + recipiente
- b = masa en g del residuo de calcinación + recipiente
- c = masa en g del recipiente

4.2 Opcionalmente, calcular el contenido mineral según:

$$\text{Contenido mineral (\%)} = 100 - \text{pérdida por calcinación (\%)}$$

4.3 Opcionalmente, estimar el contenido de materia orgánica (aplicable a suelos ubicados entre las Regiones I y Metropolitana), según:

$$\text{Materia orgánica (\%)} = \text{pérdida por calcinación (\%)} \times 0,8$$

5 Informes

5.1 Informar el resultado obtenido en 4.1, con dos cifras significativas, como:

- Pérdida por calcinación = ... %

5.2 Opcionalmente, informar el resultado obtenido en 4.2, con dos cifras significativas, como:

- Contenido mineral = ... %

5.3 Opcionalmente, informar el resultado obtenido en 4.3, con dos cifras significativas, como:

- Materia orgánica estimada de la pérdida por calcinación = ... %

6 Repetibilidad

6.1 La repetibilidad de los análisis de pérdida por calcinación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 1998 por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), se presenta en el Cuadro 7.2-1.

Cuadro 7.2-1. Repetibilidad* de la determinación de pérdida por calcinación

Muestra N°	1
N° de laboratorios participantes	19
N° de resultados aceptados	36
Media (%)	16,3
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,30
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	1,8
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,8

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

7 Reproducibilidad

7.1 La reproducibilidad de los análisis de pérdida por calcinación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 1998 por la CNA-SCCS, se presenta en el Cuadro 7.2-2.

Cuadro 7.2-2. Reproducibilidad* de la determinación de pérdida por calcinación

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7
N° de resultados aceptados	15	15	13	19	14	21	39
N° de resultados no aceptados	0	0	0	2	0	0	0
Media (%)	1,5	2,0	3,1	3,6	3,8	14,6	17,1
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,68	0,74	0,74	0,29	1,27	2,66	3,58
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	46	37	24	8	34	18	21
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	1,9	2,1	2,1	0,8	3,6	7,5	10,0

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8. Bibliografía

- 8.1 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 8.2 Schulte, E.E. 1995. Recommended soil organic matter tests. Chapter 8. *In*: Horton, M.L. (Ed.). Recommended soil testing procedures for the northeastern United States. 2nd Edition. Northeastern Regional Publication N° 493. Disponible en: http://ag.udel.edu/extension/Information/Soil_Testing/title-95.htm.
- 8.3 USDA (United States Department of Agriculture). 1996. Soil survey laboratory methods manual. Soil Survey Investigations Report N° 42. Version 3.0. U.S. Department of Agriculture, Washington DC, USA, 693 p.

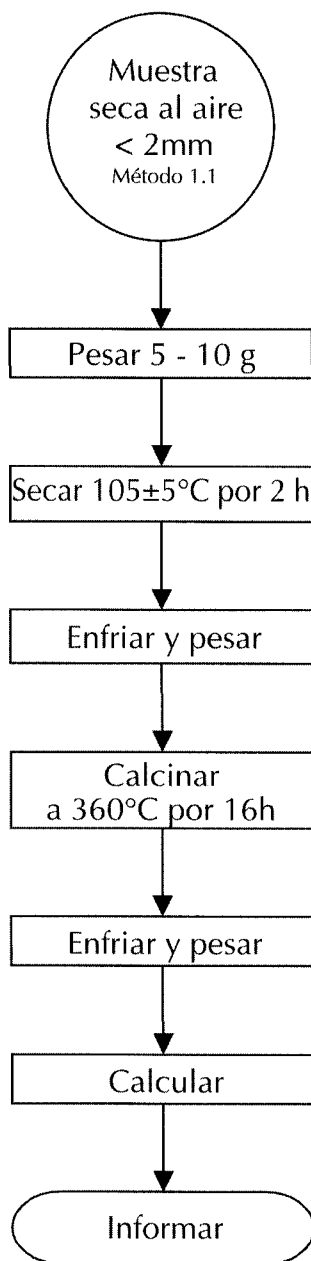


Figura 7.2-1. Diagrama de flujo del Método 7.2.

8 AZUFRE

8.1 EXTRACCIÓN CON SOLUCIÓN DE DIHIDRÓGENO FOSFATO DE CALCIO 0,01 mol/L Y DETERMINACIÓN TURBIDIMÉTRICA

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra de suelo se extrae con una solución de dihidrógeno fosfato de calcio 0,01 mol/L y el S-SO₄ extraído se mide por turbidimetría previa conversión a sulfato de bario (BaSO₄).
- 1.2 Este método se usa para estimar la deficiencia de azufre para las plantas y es recomendado para suelos de baja salinidad (CE < 0,5 dS/m).

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Envases de plástico de base cuadrada, de 150 mL.
- 2.2 Agitador recíproco.
- 2.3 Espectrofotómetro, rango visible, con cubetas de 10 mm de paso de luz.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 (CE ≤ 0,2 mS/m a 25°C).

- 3.1 Solución de dihidrógeno fosfato de calcio 0,01 mol/L.
Disolver 12,6 g de dihidrógeno fosfato de calcio, Ca(H₂PO₄)₂·H₂O, en alrededor de 4 L de agua y diluir a 5 L.
- 3.2 Carbón activado.
Nota 1
Si el carbón contiene S-SO₄, agregar solución de dihidrógeno fosfato de calcio, 0,01 mol/L (3.1). Luego lavar con agua y secar a 105°C.
- 3.3 Ácido acético.
 - 3.3.1 Ácido acético, C₂H₄O₂, 100%, d = 1,05 kg/L.
 - 3.3.2 Ácido acético, C₂H₄O₂, 96%, d = 1,06 kg/L.
- 3.4 Solución de ácido acético 10 mol/L.
Diluir 572 mL de ácido acético 100% (3.3.1) o 590 mL de ácido acético 96% (3.3.2) a 1 L con agua.
- 3.5 Solución de goma arábiga al 5%.
Disolver 2,5 g de goma arábiga en agua caliente, filtrar en caliente, enfriar y diluir a 50 mL.
- 3.6 Solución precipitante.

En un recipiente adecuado agregar:

- 75 mL de solución de ácido acético 10 mol/L (3.4),
- 25 mL de solución de goma arábiga al 5% (3.5),
- 20 g de acetato de bario, $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, disolver calentando y filtrar.

Esta solución debe tener un pH 3,7-4,1.

- 3.7 Solución estándar de azufre, 1000 mg/L de S-SO_4 .
Disolver 5,435 g de sulfato de potasio, K_2SO_4 secado a 150°C, en agua y diluir a 1000 mL.
- 3.8 Solución estándar de azufre, 100 mg/L de S-SO_4 .
Diluir 25 mL de la solución estándar de S-SO_4 de 1000 mg/L (3.7) a 250 mL con solución de dihidrógeno fosfato de calcio 0,01 mol/L (3.1).
- 3.9 Serie de estándares de S-SO_4 .
Transferir 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 100 mg/L de S-SO_4 (3.8) a seis matraces aforados de 100 mL. Enrasar con solución de dihidrógeno fosfato de calcio 0,01 mol/L (3.1).
Esta serie de estándares contiene 0-1-2-5-10-20 mg/L de S-SO_4 .

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar 20 g (exactitud 0,1 g) de muestra seca al aire y < 2mm (Método 1.1) en un envase de plástico de base cuadrada de 150 mL (2.1). Incluir dos blancos y una muestra de referencia por cada 20 muestras.
- 4.2 Agregar aproximadamente 0,5 g de carbón activado (3.2).
- 4.3 Agregar 50 mL de solución de dihidrógeno fosfato de calcio 0,01 mol/L (3.1).
- 4.4 Agitar durante 30 minutos a 180 golpes/min, a una temperatura de 20°C a 25°C y filtrar.
- 4.5 Pipetear 10 mL de los extractos, de los blancos y de la serie de estándares (3.9) en matraces Erlenmeyer de 50 mL o tubos de vidrio.
- 4.6 Agregar 1 mL de solución precipitante (3.6) y mezclar.
- 4.7 Dejar en reposo por 30 minutos, agitar y leer la absorbancia a 440 nm.

Nota 1.

Debe leerse antes de 3 horas.

Nota 2.

En el caso de sobrepasar el rango, repetir la determinación diluyendo los extractos con solución de dihidrógeno fosfato de calcio 0,01 mol/L (3.1).

5 Cálculos

- 5.1 Dibujar una curva de calibración con las concentraciones de S-SO_4 de la serie de estándares (3.9) en el eje de las X y las absorbancias en el eje de las Y. Obtener la ecuación de regresión de mejor ajuste.
Nota 3
El coeficiente de regresión, R^2 , debe ser > 0,99. De lo contrario, repetir las determinaciones.
- 5.2 Calcular las concentraciones de S-SO_4 en el extracto de la muestra y en los blancos por resolución de la ecuación de regresión.

5.3 Calcular la concentración de S-SO₄ en la muestra según:

$$S-SO_4 \text{ (mg/kg)} = (a - b) \times 2,5 \times D$$

donde:

- a = mg/L de S-SO₄ en el extracto de la muestra
- b = mg/L promedio de S-SO₄ en los blancos
- D = factor de dilución del extracto de las muestras (si se requiere)

6 Informe

6.1 Informar el resultado obtenido en 5.3, con un decimal si el valor es < 10, o sin decimales si es ≥ 10, como:

- S-SO₄ extraíble con Ca(H₂PO₄)₂ 0,01 mol/L = ... mg/kg

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de S-SO₄ extraíble con Ca(H₂PO₄)₂ 0,01 mol/L obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 1998 y 2005, se presenta en el Cuadro 8.1-1.

Cuadro 8.1-1. Repetibilidad* de la determinación de S-SO₄ extraíble con Ca(H₂PO₄)₂ 0,01 mol/L

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7
N° de laboratorios participantes	21	20	22	17	20	17	22
N° de resultados aceptados	40	40	38	32	40	32	44
Media (mg/kg)	5,5	8,9	11,6	11,8	14,7	17,8	19,7
Desviación estándar de la repetibilidad = s _r	0,59	0,66	0,64	0,65	0,42	0,57	1,26
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	10,7	7,4	5,5	5,5	2,8	3,2	6,4
Límite de repetibilidad = r = (2,8 × s _r)	1,7	1,8	1,8	1,8	1,2	1,6	3,5

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de S-SO₄ extraíble con Ca(H₂PO₄)₂ 0,01 mol/L, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 1998 y 2005, se presenta en el Cuadro 8.1-2.

Cuadro 8.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de S-SO₄ extraíble con Ca(H₂PO₄)₂ 0,01 mol/L

Muestra Nº	Nº de resultados aceptados	Nº de resultados no aceptados	Media (mg/kg)	Desviación estándar de la reproducibilidad (s _R)	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad (R = 2,8 x s _R)
1	60	2	5,0	2,6	52	7,2
2	27	0	5,2	2,0	39	5,6
3	20	0	7,9	2,5	31	6,9
4	50	0	8,7	2,6	30	7,3
5	48	4	12	3,4	30	10
6	42	2	13	8,9	67	25
7	48	2	14	5,1	37	14
8	59	4	16	3,1	19	9
9	35	2	17	3,1	18	9
10	50	0	20	8,0	41	23
11	28	2	21	4,9	23	14
12	49	1	26	6,4	24	18
13	25	0	55	19,9	36	56
14	80	1	63	20,7	33	58

*Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 42 p.
- 9.2 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.3 PANREAC. 1987. Sulfatos. p. 47-49. *In: Métodos analíticos en alimentaria.* Aguas. Monteplet & Esteban S.A. 169 p.
- 9.4 Sinclair, A.G. 1973. An "AutoAnalyzer" method for determination of extractable sulphate in soil. *N.Z. J. Agric. Res.* 16:293-300.
- 9.5 Sing, R., D.K. Bhumbra and R.F. Keefer. 1995. Recommended soil sulphate-S tests. Chapter 7. *In: Horton, M.L. (Ed.). Recommended soil testing procedures for the Northeastern United States.* Delaware Cooperative Extension, USA. 2nd Edition. Northeastern Regional Publication Nº 493. Disponible en: http://ag.udel.edu/extension/Information/Soil_Testing/title-95.htm.

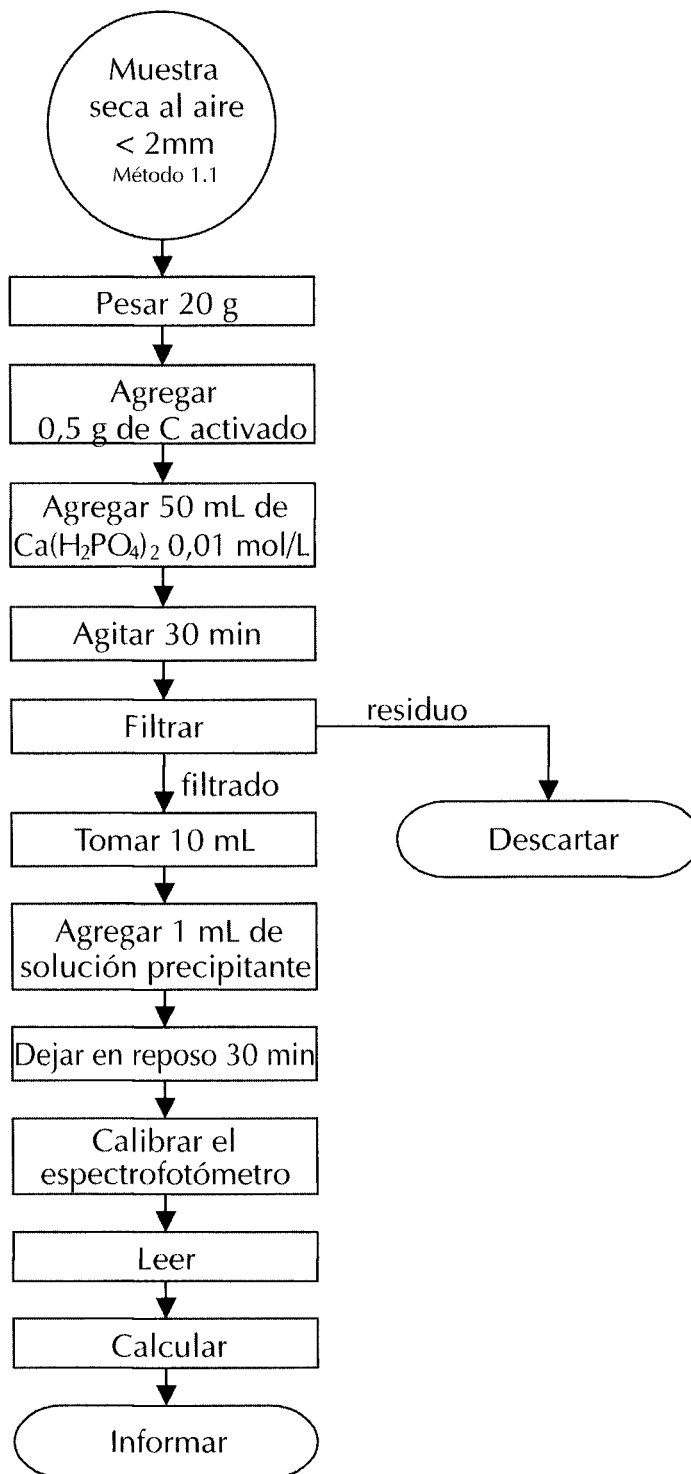


Figura 8.1-1. Diagrama de flujo del Método 8.1.

8 AZUFRE

8.2 EXTRACTO DE SATURACIÓN Y DETERMINACIÓN POR COLORIMETRÍA CON CROMATO DE BARIO

1 Principio y alcance

- 1.1 El extracto de saturación obtenido por el Método 9.1, punto 4.3, se trata con una solución ácida de cromato de bario para precipitar el SO_4^{-2} como sulfato de bario. El exceso de cromato de bario se precipita por alcalinización y el cromato libre, equivalente a la cantidad de SO_4^{-2} presente, se determina por colorimetría.
- 1.2 Este método es recomendado para los suelos afectados por sales ($\text{CE} \geq 0,5 \text{ dS/m}$).

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro visible con celdas de una longitud de paso de luz de 10 mm.
- 2.2 Papel filtro de tamaño de poro $\leq 3 \mu\text{m}$.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 ($\text{CE} \leq 0,2 \text{ mS/m}$ a 25°C).

- 3.1 Ácido clorhídrico, HCl.
 - 3.1.1 HCl 37% d = 1,19 kg/L.
 - 3.1.2 HCl 32% d = 1,16 kg/L.
- 3.2 Solución de cromato de bario 0,025 mol/L en HCl 0,75 mol/L.
Diluir 65 mL de HCl 37% (3.1.1) o 77 mL de HCl 32% (3.1.2) en aprox. 750 mL de agua. Agregar 6,35 g de cromato de bario, BaCrO_4 , y enrasar a 1 L. Dejar reposar durante la noche y filtrar si es necesario.
- 3.3 Amoníaco en solución.
 - 3.3.1 Amoníaco en solución, NH_3 , 32% y d = 0,88 kg/L.
 - 3.3.2 Amoníaco en solución, NH_3 , 25% y d = 0,91 kg/L.
- 3.4 Solución de amoníaco 2,5 mol/L.
Diluir 76 mL de amoníaco 32% (3.3.1) o 94 mL de amoníaco 25% (3.3.2) con agua a 500 mL.
- 3.5 Solución estándar de sulfato 200 mmol-/L.
 - 3.5.1 Disolver 17,43 g de sulfato de potasio, K_2SO_4 secado a 150°C , en agua y diluir a 1000 mL.

3.5.2 Disolver 14,20 g de sulfato de sodio, Na_2SO_4 secado a 150°C , en agua y diluir a 1000 mL.

3.6 Serie de estándares de sulfato.

A seis matraces aforados de 200 mL agregar:

→ 0-1-2-3-4-5 mL de solución estándar de sulfato 200 mmol-/L (3.5.1 o 3.5.2)

→ agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene 0-1-2-3-4-5 mmol-/L de sulfato.

4 Procedimiento

4.1 Estimar la concentración de sulfato en el extracto de saturación de la siguiente forma:

→ multiplicar la CE en dS/m (Método 9.1) por 10,

→ restar las concentraciones en mmol-/L de CO_3 y HCO_3 (Método 13.1),

→ restar la concentración en mmol-/L de Cl (Método 14.1).

Esto es:

$$\text{Concentración estimada de } \text{SO}_4^{-2} \text{ (mmol-/L)} = \text{CE} \times 10 - \text{CO}_3 - \text{HCO}_3 - \text{Cl}$$

4.2 Calcular la alícuota de extracto de saturación según:

SO_4^{-2} estimado < 1 mmol-/L → 25 mL.

SO_4^{-2} estimado 1-2,5 mmol-/L → 10 mL.

SO_4^{-2} estimado 2,5-10 mmol-/L → 2 mL.

SO_4^{-2} estimado 10-25 mmol-/L → 1 mL.

SO_4^{-2} estimado >25 mmol-/L → calcular una alícuota proporcional del extracto de saturación diluido 1→10 (Método 9.1, nota 9).

