



GOBIERNO DE CHILE
MINISTERIO DE AGRICULTURA
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
AGROPECUARIAS
INIA

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES AGROPECUARIAS

MÉTODOS DE ANÁLISIS DE TEJIDOS VEGETALES

Segunda Edición

Septiembre de 2007

Centro Regional de Investigación La Platina

Santiago de Chile

Autores:

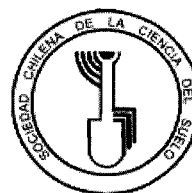
Angélica Sadzawka R.
María Adriana Carrasco R.
Rolando Demanet F.
Hugo Flores P.
Renato Grez Z.
María De La Luz Mora G.
Alexander Neaman

ISSN 0717-4810

SERIE ACTAS INIA - N° 40



GOBIERNO DE CHILE
MINISTERIO DE AGRICULTURA
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES AGROPECUARIAS
INIA



SOCIEDAD CHILENA
DE LA CIENCIA DEL SUELO

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES AGROPECUARIAS

MÉTODOS DE ANÁLISIS DE TEJIDOS VEGETALES

SEGUNDA EDICIÓN

Septiembre de 2007
Centro Regional de Investigación La Platina
Santiago de Chile

Autores:

ANGÉLICA SADZAWKA R.

INIA, Centro Regional de Investigación La Platina

MARÍA ADRIANA CARRASCO R.

Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Agronómicas

ROLANDO DEMANET F.

Universidad de La Frontera, Facultad de Ciencias Agropecuarias y Forestales

HUGO FLORES P.

INIA, Centro Regional de Investigación La Platina

RENATO GREZ Z.

Universidad Austral de Chile, Facultad de Ciencias Forestales

MARÍA DE LA LUZ MORA G.

Universidad de La Frontera, Instituto de Agroindustria

ALEXANDER NEAMAN

Universidad Católica de Valparaíso, Facultad de Agronomía

Región Metropolitana de Santiago
CHILE, 2007

ISSN 0717-4810

SERIE ACTAS INIA - Nº 40

Autores:

Angélica Sadzawka R.

Químico Farmacéutico
INIA, Centro Regional de Investigación La Platina

María Adriana Carrasco R.

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

Rolando Demanet F.

Ingeniero Agrónomo
Facultad de Ciencias Agropecuarias y Forestales
Universidad de La Frontera

Hugo Flores P.

Estadístico
INIA, Centro Regional de Investigación La Platina

Renato Grez Z.

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

María de la Luz Mora G.

Químico, Dra.
Instituto de Agroindustria
Universidad de La Frontera

Alexander Neaman

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

Cita bibliográfica correcta:

Sadzawka R., A., M.A. Carrasco R., R. Demanet F., H. Flores P., R. Grez Z., M.L. Mora