Para los blancos usar una alícuota de cada uno de los extractos blancos similar a la estimada para la muestra.

4.3 Transferir la alícuota calculada del extracto de saturación y 5 mL de la serie de estándares (3.6), a matraces aforados de 50 mL.

4.4 Diluir con agua hasta un volumen aproximado de 25 mL.

4.5 Agregar 1,2 mL de solución de amoníaco 2,5 mol/L (3.4) y mezclar.

4.6 Agregar 5 mL de solución de BaCrO_4 (3.2), mezclar y dejar en reposo un mínimo de 3 horas.

4.7 Agregar 1,0 mL de solución de amoníaco 2,5 mol/L (3.4), mezclar y enrasar con agua.

4.8 Filtrar por papel filtro (2.2).

4.9 Medir la absorbancia a 372 nm.

5 Cálculos

5.1 Dibujar una curva de calibración con las concentraciones de S- SO_4 de la serie de estándares (3.6) en el eje de las X y las absorbancias en el eje de las Y. Obtener la ecuación de regresión de mejor ajuste.

Nota 1

El coeficiente de regresión, R^2 , debe ser $> 0,99$. De lo contrario, repetir las determinaciones.

5.2 Calcular la concentración de SO_4^{-2} por resolución de la ecuación de regresión.

5.3 Calcular la concentración de SO_4^{-2} en el extracto de saturación, expresada en mmol-/L, según:

$$\text{SO}_4^{-2} (\text{mmol-/L}) = \frac{(a - b) \times 5 \times D}{A}$$

donde:

a = mmol-/L de SO_4^{-2} calculados para el extracto de la muestra

b = mmol-/L promedio de SO_4^{-2} calculados para los blancos

D = factor de dilución del extracto de saturación (si corresponde)

A = mL de alícuota

5.4 Opcionalmente, calcular la concentración de S- SO_4 en el extracto de saturación, expresada en mg/kg de suelo, según:

$$\text{S-}\text{SO}_4 (\text{mg/kg}) = \text{SO}_4^{-2} (\text{mmol-/L}) \times \text{SA} \times 0,16$$

donde:

SO_4^{-2} (mmol-/L) = mmol-/L de SO_4^{-2} en el extracto de saturación (5.3)

SA = saturación de agua en % (Método 9.1 punto 4.2.3)

6 Informes

6.1 Informar el resultado obtenido en 5.3, con un máximo de tres cifras significativas, como:

- SO_4^{-2} soluble en el extracto de saturación = ... mmol-/L

6.2 Opcionalmente, informar el resultado obtenido en 5.4, con un máximo de tres cifras significativas, como:

- S- SO_4 soluble en el extracto de saturación = ... mg/kg

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de SO_4^{-2} soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), se presenta en el Cuadro 8.2-1.

Cuadro 8.2-1. Repetibilidad* de la determinación de SO_4 soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1
N° de laboratorios participantes	8
N° de resultados aceptados	16
Media (mmol-/kg)	341
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	29,2
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	8,6
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	82

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de SO_4^{2-} soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la CNA-SCCS, se presenta en el Cuadro 8.2-2.

Cuadro 8.2-2. Reproducibilidad* de la determinación de SO_4 soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1	2	3
N° de resultados aceptados	8	8	16
N° de resultados no aceptados	0	0	0
Media (mmol-/kg)	26	170	300
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	14	93	157
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	53	55	52
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	38	261	439

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 Dewis, J. and F. Freitas. 1970. Physical and chemical methods of soil and water analysis. FAO, Soils Bulletin N° 10, Rome, Italy. 275 p.
- 9.2 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.3 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.

- 9.4 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 9.5 Sadzawka R., A. y N. Apablaza R. 1991. Determinación colorimétrica de sulfato en aguas y extractos acuosos de suelos. Agricultura Técnica (Chile) 51(1):81-82.

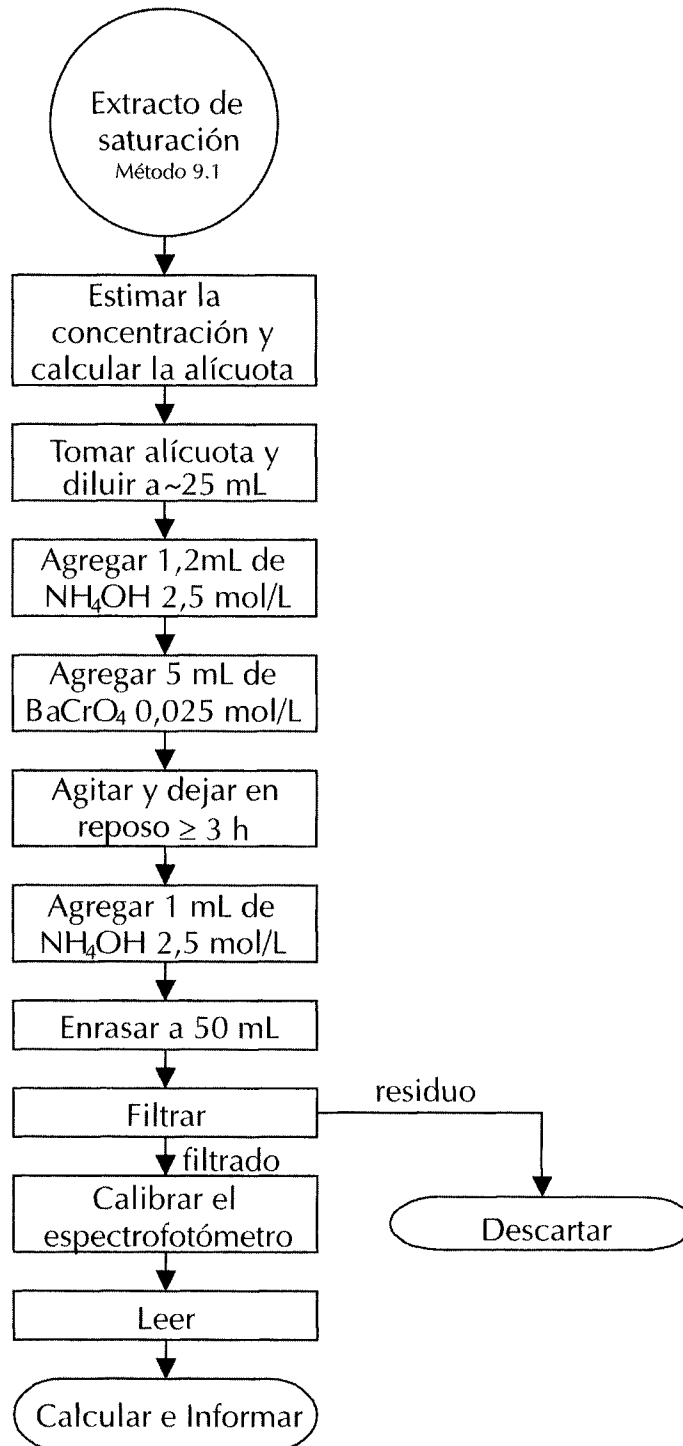


Figura 8.2-1. Diagrama de flujo del Método 8.2.

9 CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA

9.1 EXTRACTO DE SATURACIÓN Y DETERMINACIÓN POR CONDUCTIVIMETRÍA

1 Principio y alcance

- 1.1 Se prepara una pasta de suelo saturada con agua, se filtra al vacío y en el extracto se determina la conductividad eléctrica. Este método proporciona la medida más representativa del total de sales solubles en el suelo debido a que se relaciona estrechamente con los contenidos de agua del suelo bajo condiciones de campo.
- 1.2 Este método es aplicable a todo tipo de suelos.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Bomba de vacío conectada a un conjunto de envases para vacío con embudos Büchner.
- 2.2 Discos de papel filtro de tamaño de poro $\leq 3 \mu\text{m}$.
- 2.3 Conductivímetro de exactitud de al menos 0,01 dS/m (10 $\mu\text{S/cm}$) y equipado con corrección automática de temperatura y control de la constante de la celda.
- 2.4 Estufa para secado con ventilación forzada de aire (opcional) y capaz de mantener una temperatura de $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 ($\text{CE} \leq 0,2 \text{ mS/m}$ a 25°C) y con un $\text{pH} > 5,6$.

- 3.1 Solución de KCl 0,1 mol/L.
Disolver 7,456 g de cloruro de potasio, KCl secado a 105°C durante 24 horas, en agua en un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua.
La conductividad eléctrica específica de esta solución es 12,9 dS/m (12,9 mS/cm) a 25°C .
- 3.2 Solución de KCl 0,02 mol/L.
Diluir 20 mL de la solución de KCl 0,1 mol/L (3.1) a 100 mL con agua.
La conductividad eléctrica específica de esta solución es 2,77 dS/m (2,77 mS/cm) a 25°C .
- 3.3 Solución de KCl 0,01 mol/L.
Diluir 10 mL de la solución de KCl 0,1 mol/L (3.1) a 100 mL con agua.
La conductividad eléctrica específica de esta solución es 1,41 dS/m (1,41 mS/cm) a 25°C .

Nota 1

Las soluciones de KCl 3.1, 3.2 y 3.3 deben almacenarse herméticamente cerradas en envases de plástico.

Nota 2

Pueden usarse soluciones estándares de conductividad eléctrica disponibles en el comercio.

3.4 Solución de hexametáfosfato de sodio, 1000 mg/L de PO_3 (optativo).

Disolver 1,29 g de hexametáfosfato de sodio, $(\text{NaPO}_3)_6$, en agua y diluir a 1000 mL.

4 Procedimiento

4.1 Preparación de la pasta saturada.

4.1.1 Colocar entre 100 g y 400 g de muestra seca al aire y < 2mm (Método 1.1), en un vaso plástico con tapa. Incluir 2 envases con 50 mL de agua como blancos.

Nota 3.

Mientras mayor es el contenido de arcilla del suelo menor es la cantidad de muestra necesaria.

4.1.2 Agregar agua suficiente para saturar la muestra.

4.1.3 Revolver suavemente con una espátula y agregar agua o suelo hasta alcanzar el punto de saturación.

Los criterios para este punto son:

⇒ cuando se golpea al vaso contra el mesón no debe acumularse agua en la superficie,

⇒ la pasta brilla por reflejo de la luz,

⇒ la pasta fluye lentamente cuando el vaso se inclina,

⇒ la pasta se desliza libre y limpiamente de la espátula (excepto en los suelos con alto contenido de arcilla).

Nota 4

Evitar el exceso de agitación, especialmente en los suelos arcillosos, porque la incorporación de aire dificulta la visualización del punto de saturación.

4.1.4 Tapar el vaso y dejar reposar durante la noche.

4.1.5 Al día siguiente, chequear el punto de saturación de la pasta y ajustar las condiciones agregando agua o suelo si es necesario.

4.2 Saturación de agua.

4.2.1 Pesar 20-40 g (exactitud 0,01 g) de pasta saturada (4.1.5), en un recipiente pre-pesado.

4.2.2 Secar a $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ durante la noche, enfriar en desecador y pesar con una exactitud de 0,01 g.

4.2.3 Calcular la saturación de agua (SA) según:

$$SA (\%) = \frac{a - b}{b - c} \times 100$$

donde:

a = masa en g de la pasta saturada + recipiente

b = masa en g de la pasta seca a $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ + recipiente

c = masa en g del recipiente

Nota 5

Debido a que el cálculo está en base al suelo seco a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, la SA puede ser mayor de 100%.

4.3 Obtención del extracto de saturación

4.3.1 Transferir la pasta (4.1.5) a un embudo Büchner provisto de un disco de papel filtro (2.2).

4.3.2 Aplicar vacío y coleccionar el filtrado. Si el filtrado inicial sale turbio, devolverlo al embudo.

4.4 Determinación de la constante de la celda.

4.4.1 Medir la conductividad eléctrica (CE) de las soluciones de KCl (3.1, 3.2, y 3.3) de acuerdo a las instrucciones del fabricante del conductímetro (2.3).

4.4.2 Calcular, para cada solución de KCl (3.3, 3.2, 3.3), la constante de la celda según:

$$K = \frac{CE_e}{CE_m}$$

donde:

K = constante de la celda

CE_e = CE específica de una de las soluciones de KCl en dS/m (mS/cm)

CE_m = CE medida de la misma solución de KCl en dS/m (mS/cm)

4.4.3 Calcular el promedio de los valores de constante de la celda y ajustar a ese valor la constante de la celda del conductímetro.

Nota 6

La constante de la celda promedio no debe diferir en más de un 5% del valor dado por el fabricante.

4.5 Medición de la conductividad eléctrica del extracto de saturación.

4.5.1 Medir la conductividad eléctrica, corregida a 25°C , de los filtrados (4.3.2).

Anotar el resultado en decisiemens por metro, dS/m.

Nota 7

La CE de los blancos no debe exceder de 0,01 dS/m (10 $\mu\text{S/cm}$). Si esto ocurre, repetir la preparación de la pasta saturada (punto 4.1).

Nota 8

La conductividad eléctrica debe medirse en el extracto de saturación sin diluir.

Nota 9

Si no se determinan los iones presentes en el extracto de saturación inmediatamente después de obtenido el extracto, diluir 1→10 pipeteando 10 mL de extracto en un matraz aforado de 100 mL y enrasando con agua. Al extracto remanente, luego de determinar la CE, agregar 0,1 mL de solución de hexametáfosfato de sodio (3.4) por cada 25 mL de extracto para prevenir la precipitación de CaCO_3 . (Esta cantidad de solución de hexametáfosfato aumenta la concentración de sodio en menos de 0,3 mg/L, lo cual tiene poca importancia comparada con la posible pérdida de Ca^{+2}).

5 Informes

5.1 Informar el resultado obtenido en 4.5.1, con dos decimales si es < 1 dS/m o con tres cifras significativas si es ≥ 1 dS/m, como:

- Conductividad eléctrica del extracto de saturación = ... dS/m

5.2 Informar el resultado obtenido en 4.2.3, con tres cifras significativas, como:

- Saturación de agua (SA) = ... %

6 Repetibilidad

- 6.1 La repetibilidad de los análisis de conductividad eléctrica (CE) del extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2000 y 2005, se presenta en el Cuadro 9.1-1.

Cuadro 9.1-1 Repetibilidad* de la determinación de conductividad eléctrica (CE) del extracto de saturación

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	19	15	19	22	10
N° de resultados aceptados	38	30	38	44	20
Media (dS/m)	2,7	4,0	7,4	11,6	37,1
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,11	0,22	0,27	0,56	1,38
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	4,1	5,6	3,7	4,8	3,7
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,3	0,6	0,8	1,6	3,9

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

7 Reproducibilidad

- 7.1 La reproducibilidad de los análisis de conductividad eléctrica (CE) del extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2000 y 2005, se presenta en el Cuadro 9.1-2.

Cuadro 9.1-2 Reproducibilidad* de la determinación de conductividad eléctrica (CE) del extracto de saturación

Muestra N°	N° de resultados aceptados	N° de resultados no aceptados	Media (dS/m)	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	56	2	2,8	0,38	13,8	1,1
2	45	2	4,0	0,38	9,6	1,1
3	31	1	5,3	0,71	13,5	2,0
4	19	0	5,4	0,83	15,4	2,3
5	19	0	6,7	0,98	14,5	2,7
6	38	2	7,4	1,19	16,0	3,3
7	45	0	11,7	1,37	11,8	3,8
8	39	1	13,2	1,68	12,7	4,7
9	17	1	16,1	2,53	15,7	7,1
10	20	0	16,2	3,65	22,5	10,2
11	10	0	19,1	3,03	15,8	8,5
12	10	0	32,8	3,16	9,6	8,9
13	33	0	36,2	4,14	11,4	11,6
14	24	0	57,8	1,68	12,7	4,7

*Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Bibliografía

- 8.1 Gartley, K.L. Recommended soluble salts tests. Chapter 10. *In*: Horton, M.L. (Ed.) Recommended soil testing procedures for the northeastern United States. 2nd Edition. Northeastern Regional Publication N° 493. Disponible en: http://ag.udel.edu/extension/Information/Soil_Testing/title-95.htm.
- 8.2 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 8.3 ISO 11265. 1994. Soil quality – Determination of the specific electrical conductivity. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland. 4 p.
- 8.4 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 8.5 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 8.6 USDA (United States Department of Agriculture). 1996. Soil survey laboratory methods manual. Soil Survey Investigations Report N° 42. Version 3.0. U.S. Department of Agriculture, Washington DC, USA, 693 p.

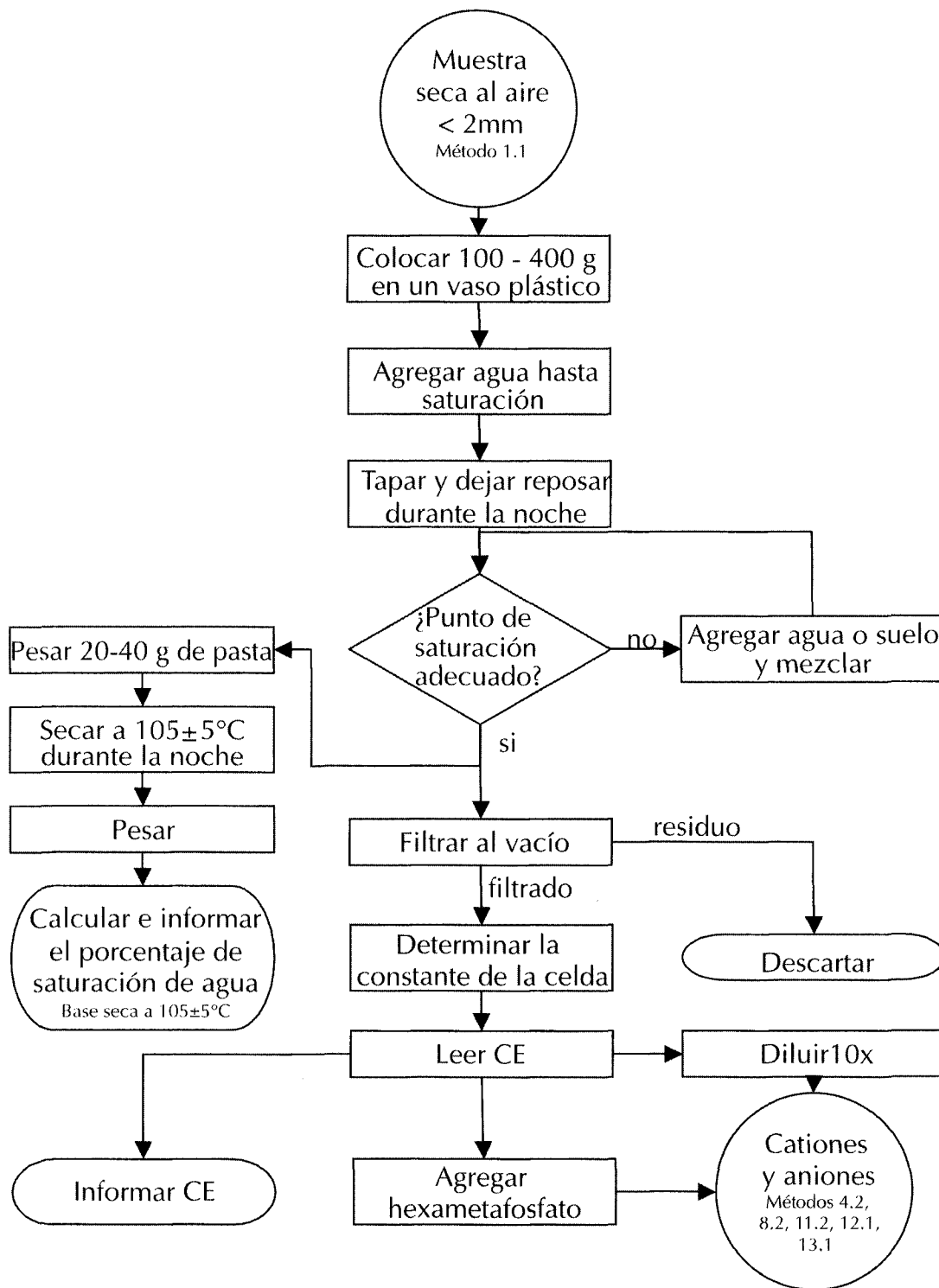


Figura 9.1-1. Diagrama de flujo del Método 9.1.

9 CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA

9.2 EXTRACTO 1:5 Y DETERMINACIÓN POR CONDUCTIVIMETRÍA

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra de suelo se extrae con agua a $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ en una relación suelo:agua de 1:5 para disolver las sales. En el extracto filtrado se mide la conductividad eléctrica (CE) corregida a 25°C .
- 1.2 Este método es aplicable a todo tipo de suelos. Sin embargo, debido a las complejas reacciones de intercambio, de disociación de pares iónicos y de disolución que ocurren en el suelo cuando aumenta la dilución, este método **solamente** es útil con fines de comparación en el mismo tipo de suelos.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Envases de plástico de base cuadrada, de 150 mL.
- 2.2 Agitador recíproco con ajuste de temperatura a $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ y lo suficientemente vigoroso como para mantener la suspensión. (Una velocidad de 180 golpes por minuto con una distancia de recorrido de 50 mm es adecuada).
- 2.3 Conductivímetro de exactitud de al menos $0,01 \text{ dS/m}$ ($10 \mu\text{S/cm}$) y equipado con corrección automática de temperatura y control de la constante de la celda.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 ($\text{CE} \leq 0,2 \text{ mS/m}$ a 25°C) y con un $\text{pH} > 5,6$.

- 3.1 Solución de KCl $0,1 \text{ mol/L}$.
Disolver $7,456 \text{ g}$ de cloruro de potasio, KCl, secado a 105°C durante 24 horas, en agua en un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua.
La conductividad eléctrica específica de esta solución es $12,9 \text{ dS/m}$ ($12,9 \text{ mS/cm}$) a 25°C .
- 3.2 Solución de KCl $0,02 \text{ mol/L}$.
Diluir 20 mL de la solución de KCl $0,1 \text{ mol/L}$ (3.1) a 100 mL con agua.
La conductividad eléctrica específica de esta solución es $2,77 \text{ dS/m}$ ($2,77 \text{ mS/cm}$) a 25°C .
- 3.3 Solución de KCl $0,01 \text{ mol/L}$.
Diluir 10 mL de la solución de KCl $0,1 \text{ mol/L}$ (3.1) a 100 mL con agua.
La conductividad eléctrica específica de esta solución es $1,41 \text{ dS/m}$ ($1,41 \text{ mS/cm}$) a 25°C .

Nota 1

Las soluciones de KCl 3.1, 3.2 y 3.3 deben almacenarse herméticamente cerradas en envases de plástico.

Nota 2

Pueden usarse soluciones estándares de conductividad eléctrica disponibles en el comercio.

4 Procedimiento

4.1 Extracción

4.1.1 Pesar 20 g (exactitud 0,1 g) de muestra seca al aire y < 2mm (Método 1.1), en un frasco plástico de 150 mL (2.1). Incluir dos blancos.

4.1.2 Agregar 100 mL de agua a 20°C ± 1°C y tapar el frasco.

4.1.3 Colocar el frasco en posición horizontal en el agitador (2.2) y agitar durante 30 minutos a 20°C ± 1°C.

Nota 3

La velocidad de la agitación debe ser sólo la suficiente para producir y mantener la suspensión. Una agitación más vigorosa puede provocar una excesiva dispersión de la arcilla, dificultando la filtración posterior.

4.1.4 Filtrar por filtro de tamaño de poro de 8 µm y coleccionar el filtrado.

4.2 Determinación de la constante de la celda.

4.2.1 Medir la conductividad eléctrica (CE) de las soluciones de KCl (3.1, 3.2, y 3.3) de acuerdo a las instrucciones del fabricante del conductímetro.

4.2.2 Calcular, para cada solución de KCl, la constante de la celda según:

$$K = \frac{CE_e}{CE_m}$$

donde:

K = constante de la celda

CE_e = CE específica de una de las soluciones de KCl en dS/m (mS/cm)

CE_m = CE medida de la misma solución de KCl en dS/m (mS/cm)

4.2.3 Calcular el promedio de los valores de la constante de la celda y ajustar a ese valor la constante de la celda del conductímetro.

Nota 4

La constante de la celda promedio no debe diferir en más de un 5% del valor dado por el fabricante.

4.3 Medición de la conductividad eléctrica del filtrado.

Medir la CE, corregida a 25°C, del filtrado (4.1.4). Anotar los resultados en decisiemens por metro, dS/m.

Nota 5

La conductividad eléctrica de los blancos no debe exceder de 0,01 dS/m (10 µS/cm). Si esto ocurre, repetir la extracción (punto 4.1).

Nota 6

La conductividad eléctrica debe medirse en el extracto sin diluir.

5 Informes

- 5.1 Informar el resultado obtenido en 4.3, con dos decimales si es <1 dS/m o con tres cifras significativas si es ≥ 1 dS/m, como:
- Conductividad eléctrica 1:5 (CE-1:5) = ... dS/m

6 Repetibilidad

- 6.1 La repetibilidad de los análisis de CE-1:5, obtenida por una comparación interlaboratorios realizada por la Wageningen Agricultural University en 1991 (ISO 11265), se presenta en el Cuadro 9.2-1.

Cuadro 9.2-1 Repetibilidad* de la determinación de CE-1:5

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	26	26	26	26	26
N° de resultados aceptados	52	52	52	52	50
Media (dS/m)	0,311	0,349	1,171	1,427	6,555
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,011	0,009	0,030	0,017	0,112
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	3,42	2,50	2,57	1,20	1,70
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,030	0,024	0,084	0,048	0,312

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 11265)

7 Reproducibilidad

- 7.1 La reproducibilidad de los análisis de CE-1:5, obtenida por una comparación interlaboratorios realizada por la Wageningen Agricultural University en 1991 (ISO 11265), se presenta en el Cuadro 9.2-2.

Cuadro 9.2-2. Reproducibilidad* de la determinación de CE-1:5

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	26	26	26	26	26
N° de resultados no aceptados	0	0	0	0	2
Media (dS/m)	0,311	0,349	1,171	1,427	6,555
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,041	0,079	0,090	0,133	0,624
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	13,24	22,58	7,71	9,35	9,53
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	0,115	0,221	0,253	0,374	1,748

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 11265)

8 Bibliografía

- 8.1 Gartley, K.L. Recommended soluble salts tests. Chapter 10. *In*: Horton, M.L. (Ed.) Recommended soil testing procedures for the northeastern United States. 2nd Edition. Northeastern Regional Publication N° 493. Disponible en: http://ag.udel.edu/extension/Information/Soil_Testing/title-95.htm.
- 8.2 ISO 11265. 1994. Soil quality – Determination of the specific electrical conductivity. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland. 4 p.
- 8.3 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 8.4 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.

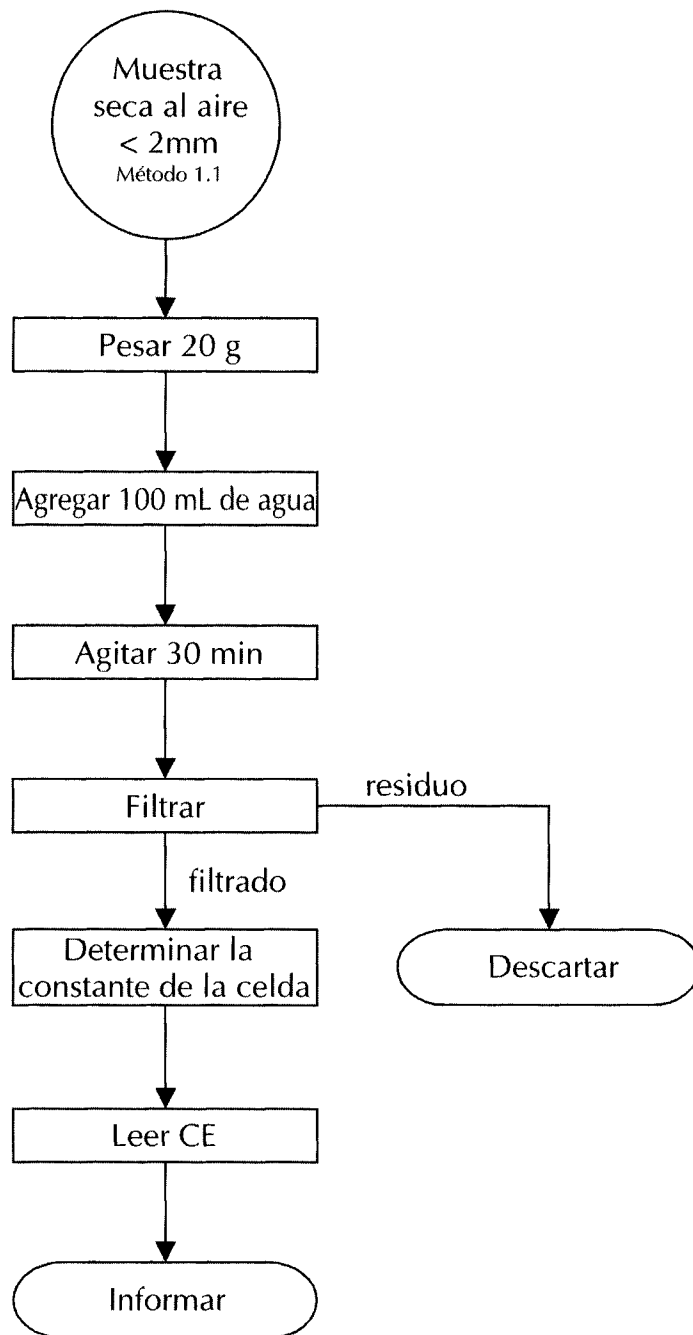


Figura 9.2-1. Diagrama de flujo del Método 9.2.

10 RELACIÓN DE ADSORCIÓN DE SODIO (RAS) Y PORCENTAJE DE SODIO INTERCAMBIABLE (PSI)

10.1 EXTRACTO DE SATURACIÓN

1 Principio y alcance

- 1.1 En el extracto de saturación se determinan las concentraciones de Ca, Mg y Na solubles según el Método 4.2 y se calculan la relación de adsorción de sodio (RAS) y el porcentaje de sodio intercambiable (PSI).
- 1.2 Estos métodos son aplicables a los suelos afectados por sales ($CE \geq 0,5$ dS/m).

Nota 1

En la Taxonomía de Suelos, una $RAS \geq 13$ o un $PSI \geq 15\%$ es un criterio para definir e identificar horizontes nátricos.

2 Procedimiento

- 2.1 Determinar las concentraciones de Ca, Mg y Na solubles en el extracto de saturación, según el Método 4.2.

3 Cálculos

- 3.1 Calcular la relación de adsorción de sodio (RAS), según:

$$RAS = \frac{Na}{\sqrt{\frac{Ca + Mg}{2}}}$$

donde:

Na, Ca y Mg = mmol+/L de Na, Ca y Mg solubles, respectivamente, en el extracto de saturación (Método 4.2)

- 3.2 Calcular el porcentaje de sodio intercambiable (PSI), según:

$$PSI (\%) = \frac{1,45 \times RAS}{1 + 0,0145 \times RAS}$$

donde:

RAS = relación de adsorción de sodio (3.1)

4 Informes

- 4.1 Informar el resultado obtenido en 3.1, sin unidades y con un máximo de tres cifras significativas, como:
- RAS = ...
- 4.2 Informar el resultado obtenido en 3.2, en porcentaje, con un máximo de tres cifras significativas, como:
- PSI = ... %

5 Repetibilidad

- 5.1 La repetibilidad de los análisis de RAS del extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2000 y 2005, se presenta en el Cuadro 10.1-1.

Cuadro 10.1-1 Repetibilidad* de la determinación de RAS del extracto de saturación

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	17	15	19	21	10
N° de resultados aceptados	30	30	38	42	18
Media	1,64	2,30	5,15	13,3	36,9
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,114	0,126	0,19	0,26	0,78
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	7,0	5,5	3,6	2,0	2,1
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,32	0,35	0,53	0,7	2,2

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

6 Reproducibilidad

- 6.1 La reproducibilidad de los análisis de RAS del extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2000 y 2005, se presenta en el Cuadro 10.1-2.

Cuadro 10.1-2 Reproducibilidad* de la determinación de RAS del extracto de saturación

Muestra Nº	Nº de resultados aceptados	Nº de resultados no aceptados	Media	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	46	7	1,6	0,2	11,6	0,5
2	46	1	2,2	0,7	29,8	1,9
3	15	2	2,7	0,3	10,2	0,8
4	30	2	3,7	1,0	28,1	2,9
5	15	2	4,6	0,5	12,0	1,5
6	34	4	5,1	0,5	9,5	1,4
7	46	0	13,3	1,6	12,0	4,5
8	38	2	16,7	3,9	23,3	10,9
9	10	0	18,5	1,2	6,4	3
10	19	0	20,2	3,1	15,6	9
11	16	2	30,2	4,6	15,1	13
12	10	0	36,0	3,8	10,6	11
13	33	0	36,6	4,7	13,0	13
14	22	1	49,6	3,9	23,3	11

*Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

7 Bibliografía

- 7.1 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 42 p.
- 7.2 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 7.3 Sumner, M.E. and W.P. Miller. 1996. Cation exchange capacity and exchange coefficients. p: 1201-1229. In Sparks, D. L. *et al.* (eds.). Methods of soil analysis. Part 3. Chemical methods. Number 5 in the Soil Science Society of America Book Series, SSSA, Inc., ASA, Inc., Madison, Wisconsin, USA. 1390 p.
- 7.4 USDA (United States Department of Agriculture). 1995. Soil survey laboratory information manual. Soil Survey Investigations Report N° 45. Version 1.0, Lincoln, Nebraska, USA. 305 p.
- 7.5 USDA (United States Department of Agriculture). 1996. Soil survey laboratory methods manual. Soil Survey Investigations Report N° 42. Version 3.0. U.S. Department of Agriculture, Washington DC, USA, 693 p.

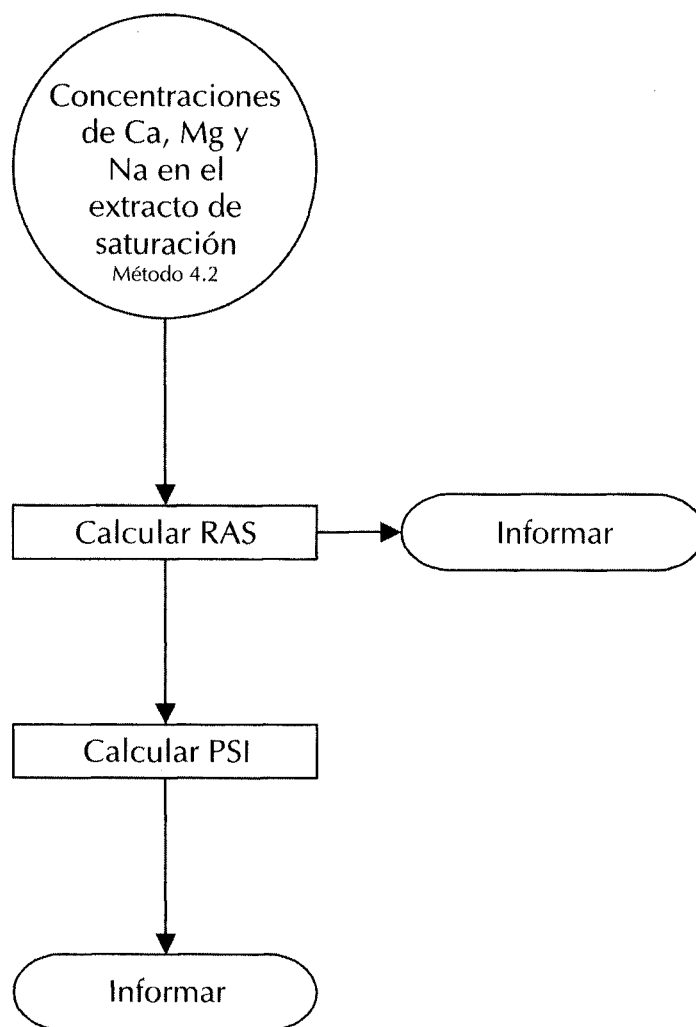


Figura 10.1-1. Diagrama de flujo del Método 10.1.

11 BORO

11.1 EXTRACCIÓN CON SOLUCIÓN DE CaCl_2 0,01 mol/L A EBULLICIÓN Y DETERMINACIÓN COLORIMÉTRICA CON AZOMETINA-H.

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra de suelo se extrae con una solución de CaCl_2 0,01 mol/L a ebullición y el B extraído se mide por colorimetría con azometina H.
- 1.2 Este método es recomendado para detectar deficiencias de B para las plantas en los suelos.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Plancha calefactora.
- 2.2 Cápsulas de porcelana o condensador a reflujo
- 2.3 Espectrofotómetro, rango visible, con cubetas de una longitud de paso de luz de 10 mm.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 ($\text{CE} \leq 0,2$ mS/m a 25°C).

Nota 1

Para prevenir la liberación de B del material de vidrio, llenarlo con HNO_3 4 mol/L, dejarlo reposar durante la noche y lavarlo en la forma habitual.

Nota 2

Los reactivos y soluciones estándares deben transferirse a envases de plástico inmediatamente después de su preparación.

- 3.1 Solución de CaCl_2 0,1 mol/L.
Disolver 14,7 g de cloruro de calcio, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, en agua y llevar a 1 L.
- 3.2 Solución de CaCl_2 0,01 mol/L.
Diluir 100 mL de la solución de CaCl_2 0,1 mol/L (3.1) con agua a 1 L.
- 3.3 Solución tampón.
Disolver 250 g de acetato de amonio, $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, y 15 g de EDTA-disódico (sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético) en 400 mL de agua. Agregar 125 mL de ácido acético glacial, CH_3COOH , y mezclar.
- 3.4 Solución de azometina-H y ácido ascórbico.
Disolver 0,9 g de azometina-H, $\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{NNaO}_8\text{S}_2$, y 2 g de ácido ascórbico, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$, en 100 mL de agua. Guardar refrigerada y reemplazar cada 15 días.

- 3.5 Solución para desarrollo de color.
Mezclar 100 mL de solución tampón (3.3) con 50 mL de solución de azometina-H 9 g/L y ácido ascórbico 20 g/L (3.4). Preparar diariamente.
- 3.6 Solución estándar de boro, 1000 mg/L de B.
Disolver 5,715 g de H_3BO_3 en agua y diluir a 1000 mL.
- Nota 3**
El H_3BO_3 no debe secarse porque pierde agua y se transforma en HBO_2 .
- 3.7 Solución estándar de boro, 10 mg/L de B.
Diluir 1 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de B (3.6) a 100 mL con agua.
- 3.8 Serie de estándares de B.
A cinco matraces aforados de 50 mL agregar:
→ 0-1-2-5-10 mL de la solución estándar de 10 mg/L de B (3.7),
→ 5 mL de la solución de $CaCl_2$ 0,1 mol/L (3.1),
→ agua hasta enrasar.
Esta serie de estándares contiene 0,0-0,2-0,4-1,0-2,0 mg/L de B.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar 20 g (exactitud 0,1 g) de muestra seca al aire y < 2mm (Método 1.1) y colocarla en una cápsula de porcelana o en el recipiente del condensador a reflujo (2.2). Incluir dos blancos y una muestra de referencia por cada 20 muestras.
- 4.2 Agregar 40 mL de solución de $CaCl_2$ 0,01 mol/L (3.2).
- 4.3 Pesar el recipiente con la muestra y la solución de $CaCl_2$.
- Nota 4**
Si se usa condensador a reflujo no es necesario realizar los puntos 4.3 y 4.5.
- 4.4 Calentar hasta ebullición y hervir por 10 minutos. Enfriar.
- 4.5 Reponer el agua evaporada agregando agua hasta la masa determinada en el punto 4.3.
- 4.6 Filtrar o centrifugar.
- 4.7 Tomar una alícuota de 4 mL de los extractos y de la serie de estándares (3.8) en tubos de plástico.
- 4.8 Agregar 4 mL de solución para desarrollo de color (3.5). Mezclar.
- 4.9 Dejar reposar por 30-60 minutos pero no más de 90 minutos.
- 4.10 Leer la absorbancia a 420 nm.

Nota 5

En caso se sobrepasar el rango, tomar una alícuota menor de extracto y completar a 4 mL con solución de $CaCl_2$ 0,01 mol/L (3.2).

5 Cálculos

- 5.1 Dibujar una curva de calibración con las concentraciones de B en la serie de estándares (3.8) en el eje de las X y las absorbancias en el eje de las Y. Obtener la ecuación de regresión de mejor ajuste.

Nota 6

El coeficiente de regresión, R^2 , debe ser $> 0,99$. De lo contrario, repetir las determinaciones.

- 5.2 Calcular las concentraciones de B en el extracto de la muestra y en los blancos por resolución de la ecuación de regresión.
- 5.3 Calcular la concentración de B en la muestra según:

$$B \text{ (mg/kg)} = (a - b) \times 2$$

donde:

- a = mg/L de B en el extracto de la muestra
- b = mg/L promedio de B en los blancos

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.3, con dos decimales, como:
 - B extraíble con CaCl_2 0,01 mol/L a ebullición = ... mg/kg

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de B extraíble con CaCl_2 0,01 mol/L a ebullición, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), se presenta en el Cuadro 11.1-1.

Cuadro 11.1-1. Repetibilidad* de la determinación de B extraíble con CaCl_2 0,01 mol/L a ebullición

Muestra N°	1
N° de laboratorios participantes	19
N° de resultados aceptados	38
Media (mg/kg)	0,89
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,053
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	6,0
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,15

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

- 8.1 La reproducibilidad de los análisis de B extraíble con CaCl_2 0,01 mol/L a ebullición, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la CNA-SCCS, se presenta en el Cuadro 11.1-2.

Cuadro 11.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de B extraíble con CaCl₂ 0,01 mol/L a ebullición

Muestra N°	1	2	3
N° de resultados aceptados	19	19	38
N° de resultados no aceptados	0	0	0
Media (mg/kg)	0,35	0,51	0,89
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,179	0,238	0,314
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	52	47	35
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	0,50	0,67	0,88

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 Abreu, M.F. de, C.A. de Abreu y J.C. de Andrade. 2001. Determinação de boro em água quente, usando aquecimento com microonda. *In: van Raij et al. (eds.). Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais.* Instituto Agrônomo, Campinas, Brasil, 231-239.
- 9.2 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 42 p.
- 9.3 Johnson, G.V. and P.E. Fixen. 1990. Testing soils for sulfur, boron, molybdenum, and chlorine. p.165-273. *In: Westerman, R.L. (Ed.) Soil testing and plant analysis.* Third edition. Soil Science Society of America Book Series Number 3. Soil Science Society of America, Inc., Madison, Wisconsin, USA. 784p.
- 9.4 Keren, R. 1996. Boron. p. 603-626. *In: Sparks, D.L. et al. (Eds.). Methods of soil analysis.* Part 3. Chemical methods. Soil Science Society of America Book Series Number 5, Soil Science Society of America, Inc., American Society of Agronomy, Inc., Madison, Wisconsin, USA. 1390 p.
- 9.5 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.6 Offiah, O.O. and J.H. Axley. 1993. Soil testing for boron on acid soils. 105-123. *In: Gupta, U.C. Boron and its role in crop production.* CRC Press Inc., Florida, USA, 237 p.
- 9.7 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 9.8 Self, J.R. 1993. Soil testing for boron on alkaline soils. p.125-135. *In: Gupta, U.C. Boron and its role in crop production.* CRC Press Inc., Florida, USA. 237 p.
- 9.9 Sims, J.T. 1995. Recommended soil tests for micronutrients: manganese, zinc, copper, and boron. Chapter 7. *In: Horton, M.L. (Ed.). Recommended soil testing procedures for the Northeastern United States.* Delaware Cooperative Extension, USA. 2nd Edition. Northeastern Regional Publication N° 493. Disponible en: http://ag.udel.edu/extension/Information/Soil_Testing/title-95.htm.

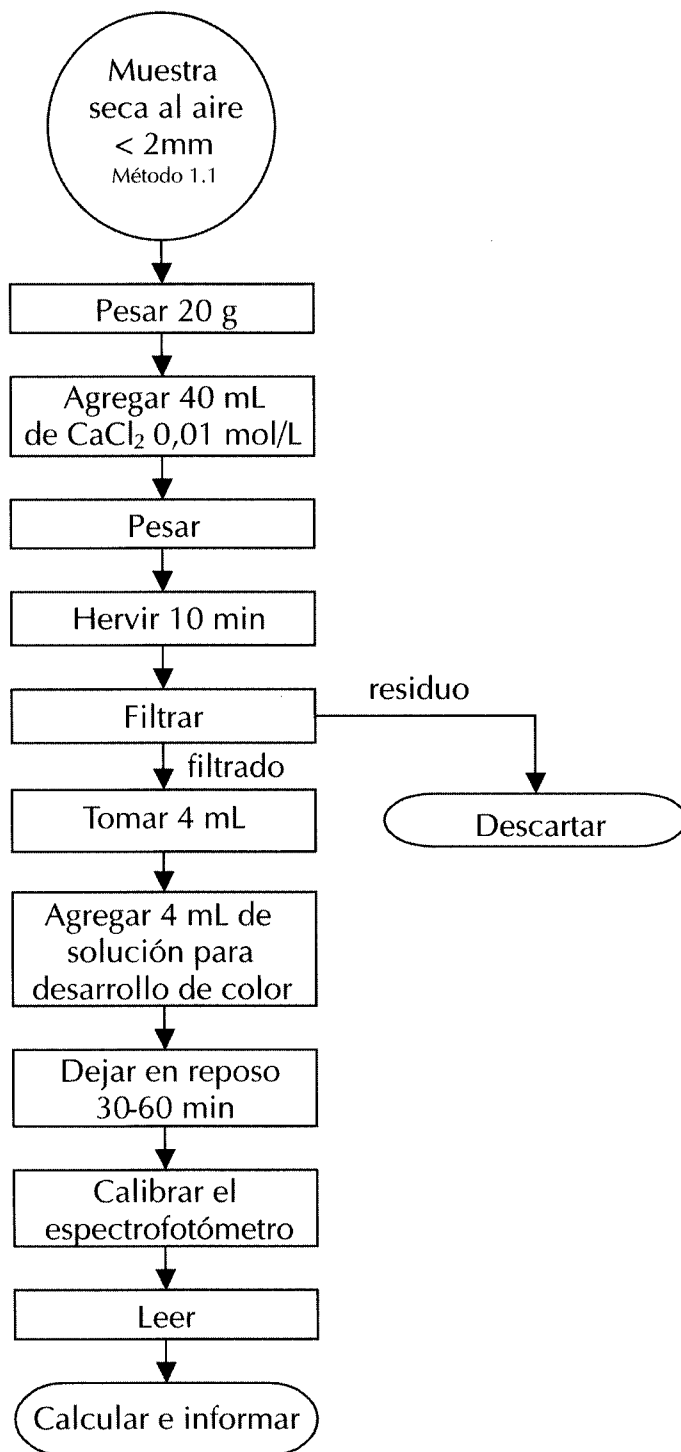


Figura 11.1-1. Diagrama de flujo del Método 11.1.

11 BORO

11.2 EXTRACTO DE SATURACIÓN Y DETERMINACIÓN COLORIMÉTRICA CON AZOMETINA-H.

1 Principio y alcance

- 1.1 En el extracto de saturación obtenido por el Método 9.1, punto 4.3, se determina la concentración de B por colorimetría con azometina H.
- 1.2 Este método es recomendado para detectar toxicidad de B para las plantas en los suelos.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro visible con cubetas de una longitud de paso de luz de 10 mm.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 ($CE \leq 0,2$ mS/m a 25°C).

Nota 1

Para prevenir la liberación de B del material de vidrio, llenarlo con HNO_3 4 mol/L, dejarlo reposar durante la noche y lavarlo en la forma habitual.

Los reactivos y soluciones estándares deben transferirse a envases de plástico inmediatamente después de su preparación.

3.1 Solución tampón.

Disolver 250 g de acetato de amonio, $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, y 15 g de EDTA-disódico (sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético) en 400 mL de agua. Agregar 125 mL de ácido acético glacial y mezclar.

3.2. Solución de azometina-H y ácido ascórbico.

Disolver 0,9 g de azometina-H, $\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{NNaO}_8\text{S}_2$, y 2 g de ácido ascórbico, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$, en 100 mL de agua. Guardar refrigerado y reemplazar cada 15 días.

3.3 Solución para desarrollo de color.

Mezclar 100 mL de solución tampón (3.1) con 50 mL de solución de azometina-H y ácido ascórbico (3.2). Preparar diariamente.

3.4 Solución estándar de boro, 1000 mg/L de B.

Disolver 5,715 g de ácido bórico, H_3BO_3 , en agua y diluir a 1000 mL.

Nota 2

El H_3BO_3 no debe secarse porque pierde agua y se transforma en HBO_2 .

3.5 Solución estándar de boro, 20 mg/L de B.

Diluir 2 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de B (3.4) a 100 mL con agua.

3.6 Serie de estándares de B.

A cinco matraces aforados de 50 mL agregar:

→ 0-1-2-5-10 mL de la solución estándar de 20 mg/L de B (3.5),

→ agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene 0,0-0,4-0,8-2,0-4,0 mg/L de B.

4 Procedimiento

4.1 Tomar una alícuota de 4 mL del extracto de saturación proveniente del Método 9.1 (o del extracto diluido 1→10, Método 9.1, nota 10) y de la serie de estándares (3.6) en tubos de plástico.

4.2 Agregar 4 mL de solución para desarrollo de color (3.3). Mezclar.

4.4 Dejar reposar por 30-60 minutos pero no más de 90 minutos.

4.5 Leer la absorbancia a 420 nm.

5 Cálculos

5.1 Dibujar una curva de calibración con las concentraciones de B en la serie de estándares (3.6) en el eje de las X y las absorbancias en el eje de las Y. Obtener la ecuación de regresión de mejor ajuste.

Nota 3

El coeficiente de regresión, R^2 , debe ser $> 0,99$. De lo contrario, repetir las determinaciones.

5.2 Calcular las concentraciones de B en el extracto de la muestra y en los blancos por resolución de la ecuación de regresión.

5.3 Calcular la concentración de B en el extracto de saturación expresada en mg/L según:

$$B \text{ (mg/L)} = (a - b) \times D$$

donde:

a = mg/L de B en el extracto de la muestra

b = mg/L promedio de B en los blancos

D = factor de dilución del extracto de saturación (si corresponde)

5.4 Opcionalmente, calcular la concentración de B en el extracto de saturación expresada en mg/kg según:

$$B \text{ (mg/kg)} = \frac{B \text{ (mg/L)} \times SA}{100}$$

donde:

B (mg/L) = B (mg/L) en el extracto de saturación (5.3)

SA = saturación de agua en % (Método 9.1, punto 4.2)

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.3, con dos decimales, como:
- B soluble en el extracto de saturación = ... mg/L
- 6.2 Opcionalmente, informar el resultado obtenido en 5.4, con dos decimales, como:
- B soluble en el extracto de saturación = ... mg/kg

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de B soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), se presenta en el Cuadro 11.2-1.

Cuadro 11.2-1. Repetibilidad* de la determinación de B soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1
N° de laboratorios participantes	8
N° de resultados aceptados	16
Media (mg/L)	40
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	3,2
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	8
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	9

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

- 8.1 La reproducibilidad de los análisis de B soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la CNA-SCCS, se presenta en el Cuadro 11.2-2.

Cuadro 11.2-2. Reproducibilidad* de la determinación de B soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1	2	3
N° de resultados aceptados	8	8	16
N° de resultados no aceptados	0	0	0
Media (mg/L)	1,4	23	40
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	1,4	9,9	13,9
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	102	43	35
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	3,9	28	39

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 Abreu, M.F. de, C.A. de Abreu y J.C. de Andrade. 2001. Determinação de boro em água quente, usando aquecimento com microonda. p.231-239. *In: van Raij et al. (eds.). Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais.* Instituto Agronômico, Campinas, Brasil. 284 p.
- 9.2 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.3 Johnson, G.V. and P.E. Fixen. 1990. Testing soils for sulfur, boron, molybdenum, and chlorine. p. 165-273. *In: Westerman, R.L. (Ed.) Soil testing and plant analysis.* Third edition. Soil Science Society of America Book Series Number 3. Soil Science Society of America, Inc., Madison, Wisconsin, USA. 784 p.
- 9.4 Keren, R. 1996. Boron. p. 603-626. *In: Sparks, D.L. et al. (Eds.). Methods of soil analysis.* Part 3. Chemical methods. Soil Science Society of America Book Series Number 5, Soil Science Society of America, Inc., American Society of Agronomy, Inc., Madison, Wisconsin, USA. 1390 p.
- 9.5 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.6 Offiah, O.O. and J.H. Axley. 1993. Soil testing for boron on acid soils. p. 105-123. *In: Gupta, U.C. Boron and its role in crop production.* CRC Press Inc., Florida, USA. 237 p.
- 9.7 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 9.8 Self, J.R. 1993. Soil testing for boron on alkaline soils. p. 125-135. *In: Gupta, U.C. Boron and its role in crop production.* CRC Press Inc., Florida, USA, 237 p.
- 9.9 Sims, J.T. 1995. Recommended soil tests for micronutrients: manganese, zinc, copper, and boron. Chapter 7. *In: Horton, M.L. (Ed.). Recommended soil testing procedures for the Northeastern United States.* Delaware Cooperative Extension, USA. 2nd Edition. Northeastern Regional Publication N° 493. Disponible en: http://ag.udel.edu/extension/Information/Soil_Testing/title-95.htm.

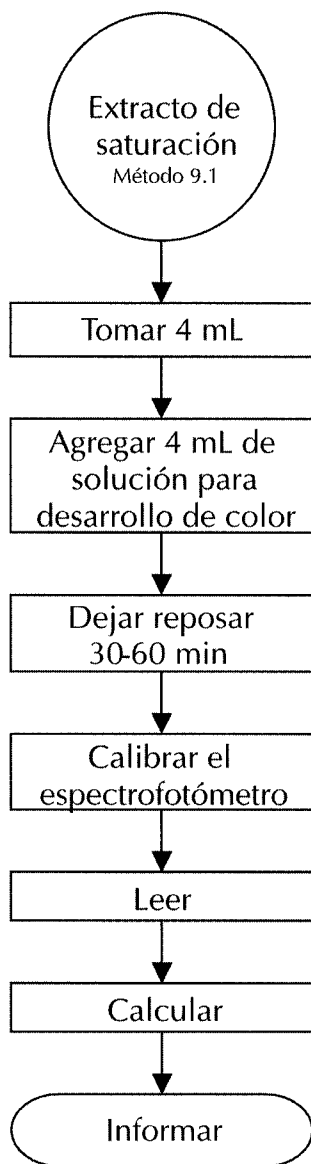


Figura 11.2-1. Diagrama de flujo del Método 11.2.

12 CARBONATO Y BICARBONATO

12.1 EXTRACTO DE SATURACIÓN Y DETERMINACIÓN POR TITULACIÓN POTENCIOMÉTRICA CON ÁCIDO

1 Principio y alcance

- 1.1 En el extracto de saturación obtenido por el Método 9.1, punto 4.3, se determina la concentración de CO_3^{2-} y HCO_3^- por titulación potenciométrica con un ácido hasta pH 8,25 y 4,60, respectivamente.
- 1.2 Este método es aplicable en los suelos neutros y alcalinos ($\text{pH-H}_2\text{O} \geq 6,6$).

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Titulador automático con medidor de pH.
- 2.2 Electrodo combinado para pH.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 ($\text{CE} \leq 0,2 \text{ mS/m}$ a 25°C).

- 3.1 Soluciones tampones de pH 4,00, 7,00 y 9,00 (o similares).
Disponibles en el comercio.
- 3.2 Solución estándar de ácido sulfúrico 0,010 mol/L.
Disponible en el comercio.

4 Procedimiento

- 4.1 Estimar la alícuota de extracto de saturación, proveniente del Método 9.1, punto 4.3, para la titulación, usando la conductividad eléctrica del extracto de saturación según la siguiente relación:

CE < 2 dS/m	:	10 mL
CE = 2-10 dS/m	:	5 mL
CE > 10 dS/m	:	2 mL

Para los blancos usar una alícuota de cada uno de los extractos blancos similar a la estimada para la muestra.

Nota 1

Alternativamente, usar una cantidad proporcional del extracto de saturación diluido 1→10 (Método 9.1, nota 9).

- 4.2 Calibrar el medidor de pH con las soluciones tampones (3.1).
- 4.3 Transferir la alícuota estimada a un vaso y agregar agua hasta un volumen de 75 mL.
- 4.4 Introducir el electrodo y medir el pH.
- 4.5 Si el pH es $\geq 8,7$, colocar el punto final a 8,25 y titular con la solución estándar de H_2SO_4 0,010 mol/L (3.2).

Nota 2

Bajo pH 8,7 la cantidad de carbonato presente es insuficiente como para una determinación significativa, de manera que la titulación sólo debe realizarse para bicarbonato.

- 4.6 Cuando la titulación se detiene, anotar el gasto de H_2SO_4 0,010 mol/L.
- 4.7 Colocar el punto final en 4,60 y continuar la titulación.
- 4.8 Cuando la titulación termina, nuevamente anotar el gasto de H_2SO_4 0,010 mol/L.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular las concentraciones de CO_3^{-2} y HCO_3^- en el extracto de saturación según:

$$\text{CO}_3^{-2} \text{ (mmol - /L)} = \frac{v_1 \times M \times D \times 4000}{A}$$

$$\text{HCO}_3^- \text{ (mmol - /L)} = \frac{(v_2 - 2v_1 - b) \times M \times D \times 2000}{A}$$

donde:

- v_1 = volumen en mL de H_2SO_4 gastado para titular hasta pH 8,25
- v_2 = volumen total en mL de H_2SO_4 gastado para titular hasta pH 4,60
- b = volumen promedio, en mL, de H_2SO_4 gastado para titular los blancos hasta pH 4,60
- M = concentración en mol/L del H_2SO_4
- A = alícuota en mL del extracto de saturación (diluido o no)
- D = factor de dilución del extracto de saturación (si corresponde)

6 Informes

- 6.1 Informar los resultados obtenidos en 5.1, con un máximo de tres cifras significativas, como:
 - CO_3^{-2} soluble en el extracto de saturación = ... mmol-/L
 - HCO_3^- soluble en el extracto de saturación = ... mmol-/L

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de HCO_3^- soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), se presenta en el Cuadro 12.1-1.

Cuadro 12.1-1. Repetibilidad* de la determinación de HCO_3^- soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1
N° de laboratorios participantes	8
N° de resultados aceptados	16
Media (mmol-/L)	20,7
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,69
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	3,3
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	1,9

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

- 8.1 La reproducibilidad de los análisis de HCO_3^- soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la CNA-SCCS, se presenta en el Cuadro 12.1-2.

Cuadro 12.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de HCO_3^- soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1	2	3
N° de resultados aceptados	8	8	16
N° de resultados no aceptados	0	0	0
Media (mmol-/L)	9	14	21
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	4,1	7,3	9,7
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	47	52	47
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	12	20	27

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.3 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 9.4 USDA (United States Department of Agriculture). 1996. Soil survey laboratory methods manual. Soil Survey Investigations Report N° 42. Version 3.0. U.S. Department of Agriculture, Washington DC, USA, 693 p.

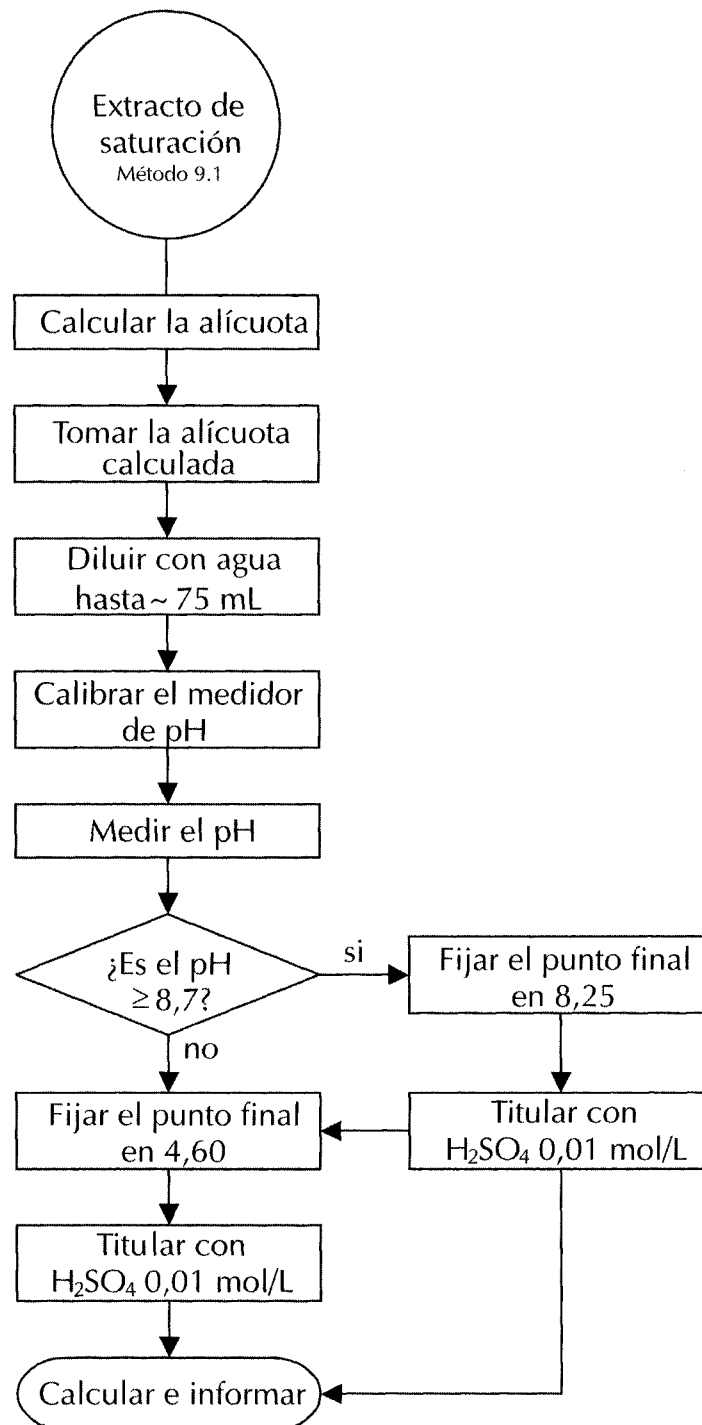


Figura 12.1-1. Diagrama de flujo del Método 12.1.

13 CLORURO

13.1 EXTRACTO DE SATURACIÓN Y DETERMINACIÓN POR TITULACIÓN POTENCIOMÉTRICA CON NITRATO DE PLATA

1 Principio y alcance

- 1.1 En el extracto de saturación obtenido por el Método 9.1, punto 4.3, se determina la concentración de cloruro por titulación potenciométrica con nitrato de plata usando un electrodo de referencia y un electrodo de Ag-AgCl como indicador del punto final.
- 1.2 Este método es recomendado para suelos afectados por sales ($CE \geq 0,5$ dS/m).

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Medidor de pH/mV que permita un rango de -500 mV a +500 mV con una precisión de al menos 1 mV.
- 2.2 Electrodo: indicador de Ag-AgCl y de referencia de Hg/Hg₂SO₄ con K₂SO₄ saturado.
- 2.3 Agitador magnético con magnetos.
- 2.4 Bureta de 10 mL con una precisión de 0,01 mL o titulador automático.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 ($CE \leq 0,2$ mS/m a 25°C).

- 3.1 Acido nítrico, HNO₃, 100%, d=1,52 kg/L.
- 3.2 Solución estándar de AgNO₃ 0,1 mol/L.
 - 3.2.1 Disponible en el comercio.
 - 3.2.2 Disolver 8,50 g de nitrato de plata, AgNO₃, en agua y diluir a 500 mL. Guardar en vidrio ámbar.
- 3.3 Solución de AgNO₃ 0,01 mol/L.

Diluir 25 mL de la solución estándar de AgNO₃ 0,1 mol/L (3.2) a 250 mL con agua y almacenar en un frasco oscuro. Estandarizar según 5.4 a 5.7.
- 3.4 Solución estándar de NaCl 0,1 mol/L.
 - 3.4.1 Disponible en el comercio
 - 3.4.2 Disolver 5,844 g de cloruro de sodio, NaCl, secado a 150°C por 24 horas, en agua y diluir a 1000 mL.
- 3.5 Solución estándar de NaCl 0,01 mol/L.

Diluir 5 mL de solución estándar de NaCl 0,1 mol/L (3.4.1 o 3.4.2) con agua a 50 mL.

4 Procedimiento

Determinación del potencial del punto de equivalencia

- 4.1 A tres vasos de 100 mL agregar:
 - 2-5-10 mL de solución estándar de NaCl 0,01 mol/L (3.5),
 - agua hasta 25 mL,
 - 2 mL de HNO₃ (3.1),
 - un magneto
- 4.2 Insertar los electrodos (2.2) en la solución hasta una profundidad de 2 cm y encender el agitador (2.3) de manera de mantener una agitación suave constante.
- 4.3 Registrar las lecturas de la bureta en mL y del voltaje en mV.
- 4.4 Agregar lentamente solución de AgNO₃ 0,01 mol/L (3.3) hasta alrededor de 0,3 mL antes del punto de equivalencia esperado y registrar las lecturas de la bureta y del voltaje.
- 4.5 Continuar titulando en incrementos de 2 gotas de solución de AgNO₃, registrando cada vez las lecturas de la bureta y del voltaje, hasta alrededor de 0,3 mL después del punto de equivalencia.
- 4.6 Calcular el voltaje del punto de equivalencia según 5.1 a 5.3.

Medición de la concentración de Cl en la muestra

- 4.7 Transferir una alícuota del extracto de saturación proveniente del Método 9.1, punto 4.3 (o del extracto diluido 1→10, Método 9.1, nota 9), que contenga < 0,1 mmol de Cl, al vaso de titulación.
- 4.8 Agregar 2 mL de HNO₃ (3.1) y un magneto.
- 4.9 Introducir los electrodos e iniciar la agitación.
- 4.10 Agregar lentamente solución de AgNO₃ 0,01 mol/L (3.3) hasta alcanzar el punto de equivalencia determinado en 5.3.

Nota 1

El electrodo de Ag debe limpiarse frecuentemente usando un abrasivo para Ag.

5. Cálculos

Determinación del potencial del punto de equivalencia

- 5.1 Confeccionar, para cada alícuota de solución estándar de NaCl, una tabla con los siguientes valores (ver ejemplo 10.1):
 - volumen (V), en mL, de cada lectura de solución de AgNO₃,
 - diferencia de volumen (ΔV), en mL, entre dos lecturas sucesivas,
 - potencial (E), en mV, de cada lectura,
 - diferencia de potencial (ΔE), en mV, entre dos lecturas sucesivas,
 - cambio de potencial por unidad de cambio en el volumen de AgNO₃ ($\Delta E/\Delta V$, es decir, la primera derivada),
 - diferencia entre los valores sucesivos de la primera derivada ($\Delta^2 E/\Delta V$).
- 5.2 Calcular, para cada alícuota de solución estándar de NaCl, el potencial en el punto de equivalencia según (ver ejemplo 10.2):

$$E_e = E_p + \Delta E_p \times \frac{\Delta 2E(+)}{\Delta 2E(+) + \Delta 2E(-)}$$

donde:

- E_e = potencial, en mV, en el punto de equivalencia
- E_p = potencial, en mV, correspondiente al último valor positivo de $\Delta 2E/\Delta V$
- ΔE_p = diferencia de potencial, en mV, entre el último valor positivo y el primer valor negativo de $\Delta 2E/\Delta V$
- $\Delta 2E(+)$ = último valor positivo de $\Delta 2E/\Delta V$
- $\Delta 2E(-)$ = primer valor negativo de $\Delta 2E/\Delta V$

- 5.3 Definir el potencial en el punto de equivalencia como el promedio de los valores de E_e obtenidos para las tres alícuotas de solución estándar de NaCl.

Estandarización de la solución de $AgNO_3$ (3.4).

- 5.4 Calcular, para cada alícuota de solución estándar de NaCl, el volumen de solución de $AgNO_3$ gastado en alcanzar el punto de equivalencia según (ver ejemplo 10.3.1):

$$V_e = V_p + \Delta V_p \times \frac{\Delta 2E(+)}{\Delta 2E(+) + \Delta 2E(-)}$$

donde:

- V_e = gasto, en mL, de solución de $AgNO_3$ en el punto de equivalencia
- V_p = gasto, en mL, correspondiente al último valor positivo de $\Delta 2E/\Delta V$
- ΔV_p = diferencia de volumen, en mL, alrededor del punto de equivalencia (correspondiente a ΔE_p)
- $\Delta 2E(+)$ = último valor positivo de $\Delta 2E/\Delta V$
- $\Delta 2E(-)$ = primer valor negativo de $\Delta 2E/\Delta V$

- 5.5 Dibujar una curva de calibración con las alícuotas, en mL, de solución estándar de NaCl en el eje X y los gastos, en mL, calculados de solución de $AgNO_3$ en el eje Y (ver ejemplo 10.3.2).

- 5.6 Calcular la ecuación de regresión lineal del tipo: $y = b_1x + b_0$.

Nota 2

El coeficiente de regresión, R^2 , debe ser $> 0,99$. De lo contrario, repetir las titulaciones.

- 5.7 Calcular la concentración de la solución de $AgNO_3$ según (ver ejemplo 10.3.3):

$$AgNO_3 \text{ (mol/L)} = \frac{0,01}{b_1}$$

donde:

- 0,01 = concentración, en mol/L, de la solución estándar de NaCl
- b_1 = pendiente de la ecuación de regresión lineal (5.6)

Cálculo de la concentración de cloruro en la muestra (ver ejemplo 10.4)

- 5.8 Calcular la concentración de Cl, expresada en mmol-/L, en el extracto de saturación según:

$$\text{Cl (mmol - /L)} = \frac{(a - b_0) \times D \times M}{A} \times 1000$$

donde:

- a = gasto, en mL, de la solución de AgNO₃
- b₀ = intercepto de la ecuación de regresión (5.6)
- D = factor de dilución del extracto de saturación (si corresponde)
- M = concentración, en mol/L, de la solución de AgNO₃ (5.7)
- A = volumen en mL de alícuota

5.9 Opcionalmente, calcular la concentración de Cl⁻, expresada en mg/L, en el extracto de saturación según:

$$\text{Cl (mg/L)} = \text{Cl (mmol - /L)} \times 35,46$$

donde:

$$\text{Cl}^- \text{ (mmol-/L)} = \text{mmol-/L de Cl}^- \text{ en el extracto de saturación (5.8)}$$

5.10 Opcionalmente, calcular la concentración de Cl⁻, expresada en mg/kg de suelo, según:

$$\text{Cl (mg/kg)} = \frac{\text{Cl (mg/L)} \times \text{SA}}{100}$$

donde:

- Cl⁻ (mg/L) = mg/L de Cl⁻ en el extracto de saturación (5.9)
- SA = saturación de agua en % (Método 9.1, punto 4.2.3)

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.8, con un máximo de tres cifras significativas, como:
 - Cl⁻ soluble en el extracto de saturación = ... mmol-/L
- 6.2 Opcionalmente, informar el resultado obtenido en 5.9, sin decimales, como:
 - Cl⁻ soluble en el extracto de saturación = ... mg/L
- 6.3 Opcionalmente, informar el resultado obtenido en 5.10, sin decimales, como:
 - Cl⁻ soluble en el extracto de saturación = ... mg/kg

9 Bibliografía

- 9.1. Frankenberger, W.T., M.A. Tabatabai, D.C. Adriano and H.E. Doner. 1996. Bromine, chlorine, and fluorine. p. 833-868. *In*: Sparks, D.L. (Ed.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical Methods. Soil Science Society of America Book Series Number 5. Soil Science Society of America, Inc., American Society of Agronomy, Inc., Madison, Wisconsin, USA. 1390 p.

- 9.2 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.3 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 9.4 Walinga, I., J.J. Van Der Lee, V.J.G. Houba, W. Van Vark and I. Novozamsky. 1995. Plant analysis manual. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 253 p.

10 Ejemplos

10.1 Ejemplo de valores obtenidos en la titulación de 2 mL de solución de NaCl 0,01 mol/L con solución de AgNO₃:

AgNO ₃ mL	Diferencia de volumen mV	Potencial mV	Diferencia de potencial mV	Primera derivada	Diferencia en la primera derivada
V	ΔV	E	ΔE	ΔE/ΔV	Δ ² E/ΔV
0,00		-236			
	1,70		31	18	
1,70		-205			+93
	0,09		10	111	
1,79		-195			+56
	0,09		15	167	
1,88		-180			+322
	0,09		44	489	
1,97		-136			+178
	0,09		60	667	
2,06		-76			-467
	0,09		18	200	
2,15		-58			-78
	0,09		11	122	
2,24		-47			-44
	0,09		7	78	
2,33		-40			

10.2 Ejemplo del cálculo del potencial en el punto de equivalencia:

$$E_e = E_p + \Delta E_p \times \frac{\Delta 2E(+)}{\Delta 2E(+) + \Delta 2E(-)}$$

$$E_e = -136 + 60 \times \frac{178}{178 + 476}$$

$$E_e = -119 \text{ mV}$$

10.3 Ejemplo del cálculo de la concentración de la solución de AgNO_3 .

10.3.1 Cálculo del gasto de solución de AgNO_3 en la titulación de 2 mL de solución de NaCl 0,01 mol/L:

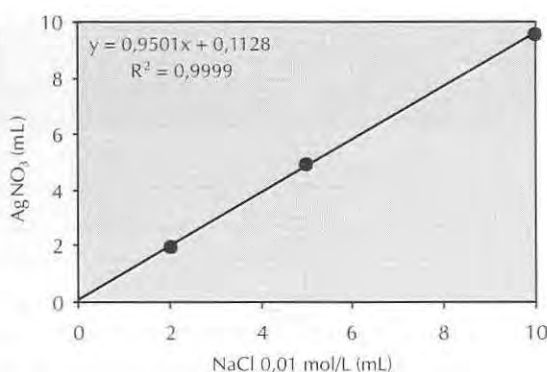
$$V_e = V_p + \Delta V_p \times \frac{\Delta 2E(+)}{\Delta 2E(+) + \Delta 2E(-)}$$

$$V_e = -1,97 + 0,09 \times \frac{178}{178 + 476}$$

$$V_e = 1,99 \text{ mL}$$

10.3.2 Ejemplo de la curva de calibración:

NaCl 0,01 mol/L alícuota mL	AgNO_3 gasto calculado mL
2	1,99
5	4,90
10	9,60



10.3.3 Cálculo de la concentración de la solución de AgNO_3 :

$$\text{AgNO}_3 \text{ (mol/L)} = \frac{0,01}{b_1}$$

$$\text{AgNO}_3 \text{ (mol/L)} = \frac{0,01}{0,9501} = 0,0105$$

10.4 Ejemplo del cálculo de la concentración de Cl en una muestra de suelo en la que se titularon 5 mL de extracto de saturación diluido 1→10 y se gastaron 3,25 mL de solución de AgNO_3 .

10.4.1 Expresada en mmol-/L de extracto de saturación:

$$\text{Cl (mmol - /L)} = \frac{(a - b_0) \times D \times M}{A} \times 1000$$

$$\text{Cl} = \frac{(3,25 - 0,1128) \times 10 \times 0,0105}{5} \times 1000$$

$$\text{Cl} = 65,9 \text{ mmol-/L}$$

10.4.2 Expresada en mg/L de extracto de saturación:

$$\text{Cl (mg/L)} = \text{Cl (mmol-/L)} \times 35,46$$

$$\text{Cl (mg/L)} = 65,9 \times 35,46$$

$$\text{Cl} = 2337 \text{ mg/L}$$

10.4.3 Expresada en mg/kg de suelo, considerando que la saturación de agua (SA) de la pasta saturada es de 30%:

$$\text{Cl (mg/kg)} = \frac{\text{Cl (mg/L)} \times \text{SA}}{100}$$

$$\text{Cl (mg/kg)} = \frac{2337 \times 30}{100}$$

$$\text{Cl} = 701 \text{ mg/kg}$$

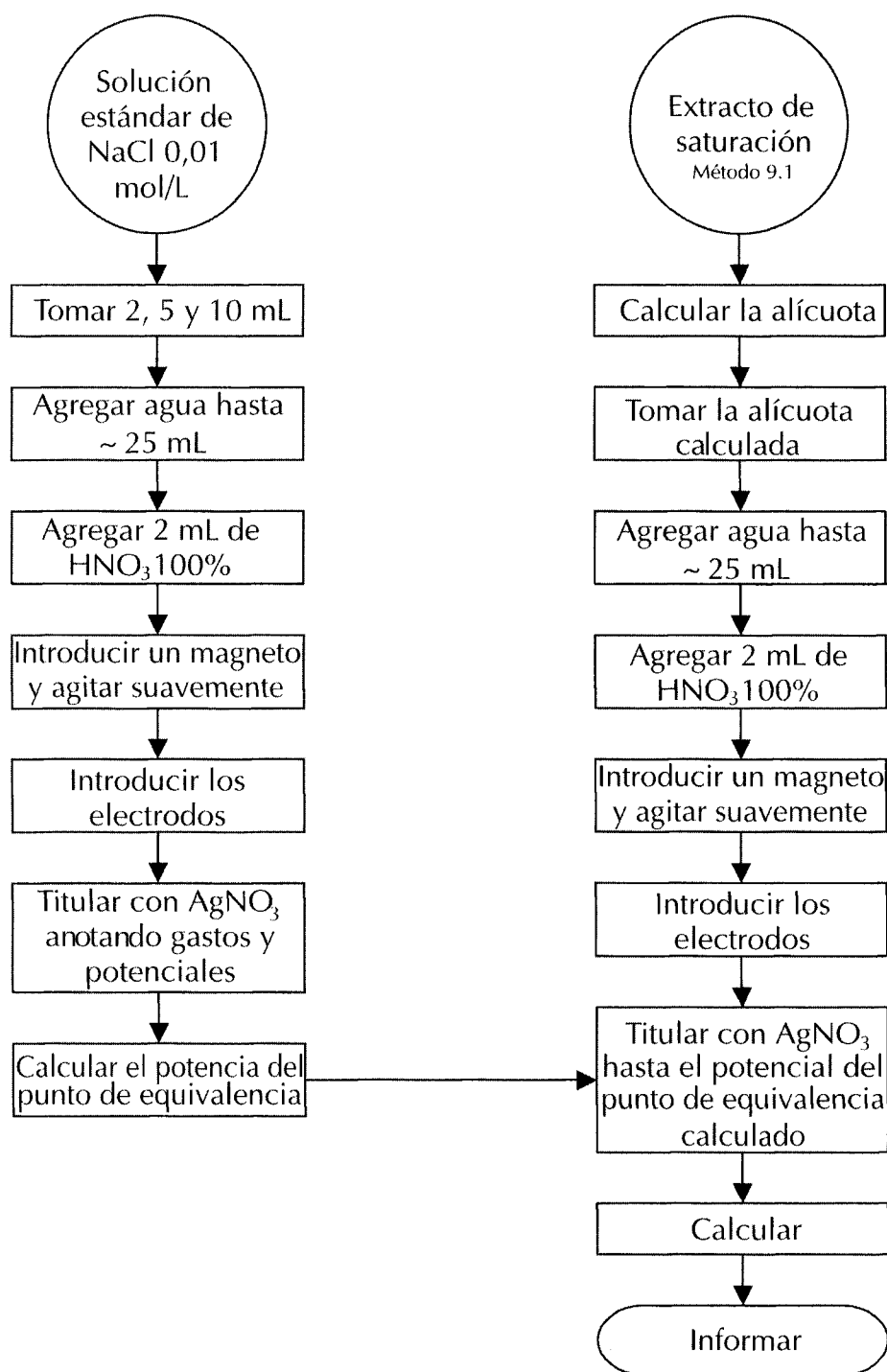


Figura 13.1-1. Diagrama de flujo del Método 13.1.

13 CLORURO

13.2 EXTRACTO DE SATURACIÓN Y DETERMINACIÓN POR TITULACIÓN MANUAL CON NITRATO DE PLATA

1 Principio y alcance

- 1.1 En el extracto de saturación obtenido por el Método 9.1, punto 4.3, se determina la concentración de cloruro por titulación con nitrato de plata usando cromato de potasio como indicador.
- 1.2 Este método es recomendado para suelos afectados por sales ($CE \geq 0,5$ dS/m).

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Matraces Erlenmeyer de 100 mL.
- 2.2 Bureta de 25 mL

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 ($CE \leq 0,2$ mS/m a 25°C).

- 3.1 Suspensión de hidróxido de aluminio.
 - Disolver 125 g de sulfato de aluminio y potasio, $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, o sulfato de aluminio y amonio, $AlNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, en 1 L de agua.
 - Calentar a 60°C.
 - Agregar, lentamente y con agitación, 55 mL de amoníaco concentrado.
 - Dejar reposar por 1 h.
 - Lavar el precipitado por sucesivas adiciones de agua, mezclando y decantando, hasta que quede libre de cloruro.
Cuando está recién preparada, esta suspensión ocupa un volumen de aproximadamente 1 L.
- 3.2 Solución indicadora de fenolftaleína 1%.
Disponible en el comercio.
- 3.3 Ácido sulfúrico, H_2SO_4 , 0,5 mol/L.
A 400 mL de agua agregar, lentamente y con agitación, 14 mL de H_2SO_4 96%. Enfriar y diluir a 500 mL con agua.
- 3.4 Solución de hidróxido de sodio, NaOH, 1 mol/L.
Disolver 20 g de NaOH en agua. Enfriar y diluir a 500 mL.
- 3.5 Solución indicadora de cromato de potasio.

- Disolver 50 g de cromato de potasio, K_2CrO_4 , en un poco de agua.
 - Agregar solución de nitrato de plata hasta la formación definida de un precipitado rojo.
 - Dejar reposar por 12 h.
 - Filtrar y diluir a 1 L con agua.
- 3.6 Solución estándar de nitrato de plata 1 mol/L.
Disponible en el comercio.
- 3.7 Solución estándar de nitrato de plata 0,02 mol/L.
Diluir 20 mL de la solución estándar de nitrato de plata 1 mol/L (3.6) a 1000 mL con agua.
Verificar la concentración antes del uso por titulación de una alícuota de 2 mL de la solución estándar de cloruro de sodio 0,1 mol/L (3.8).
- 3.8 Solución estándar de cloruro de sodio 0,1 mol/L.
Disponible en el comercio.

4 Procedimiento

- 4.1 Transferir una alícuota del extracto de saturación proveniente del Método 9.1, punto 4.3 (o del extracto diluido 1→10, Método 9.1, nota 9), que contenga < 0,5 mmol de Cl^- en un matraz (2.1) y diluir a 50 mL con agua. Incluir alícuotas similares de los blancos y diluir a 50 mL con agua.
- 4.2 Si la muestra es altamente coloreada, agregar 2 mL de la suspensión de hidróxido de aluminio (3.1), mezclar, dejar decantar y filtrar.
- 4.3 Si el pH de la muestra no está entre 7 y 10, ajustarlo al punto final de la fenolftaleína (pH 8,3) con ácido sulfúrico (3.3) o solución de hidróxido de sodio (3.4).

Nota 1

Si se usa un medidor de pH para ajustar el pH, preferir un electrodo de referencia sin cloruro. Si esto no es posible, determinar la cantidad de ácido o álcali en una porción de la muestra, luego agregar la cantidad determinada a otra porción de la muestra y continuar el análisis.

- 4.4 Agregar 1 mL de solución indicadora de cromato de potasio (3.5).
- 4.5 Titular con la solución estándar de nitrato de plata 0,02 mol/L (3.7) hasta un color amarillo anaranjado. Registrar el gasto.

5. Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de Cl^- , expresada en mmol-/L, en el extracto de saturación según:

$$Cl^- \text{ (mmol - /L)} = \frac{(a - b) \times D \times M}{A} \times 1000$$

donde:

- a = volumen, en mL, de $AgNO_3$ gastado para titular la muestra
- b = volumen promedio, en mL, de $AgNO_3$ gastado para titular los blancos
- D = factor de dilución del extracto (si corresponde)
- M = concentración, en mol/L, de la solución estándar de $AgNO_3$
- A = alícuota, en mL, de extracto

- 5.2 Opcionalmente, calcular la concentración de Cl^- , expresada en mg/L, en el extracto de saturación según:

$$\text{Cl}^- \text{ (mg/L)} = \text{Cl}^- \text{ (mmol-/L)} \times 35,46$$

donde:

$$\text{Cl}^- \text{ (mmol-/L)} = \text{mmol-/L de } \text{Cl}^- \text{ en el extracto de saturación (5.1)}$$

- 5.3 Opcionalmente, calcular la concentración de Cl^- , expresada en mg/kg de suelo, según:

$$\text{Cl}^- \text{ (mg/kg)} = \frac{\text{Cl}^- \text{ (mg/L)} \times \text{SA}}{100}$$

donde:

$$\text{Cl}^- \text{ (mg/L)} = \text{mg/L de } \text{Cl}^- \text{ en el extracto de saturación (5.2)}$$

$$\text{SA} = \text{saturación de agua en \% (Método 9.1, punto 4.2.3)}$$

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, con un máximo de tres cifras significativas, como:
- Cl^- soluble en el extracto de saturación = ... mmol-/L
- 6.2 Opcionalmente, informar el resultado obtenido en 5.2, sin decimales, como:
- Cl^- soluble en el extracto de saturación = ... mg/L
- 6.3 Opcionalmente, informar el resultado obtenido en 5.3, sin decimales, como:
- Cl^- soluble en el extracto de saturación = ... mg/kg

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de Cl^- soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), se presenta en el Cuadro 13.1-1.

Cuadro 13.1-1. Repetibilidad* de la determinación de Cl^- soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1
N° de laboratorios participantes	8
N° de resultados aceptados	16
Media (mmol-/L)	272
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	9,7
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	3,6
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	27

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

8 Reproducibilidad

- 8.1 La reproducibilidad de los análisis de Cl soluble en el extracto de saturación, obtenida por comparación interlaboratorios realizada el 2000 por la CNA-SCCS, se presenta en el Cuadro 13.1-2.

Cuadro 13.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de Cl soluble en el extracto de saturación

Muestra N°	1	2	3
N° de resultados aceptados	8	8	16
N° de resultados no aceptados	0	0	0
Media (mmol/L)	6,2	144	238
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	2,4	60	96
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	39	41	40
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	6,7	167	270

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

9 Bibliografía

- 9.1 EPA. Method 9253. 1994. Chloride (titrimetric, silver nitrate). Revision 0. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 9.2. Frankenberger, W.T., M.A. Tabatabai, D.C. Adriano and H.E. Doner. 1996. Bromine, chlorine, and fluorine. p. 833-868. *In*: Sparks, D.L. (Ed.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical Methods. Soil Science Society of America Book Series Number 5. Soil Science Society of America, Inc., American Society of Agronomy, Inc., Madison, Wisconsin, USA. 1390 p.
- 9.3 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.4 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.5 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21st Edition. 2005. 4500-Cl⁻ Chloride. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. Port City Press, Baltimore, Maryland, p: 4-70 a 4-71.

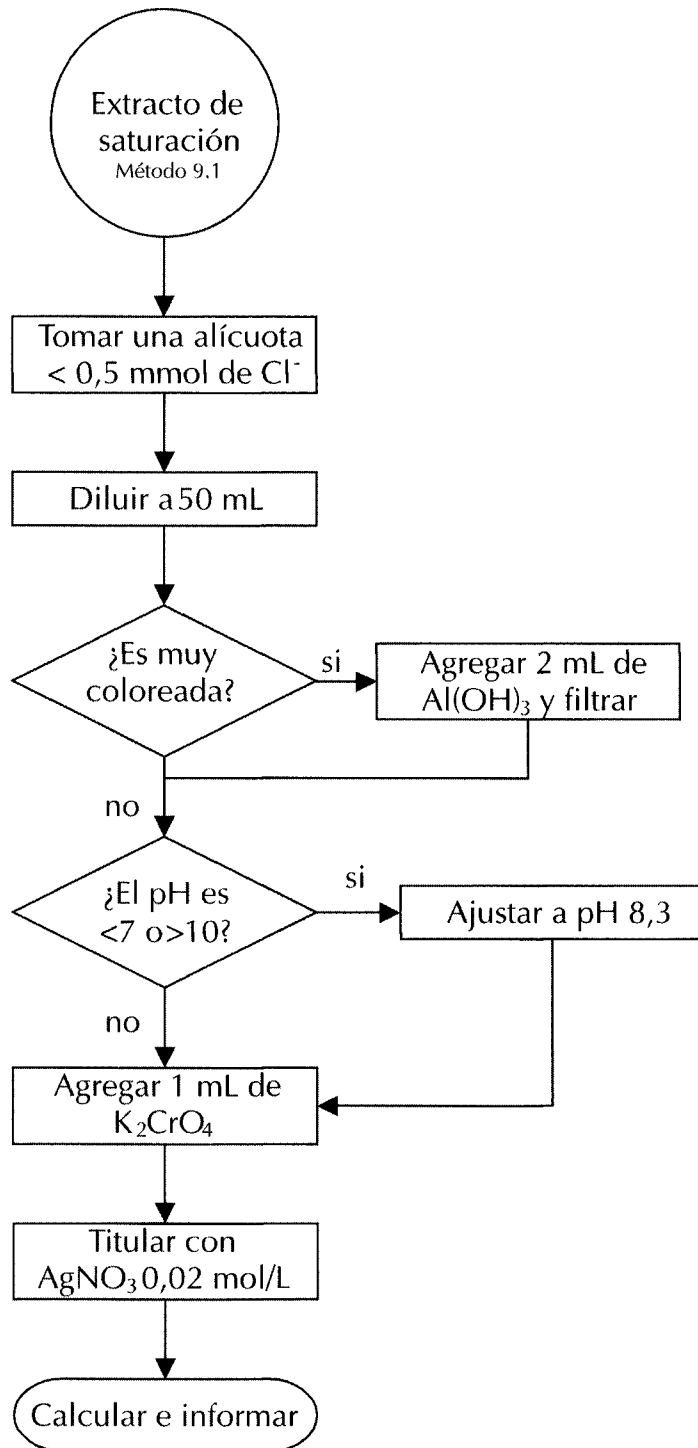


Figura 13.2-1. Diagrama de flujo del Método 13.2.

14 NITRÓGENO

14.1 DIGESTIÓN KJELDAHL

1 Principio y alcance

- 1.1 El método se basa en la digestión Kjeldahl de la muestra con ácido sulfúrico, ácido salicílico y una mezcla catalítica de sulfato de potasio, sulfato de cobre y dióxido de titanio. Luego, se determina el N-NH₄ en la solución por el Método 14.1.1.

Nota 1

El dióxido de titanio (TiO₂) es ecotóxicamente menos dañino que el selenio.

- 1.2 Este procedimiento de digestión permite determinar el nitrógeno total del suelo (N-amoniaco, N-nitrato, N-nitrito y N orgánico).
- 1.3 Este método es aplicable a todos los tipos de suelos.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Tamiz con aberturas de 0,25 mm.
- 2.2 Digestor con tubos de 50-100 mL.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 2 según la NCh426/2 (CE máxima = 0,5 mS/m a 25°C).

- 3.1 Ácido salicílico en ácido sulfúrico.

Disolver 25 g de ácido salicílico, C₇H₆O₃, en 1 L de ácido sulfúrico, H₂SO₄, 96 %, densidad 1,84 kg/L.

- 3.2 Tiosulfato de sodio.

Moler cristales de tiosulfato de sodio pentahidrato, Na₂O₃S₂.5H₂O, hasta que pasen a través de un tamiz de 0,25 mm de apertura (2.1).

- 3.3 Mezcla catalítica.

Mezclar moliendo en un mortero:

- 100 g de sulfato de potasio, K₂SO₄, molido,
- 3 g de sulfato de cobre, CuSO₄.5H₂O molido, y
- 3 g de dióxido de titanio, TiO₂, con la estructura cristalina de anatasa.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar 0,2 g a 1 g (exactitud 0,001g) de muestra seca al aire, < 2mm y molida a < 0,5 mm (punto 3.6 del Método 1.1) en un tubo de digestión. Incluir una muestra de referencia y dos blancos (tubos sin suelo).
- 4.2 Agregar 4 mL de ácido salicílico en ácido sulfúrico (3.1) agitando hasta mezclar bien.
- 4.3 Dejar reposar durante la noche.
- 4.4 Agregar 0,5 g de tiosulfato de sodio (3.2) a través de un embudo de vástago largo.
- 4.5 Calentar cuidadosamente hasta el cese de la espuma. Enfriar.
- 4.6 Agregar alrededor de 1,1 g de mezcla catalítica (3.3).
- 4.7 Hervir suavemente, sin exceder los 400°C, hasta que la mezcla de digestión esté clara, cuidando que el ácido sulfúrico se condense en el primer tercio del cuello del tubo de digestión. Este proceso puede durar de 2 a 5 horas. Enfriar.
- 4.5 Agregar lentamente y con agitación 20 mL de agua. Dejar enfriar.
- 4.6 Determinar el N-NH₄ en el digerido por el Método 14.1.1.

5 Bibliografía

- 5.1 Bremner J.M. 1996. Nitrogen-total. p.1085-1121. *In*: Sparks, D.L. *et al.* (eds.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical methods. Soil Science Society of America Book Series N°5. Soil Science Society of America, Inc, American Society of Agronomy, Inc, Madison, Wisconsin, USA. 1390p.
- 5.2 ISO 11261. 1995. Soil quality – Determination of total nitrogen – Modified Kjeldahl method. International Organization for Standardization. Gèneve, Switzerland, 4p.
- 5.3 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 5.4 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.

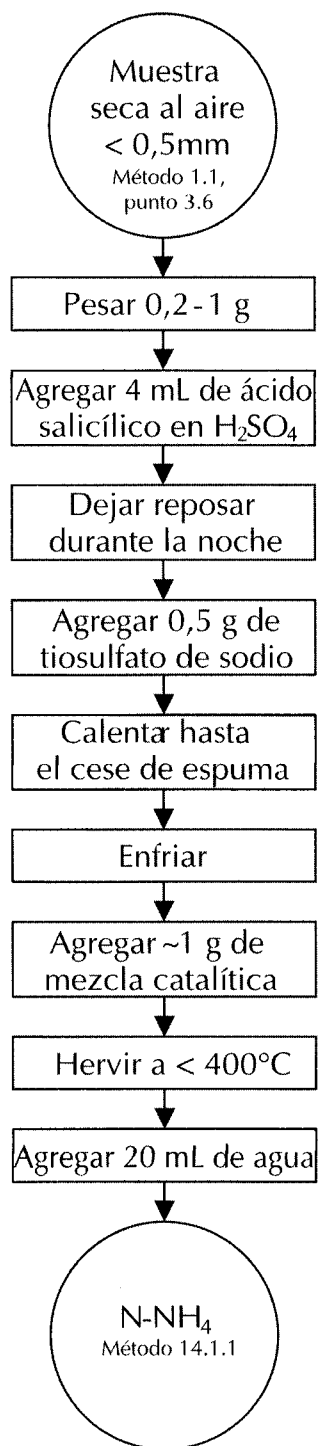


Figura 14.1-1. Diagrama de flujo del Método 14.1.

14 NITRÓGENO

14.1 DIGESTIÓN KJELDAHL

14.1.1 Destilación de NH_3 y determinación por titulación

1 Principio y alcance

- 1.1 La solución proveniente del Método 14.1 se alcaliniza, con lo cual se forma NH_3 que se destila por arrastre de vapor, se atrapa en ácido bórico y se titula con ácido.
- 1.2 Este método es aplicable en todos los suelos.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Destilador por arrastre de vapor.
- 2.2 Microbureta de 10 mL con graduaciones a intervalos de 0,01 mL (o titulador automático).

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 2 según la NCh426/2 ($\text{CE} \leq 0,5 \text{ mS/m}$ a 25°C).

3.1 Solución de NaOH aprox. 10 mol/L.

En un recipiente de vidrio marcado para indicar 5 L, agregar:

- 2 kg de hidróxido de sodio, NaOH,
- alrededor de 2,5 L de agua recién hervida y fría y disolver. Enfriar con el frasco tapado para evitar la absorción de CO_2 ,
- agua recién hervida y fría hasta la marca de 5 L. Mezclar bien.

Guardar esta solución protegida del CO_2 ambiental.

3.2 Solución de NaOH 0,1 mol/L.

Disolver 0,4 g de hidróxido de sodio, NaOH, en agua recién hervida y fría y diluir a 100 mL.

3.3 Solución indicadora.

Disolver 0,02 g de rojo de metilo y 0,1 g de verde de bromocresol en 100 mL de etanol 96 %.

3.4 Solución de ácido bórico-indicador.

En un recipiente marcado para indicar 1 L, agregar:

- 20 g de H_3BO_3 ,
- alrededor de 900 mL de agua. Disolver por calentamiento con agitación. Enfriar,
- 20 mL de solución indicadora (3.3),

- solución de NaOH 0,1 mol/L (3.2), cuidadosamente hasta un tinte púrpura rojizo (aproximadamente pH 5,0),
- agua hasta la marca de 1 L. Mezclar.

Esta solución debe mezclarse bien antes de su uso.

- 3.5 Solución estándar de ácido sulfúrico, H₂SO₄, 0,005 mol/L.
Disponible en el comercio.

4 Procedimiento

- 4.1 Agregar 5 mL de solución de ácido bórico-indicador (3.4) a un matraz Erlenmeyer de 50 mL, marcado a los 20 mL, y colocarlo bajo del condensador del destilador (2.1) de manera que el extremo del condensador quede bajo la superficie de la solución.
- 4.2 Al tubo de digestión proveniente del Método 14.1, agregar 20 mL de solución de NaOH 10 mol/L (3.1) y conectarlo al destilador por arrastre de vapor (2.1).
- 4.3 Inmediatamente comenzar la destilación.
- 4.4 Una vez que el destilado alcance la marca de 20 mL, bajar el matraz hasta que el extremo del condensador esté sobre el nivel del líquido y lavarlo con agua.
- 4.5 Titular el destilado con solución estándar de H₂SO₄ 0,005 mol/L (3.5) hasta que el color cambie de verde a rosado.

Nota 1

Alternativamente puede usarse un titulador automático fijando el punto final a pH 4,60.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de N en la muestra según:

$$N (\%) = \frac{(a - b) \times M}{m} \times 2,8$$

donde:

- a = mL de solución estándar de H₂SO₄ gastados en la muestra
- b = mL promedio de solución estándar de H₂SO₄ gastados en los blancos
- M = concentración en mol/L de la solución estándar de H₂SO₄
- m = masa en g de la muestra usada en el Método 14.1.

6 Informe

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, con dos decimales, como:
- N total = ... %

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de N según ISO 11261 (1995), se presenta en el Cuadro 14.1.1-1.

Cuadro 14.1.1-1. Repetibilidad* de la determinación del contenido de N.

Muestra N°	1	2	3	4
N° de laboratorios participantes	14	14	14	14
Media (mg/g)	0,98	3,11	6,70	10,88
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,06	0,12	0,19	0,26
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	6,1	3,9	2,8	2,4
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,17	0,33	0,54	0,74

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 11261)

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de N según ISO 11261 (1995), se presenta en el Cuadro 14.1.1-2.

Cuadro 14.1.1-2. Reproducibilidad* del contenido de N.

Muestra N°	1	2	3	4
N° de laboratorios participantes	14	14	14	14
Media (mg/g)	0,98	3,11	6,70	10,88
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,27	0,58	1,07	0,89
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	27,6	18,6	16,0	8,2
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	0,76	1,62	3,00	2,50

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 11261)

9 Bibliografía

- 9.1 Bremner J.M. 1996. Nitrogen-total. p.1085-1121. *In*: Sparks, D.L. *et al.* (eds.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical methods. Soil Science Society of America Book Series Number 5. Soil Science Society of America, Inc, American Society of Agronomy, Inc, Madison, Wisconsin, USA. 1390 p.
- 9.2 ISO 11261. 1995. Soil quality – Determination of total nitrogen – Modified Kjeldahl method. International Organization for Standardization. Gèneve, Switzerland, 4 p.
- 9.3 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.4 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 9.5 Van Reeuwijk, L.P. (Ed.) 1986. Procedures for soil analysis. International Soil Reference and Information Centre, Wageningen, The Netherlands, 106 p.

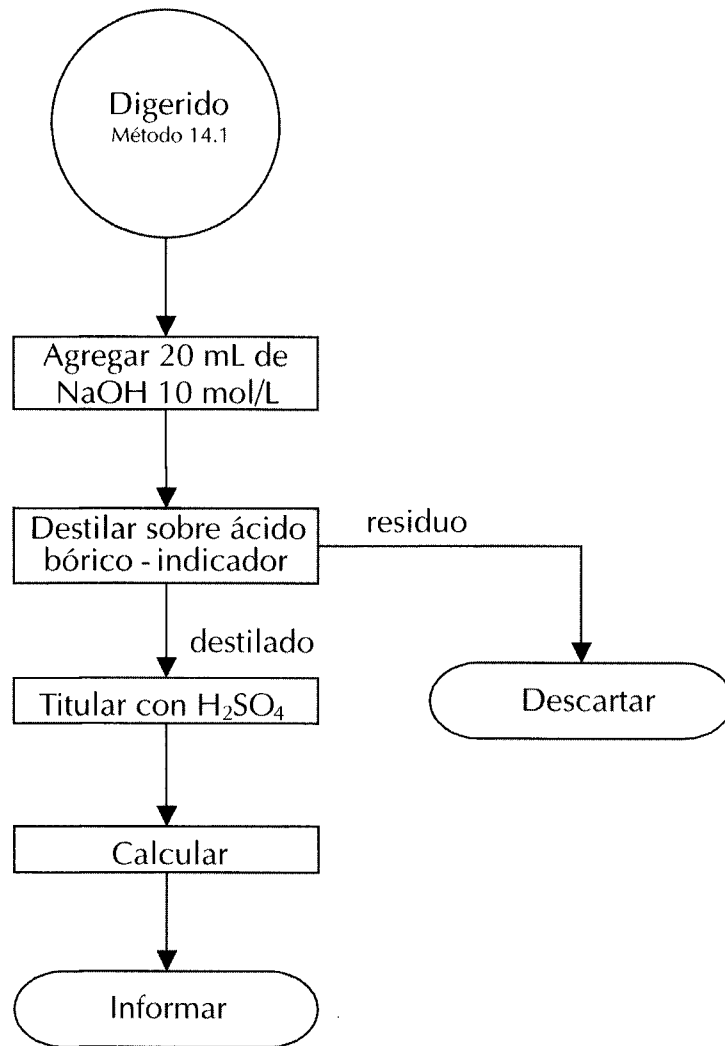


Figura 14.1.1-1. Diagrama de flujo del Método 14.1.1.

14 NITRÓGENO

14.2 EXTRACCIÓN CON CLORURO DE POTASIO 2 mol/L, DESTILACIÓN DE NH₃ Y DETERMINACIÓN POR TITULACIÓN

1 Principio y alcance

- 1.1 El suelo se trata con una solución de cloruro de potasio 2 mol/L que extrae las formas inorgánicas de nitrógeno (NH₄⁺, NO₃⁻ y NO₂⁻) que pueden estar presentes en el suelo. Al extracto se agrega MgO y aleación de Devarda para transformar todo el nitrógeno en NH₄⁺, el cual se destila por arrastre de vapor, se atrapa en ácido bórico y se titula con ácido.
- 1.2 Este método es aplicable en todos los suelos.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Envases de plástico de base cuadrada, de 150 mL.
- 2.2 Agitador recíproco.
- 2.3 Destilador por arrastre de vapor.
- 2.4 Microbureta de 10 mL con graduaciones a intervalos de 0,01 mL (o titulador automático).

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 2 según la NCh426/2 (CE ≤ 0,5 mS/m a 25°C).

- 3.1 Solución de cloruro de potasio 2 mol/L.
Disolver 1,5 kg de cloruro de potasio, KCl, en alrededor de 8 L de agua y diluir a 10 L.
- 3.2 Óxido de magnesio.
Calcinar óxido de magnesio, MgO, en una mufla a 600-700°C por 2 horas. Enfriar en un desecador y almacenar en un frasco herméticamente cerrado.
- 3.3 Aleación de Devarda.
Moler aleación de Devarda (50% Cu, 45% Al y 5% Zn) hasta que pase un tamiz de 200 mallas (0,075 mm).
- 3.4 Solución de NaOH 0,1 mol/L.
Disolver 0,4 g de hidróxido de sodio, NaOH, en agua recién hervida y fría y diluir a 100 mL.
- 3.5 Solución indicadora.
Disolver 0,02 g de rojo de metilo y 0,1 g de verde de bromocresol en 100 mL de etanol 96 %.
- 3.6 Solución de ácido bórico-indicador.

En un recipiente marcado para indicar 1 L, agregar:

- 20 g de ácido bórico, H_3BO_3 ,
- alrededor de 900 mL de agua. Disolver por calentamiento con agitación. Enfriar,
- 20 mL de solución indicadora (3.5),
- solución de NaOH 0,1 mol/L (3.4), cuidadosamente hasta un tinte púrpura rojizo (aproximadamente pH 5,0),
- agua hasta la marca de 1 L. Mezclar.

Esta solución debe mezclarse bien antes de su uso.

3.7 Solución estándar de ácido sulfúrico, H_2SO_4 , 0,001 mol/L.

Disponible en el comercio.

3.8 Solución estándar de 100 mg/L de N-($NH_4 + NO_3$).

A un matraz aforado de 1000 mL agregar:

- 0,2358 g de sulfato de amonio, $(NH_4)_2SO_4$,
- 0,3609 g de nitrato de potasio, KNO_3 ,
- agua para disolver y diluir a 1000 mL.

Esta solución estándar contiene 100 mg/L de N (50 mg/L de N- NH_4 y 50 mg/L de N- NO_3).

3.9 Solución estándar de 5 mg/L de N-($NH_4 + NO_3$).

Diluir 5 mL de la solución estándar de 100 mg/L de N-($NH_4 + NO_3$) (3.8) a 100 mL con agua. Esta solución estándar contiene 2,5 mg/L de N- NH_4 y 2,5 mg/L de N- NO_3 .

4 Procedimiento

4.1 Pesar 5 g (exactitud 0,01 g) de muestra seca al aire y < 2mm (Método 1.1), en un frasco (2.1). Incluir dos blancos y una muestra de referencia.

4.2 Agregar 50 mL de solución de KCl 2 mol/L (3.1).

4.3 Agitar durante 1 hora.

4.4 Dejar sedimentar por 30 min.

Nota 1

Si el extracto no se analizará dentro de las 24 horas, filtrar por papel filtro de tamaño de poro < 8 nm y refrigerar el filtrado.

4.5 Agregar 5 mL de solución de ácido bórico-indicador (3.6) a un matraz Erlenmeyer de 50 mL, marcado a los 20 mL, y colocarlo bajo del condensador del destilador (2.3) de manera que el extremo del condensador quede bajo la superficie de la solución.

4.6 Colocar 20 mL de la solución estándar de 5 mg/L de N (3.9) en el matraz de destilación. Incluir dos blancos con 20 mL de agua.

4.7 Agregar 0,2 g de MgO (3.2).

4.8 Agregar 0,2 g de aleación de Devarda (3.3).

4.9 Conectar el matraz al destilador por arrastre de vapor (2.3).

4.10 Inmediatamente comenzar la destilación.

4.11 Una vez que el destilado alcance la marca de 20 mL, bajar el matraz hasta que el extremo del condensador esté sobre el nivel del líquido y lavarlo con agua.

4.12 Titular el destilado con solución estándar de H_2SO_4 0,001 mol/L (3.5) hasta que el color cambie de verde a rosado.

Nota 2

Alternativamente puede usarse un titulador automático fijando el punto final a pH 4,60.

4.13 Calcular la recuperación según 5.1.

La recuperación debe estar entre 90% y 110%. Si está fuera de estos límites, detectar y solucionar el problema y repetir desde 4.5.

4.14 Determinar el N en los extractos siguiendo el procedimiento desde el punto 4.5, pero reemplazando el punto 4.6 por "Colocar 10 mL a 20 mL del sobrenadante (4.4) en el matraz de destilación".

5 Cálculos

5.1 Calcular la recuperación según:

$$\text{Recuperación (\%)} = \frac{(a - b) \times M}{V \times C} \times 2\,800\,000$$

donde:

- a = volumen, en mL, de solución estándar de H₂SO₄ gastado en la titulación del destilado de la solución estándar
- b = volumen promedio, en mL, de H₂SO₄ gastado en la titulación del destilado de los blancos de agua (4.6)
- M = concentración, en mol/L, del H₂SO₄
- V = volumen, en mL, de solución estándar de N
- C = concentración, en mg/L de N, de la solución estándar de N

5.2 Calcular la concentración de N extraído en la muestra según:

$$\text{N (mg/kg)} = \frac{(c - d) \times M}{A} \times 280\,000$$

donde:

- c = volumen, en mL, de solución estándar de H₂SO₄ gastado en la titulación del destilado del extracto de la muestra
- d = volumen promedio, en mL, de solución estándar de H₂SO₄ gastado en la titulación del destilado de los extractos blancos
- M = concentración, en mol/L, de la solución estándar de H₂SO₄
- A = volumen, en mL, de alícuota de extracto

6 Informe

6.1 Informar el resultado obtenido en 5.2, sin decimales, como:

N extraíble con solución de KCl 2 mol/L = ... mg/kg

7 Bibliografía

- 7.1 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 7.2 MULVANEY, R.L. 1996. Nitrogen-inorganic forms. p. 11123-1200. *In: Sparks, D.L. et al.* (eds.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical methods. Soil Science Society of America Book Series Number 5. Soil Science Society of America, Inc, American Society of Agronomy, Inc, Madison, Wisconsin, USA. 1390 p.
- 7.3 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 7.4 VAN RAIJ, B., J.C. DE ANDRADE, H. CANTARELLA y J.A. QUAGGIO. 2001. Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais. Instituto Agronômico, Campinas, Brasil, 285 p.

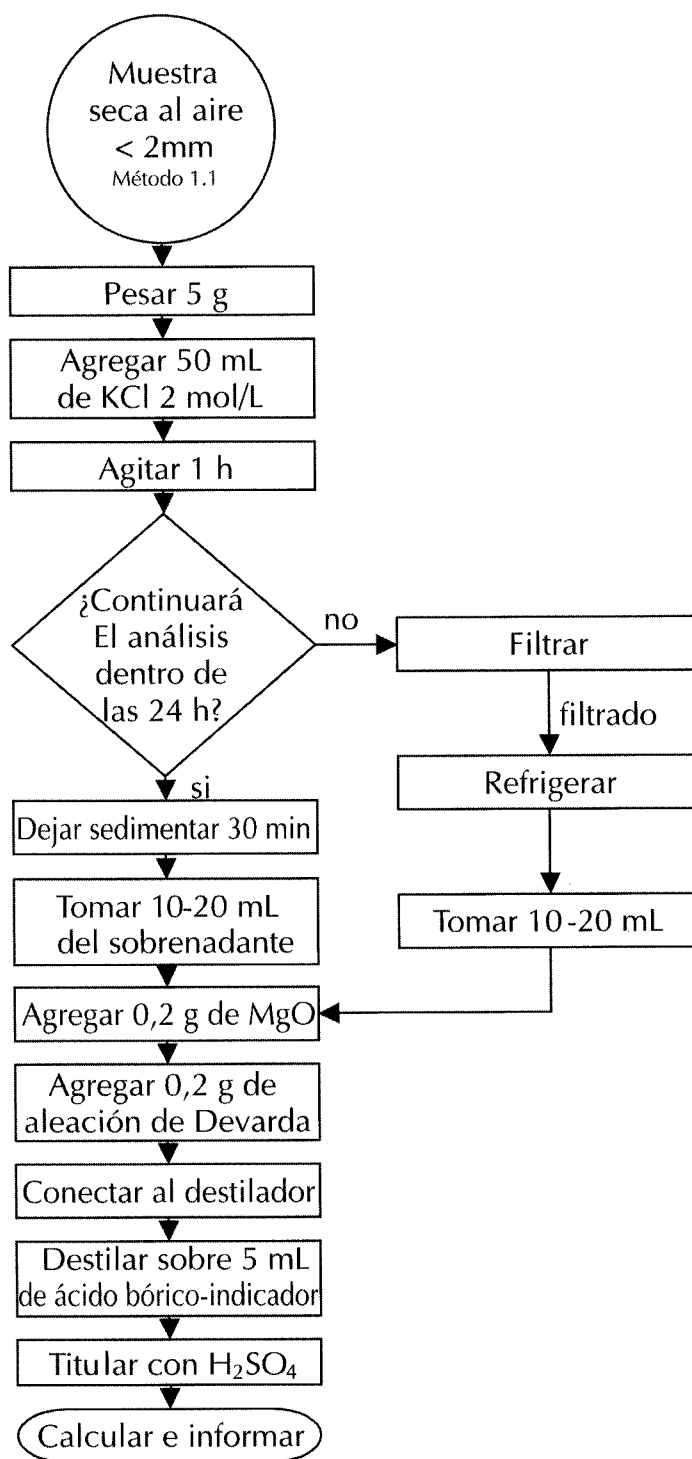


Figura 14.2-1. Diagrama de flujo del Método 14.2.

15 REQUERIMIENTO DE ENCALADO Y CAPACIDAD TAMPÓN DE pH (CTpH)

15.1 INCUBACIÓN CON KOH A 60°C POR 24 H.

1 Principio y alcance

- 1.1 El "requerimiento de encalado" se define como *la cantidad de carbonato de calcio (CaCO_3) necesaria para subir a un valor deseado el pH- H_2O de una hectárea de suelo hasta una profundidad de 0,20 m.*
- 1.2 La "capacidad tampón de pH (CTpH)" se define como *la cantidad de CaCO_3 necesaria para subir en 0,1 unidades el pH- H_2O de una hectárea de suelo hasta una profundidad de 0,20 m.*
- 1.3 El método consiste en incubar porciones de suelo con concentraciones crecientes de solución de KOH a 60°C por 24 horas. Luego se agrega solución de KCl 1 mol/L y se determina el pH. Con los datos obtenidos, se dibuja la curva de titulación y se calculan el requerimiento de encalado y la CTpH por resolución de la ecuación de regresión.
- 1.4 Este método es aplicable en los suelos ácidos (pH- H_2O < 6,6).

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Medida de acero inoxidable que entregue un volumen de 10 mL.
- 2.2 Frascos de plástico de base cuadrada de 150 mL de capacidad.
- 2.3 Estufa de incubación que permita mantener 60°C.
- 2.4 Agitador recíproco.
- 2.5 Medidor de pH con electrodo combinado.

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 2 según la NCh426/2 ($\text{CE} \leq 0,5 \text{ mS/m}$ a 25°C) y con un pH > 5,6.

- 3.1 Solución de KCl 2 mol/L.
Disolver 149 g de cloruro de potasio, KCl, en agua y diluir a 1 L.
- 3.2 Solución de KCl 1 mol/L.
Disolver 74,6 g de cloruro de potasio, KCl, en agua y diluir a 1 L.
- 3.3 Solución de KOH 0,4 mol/L.
 - 3.3.1 Diluir una ampolla concentrada estándar según las instrucciones.
 - 3.3.2 Disolver 22,4 g de hidróxido de potasio, KOH, en agua y diluir a 1 L.
- 3.4 Solución de KOH-KCl.
Mezclar volúmenes iguales de solución de KCl 2 mol/L (3.1) y solución de KOH 0,4 mol/L (3.3.1 o 3.3.2).

- 3.5 Bioinhibidor.
 - 3.5.1 Cloroformo, CHCl_3 (triclorometano).
 - 3.5.2 Timol, $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$ (5-metil-2-isopropil fenol).
- 3.6 Soluciones tampones de pH 7,00 y 4,00 o similares.
Diluir ampollas concentradas estándares según las instrucciones del fabricante.
- 3.7 Solución estándar de ácido succínico 0,1 mol/L:
Disolver 5,90 g de ácido succínico, $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$, seco a 105°C, en agua y diluir a 500 mL.
- 3.8 Solución de fenolftaleína 1%:
Disolver 0,5 g de fenolftaleína en una mezcla de 25 mL de etanol y 25 mL de agua.

4 Procedimiento

Determinación de la concentración de OH^- en la solución de KOH-KCl (3.4)

- 4.1 Transferir alícuotas de 10,0 mL de solución estándar de ácido succínico 0,1 mol/L (3.7) en dos matraces Erlenmeyer de 50 mL.
- 4.2 Agregar 1-2 gotas de solución de fenolftaleína (3.8).
- 4.3 Titular con solución de KOH-KCl (3.4) hasta color rosado.

Incubación y determinación de pH

- 4.4 Medir 10 cm^3 de muestra seca al aire y < 2mm (Método 1.1.) en 6 frascos (2.1).
- 4.5 Agregar:
 - 0,0-0,5-1,0-2,0-5,0-10,0 mL de solución de KOH-KCl (3.4) y mezclar,
 - 10,0-9,5-9,0-8,0-5,0-0,0 mL de solución de KCl 1 mol/L (3.2) y mezclar,
 - 2 gotas de cloroformo o 2 cristales de timol (3.5)
- 4.6 Tapar los frascos e incubar a 60°C por 24 horas.
- 4.7 Agregar 15 mL de solución de KCl 1 mol/L (3.2).
- 4.8 Tapar los frascos y agitar por 1 hora a 20-25 °C en un agitador recíproco (2.3).
- 4.9 Leer el pH con un medidor de pH calibrado con las soluciones tampones (3.6).

5 Cálculos

- 5.1 Concentración de OH^- en la solución de KOH-KCl (3.4).
 - 5.1.1 Calcular la concentración de OH^- en la solución de KOH-KCl (3.4) según:

$$\text{OH}^- \text{ (mol/L)} = \frac{A \times 0,2}{V}$$

donde:

- A = alícuota en mL de solución estándar de ácido succínico 0,1 mol/L (4.1)
- V = gasto en mL de solución de KOH-KCl en la titulación

- 5.2 Requerimiento de encalado.
 - 5.2.1 Dibujar la curva de titulación con el volumen agregado de la solución de KOH-KCl en el eje de las X y los valores de pH alcanzado en el eje de las Y.

Nota 2

A veces el poder tamponante del suelo es tan fuerte que las cantidades de base dadas en este procedimiento son insuficientes para cambiar sustancialmente el pH. En este caso debe usarse una solución de KOH-KCl de mayor concentración en KOH.

5.2.2 Calcular la ecuación de regresión de mejor ajuste.

Nota 3

La ecuación de mejor ajuste generalmente es cuadrática, del tipo: $y = b_2x^2 + b_1x + b_0$. El coeficiente de regresión cuadrático, R^2 , debe ser $> 0,99$.

5.2.3 Estimar el pH-KCl deseado según:

$$\text{pH-KCl}_f = \text{pH-KCl}_0 + (\text{pH-H}_2\text{O}_f - \text{pH-H}_2\text{O}_i)$$

donde:

$$\begin{aligned} \text{pH-KCl}_f &= \text{pH-KCl deseado} \\ \text{pH-KCl}_0 &= \text{pH del punto 0 de la curva (} b_0 \text{)} \\ \text{pH-H}_2\text{O}_f &= \text{pH-H}_2\text{O que se desea alcanzar} \\ \text{pH-H}_2\text{O}_i &= \text{pH-H}_2\text{O inicial del suelo} \end{aligned}$$

5.2.4 Calcular el volumen de solución KOH-KCl necesario para que los 10 cm³ de suelo alcancen el pH-KCl deseado calculado en 5.2.3, por resolución de la ecuación de regresión cuadrática.

5.2.5 Calcular el requerimiento de encalado como la cantidad de CaCO₃ necesaria para subir a un valor deseado el pH-H₂O de una hectárea de suelo hasta una profundidad de 0,20 m según:

$$\text{Requerimiento de encalado (CaCO}_3 \text{ (ton/(ha.0,2m))} = a \times M \times 10$$

donde:

$$\begin{aligned} a &= \text{mL de solución de KOH-KCl calculados en 5.2.4} \\ M &= \text{concentración promedio en mol/L de OH}^- \text{ de la solución KOH-KCl determinada en 5.1} \end{aligned}$$

5.3 Capacidad tampón de pH.

5.3.1 En la curva de titulación obtenida en 5.2.1, calcular la ecuación de regresión lineal.

Nota 3

La ecuación lineal es del tipo: $y = b_1x + b_0$. Si es necesario, eliminar valores en el extremo derecho de la curva hasta obtener un coeficiente de regresión lineal $R^2 > 0,99$. La capacidad tampón de pH calculada será confiable solamente hasta el valor extremo considerado para la ecuación lineal.

5.3.2 Calcular la capacidad tampón de pH, como la cantidad de CaCO₃ necesaria para subir en 0,1 unidades el pH-H₂O de una hectárea de suelo hasta una profundidad de 0,20 m, según:

$$\text{CTpH (CaCO}_3 \text{ (ton/ha 0,2 m))} = \frac{M}{b_1}$$

donde:

$$\begin{aligned} \text{CTpH} &= \text{capacidad tampón de pH} \\ M &= \text{concentración promedio en mol/L de OH}^- \text{ de la solución KOH-KCl determinada en 5.1} \\ b_1 &= \text{pendiente de la curva de regresión lineal (5.2.1)} \end{aligned}$$

5.3.3 Estimar el valor máximo confiable de pH-H₂O a alcanzar con la capacidad tampón de pH determinada, según:

$$\text{pH-H}_2\text{O}_m = \text{pH-H}_2\text{O}_i + (\text{pH-KCl}_m - b_0)$$

donde:

pH-H₂O_m = pH-H₂O máximo

pH-H₂O_i = pH-H₂O inicial del suelo

pH-KCl_m = pH-KCl del punto máximo considerado en la ecuación de regresión lineal

b₀ = intercepto de la ecuación de regresión lineal (5.3.1)

6 Informes

6.1 Informar el resultado obtenido en 5.2.5, con dos decimales, como:

- Requerimiento de encalado para un pH-H₂O de ... = ... ton/(ha.0,2m)*

* toneladas de CaCO₃ necesarias para subir al valor indicado el pH-H₂O de una hectárea de suelo hasta una profundidad de 0,20 m.

6.2 Opcionalmente, informar los resultados obtenidos en 5.3.2 y 5.3.3, con dos decimales, como:

- Capacidad tampón de pH (CTpH) = ... ton/(ha.0,2m)*

* toneladas de CaCO₃ necesarias para subir en 0,1 unidades el pH-H₂O de una hectárea de suelo hasta una profundidad de 0,20 m

- pH-H₂O máximo a alcanzar confiable = ...

7 Repetibilidad

No se dispone de información.

8 Reproducibilidad

No se dispone de información.

9 Bibliografía

9.1 Barrow, N.J. and R.E. Mendoza. 1990. Equations for describing sigmoid yield responses and their application to some phosphate responses by lupins and by subterranean clover. Fertilizer Res. 22, 181-188.

9.2 Houba, V.J.G., J.J. Van Der Lee, I. Novozamsky and I. Walinga. 1988. Soil and Plant analysis. Part 5. Soil analysis procedures. Department of Soil Science and Plant Nutrition, Wageningen Agricultural University, The Netherlands, 11-3 – 11-5.

- 9.3 Mora, M.L. and N.J. Barrow. 1996. The effects of time of incubation on the relation between charge and pH of soil. *European J. Soil Sci.* 47, 131-136.
- 9.4 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 9.5 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 9.6 Sadzawka R., A., H. Flores P., R. Molina M. y L. Porte O. 2001. Comparación de métodos de titulación para estimar los requerimientos de encalado en suelos volcánicos chilenos. XV Congreso Latinoamericano de la Ciencia del Suelo. 11-16 noviembre 2001, Varadero, Cuba.

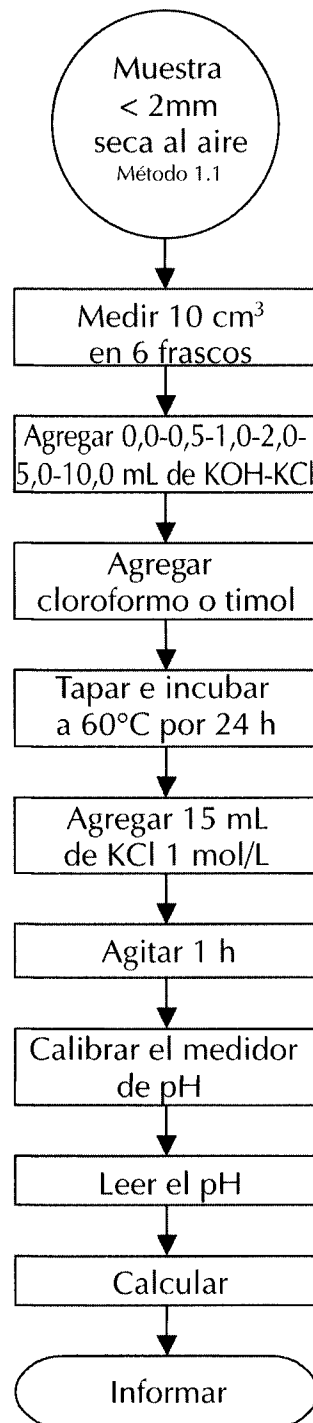


Figura 15.1-1. Diagrama de flujo del Método 15.1.

16 CAPACIDAD DE INTERCAMBIO DE CATIONES

16.1 CAPACIDAD DE INTERCAMBIO DE CATIONES EFECTIVA (CICE)

16.1.1 Suma de cationes

1 Principio y alcance

- 1.1 En este método se calcula la capacidad de intercambio de cationes efectiva (CICE) por suma de los cationes Ca, Mg, K y Na extraíbles con solución de acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0 y Al extraíble con solución de KCl 1 mol/L.
- 1.2 Este método se aplica en suelos ácidos ($\text{pH-H}_2\text{O} < 6,6$) de baja salinidad ($\text{CE} \leq 0,5 \text{ dS/m}$).

2 Procedimiento

- 2.1 Determinar Ca, Mg, K y Na extraíbles con solución de acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0 según el Método 4.1.
- 2.2 Determinar el Al extraíble con solución de KCl 1 mol/L según el Método 5.1.

3 Cálculos

- 3.1 Calcular la capacidad de intercambio de cationes efectiva (CICE), expresada en $\text{cmol+}/\text{kg}$, según:

$$\text{CICE} = \text{Ca} + \text{Mg} + \text{K} + \text{Na} + \text{Al}$$

donde:

Ca, Mg, K, Na = Ca, Mg, K, Na, en $\text{cmol+}/\text{kg}$, extraíbles con solución de acetato de amonio 1 mol/L a pH 7,0 (Método 4.1)
Al = Al, en $\text{cmol+}/\text{kg}$, extraíble con solución de KCl 1 mol/L (Método 5.1)

4 Informes

- 4.1 Informar el resultado obtenido en 3.1, con tres cifras significativas, como:
- Capacidad de intercambio de cationes efectiva (CICE) = ... $\text{cmol+}/\text{kg}$

5 Repetibilidad

- 5.1 La repetibilidad de los análisis de CICE, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 16.1.1-1.

Cuadro 16.1.1-1. Repetibilidad* de la determinación de CICE

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8
N° de laboratorios participantes	20	17	16	19	18	18	21	18
N° de resultados aceptados	40	34	34	36	36	36	42	34
Media (%)	3,33	3,48	4,77	5,87	5,88	6,66	8,09	8,66
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,09	0,05	0,14	0,17	0,11	0,09	0,26	0,10
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	2,72	1,33	2,99	2,93	1,89	1,29	3,20	1,17
Límite de repetibilidad = r $r = (2,8 \times s_r)$	0,25	0,13	0,40	0,48	0,31	0,24	0,73	0,28

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

6 Reproducibilidad

6.1 La reproducibilidad de los análisis de CICE, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 16.1.1-2.

Cuadro 16.1.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de CICE

Muestra N°	N° de resultados aceptados	N° de resultados no aceptados	Media (cmol+/kg)	Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad ($R = 2,8 \times s_R$)
1	72	3	0,81	0,11	13,6	0,31
2	47	2	1,48	0,31	21,0	0,87
3	22	1	1,80	0,25	14,0	0,70
4	39	2	2,98	0,28	9,3	0,78
5	41	3	3,38	0,22	6,4	0,61
6	34	0	3,48	0,22	6,2	0,60
7	36	2	3,62	0,38	10,6	1,07
8	58	1	4,73	0,48	10,1	1,33
9	56	1	5,86	0,38	6,5	1,06
10	53	3	5,91	0,32	5,4	0,90
11	43	2	5,98	0,32	5,4	0,90
12	56	8	6,76	0,33	4,9	0,92
13	17	0	7,16	0,41	5,7	1,14
14	47	0	8,19	0,71	8,7	1,99
15	37	2	8,66	0,63	7,3	1,77
16	24	0	11,31	2,09	18,4	5,84

* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

7 Bibliografía

- 7.1 Bertsch, P.M. and P.R. Bloom. 1996. Aluminium. p.517-550. *In*: Sparks, D.L. (Ed.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical Methods. Number 5 in the Soil Science Society of America Book Series. Soil Science Society of America, Inc., American Society of Agronomy, Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1390p.
- 7.2 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 7.3 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 7.4 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 7.5 USDA (United States Department of Agriculture). 1996. Soil survey laboratory methods manual. Soil Survey Investigations Report N° 42. Version 3.0. U.S. Department of Agriculture, Washington DC, USA, 693p.
- 7.6 Van Reeuwijk, L.P (Ed.). 1986. Procedures for soil analysis. Technical Paper 9. International Soil Reference and Information Centre, Wageningen, The Netherlands. 106 p.

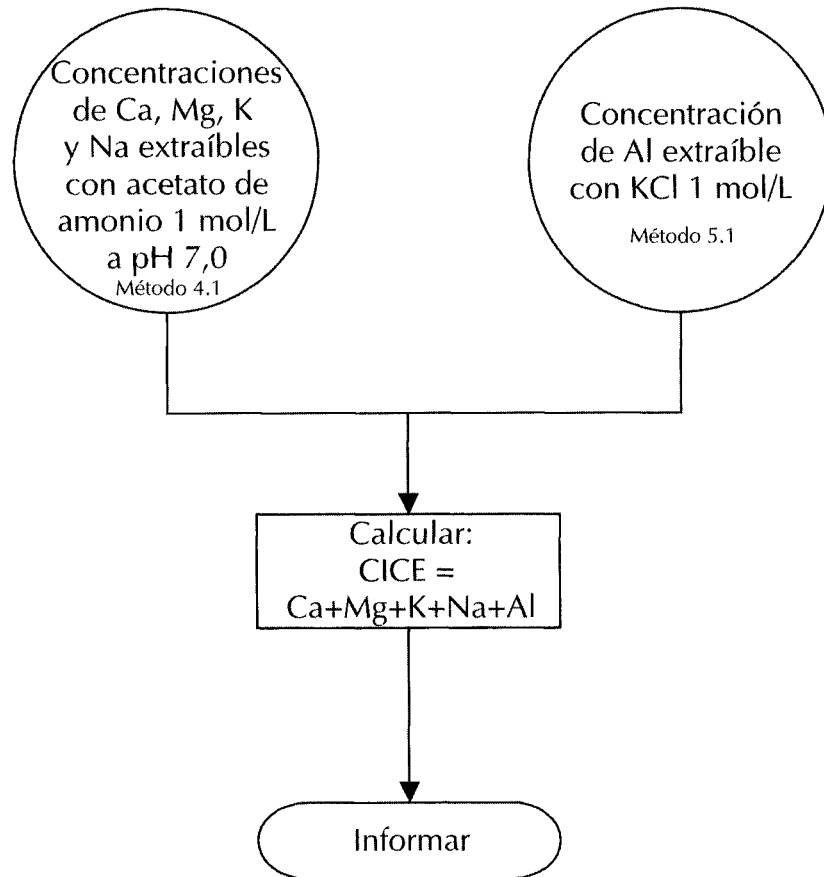


Figura 16.1.1-1. Diagrama de flujo del Método 16.1.1.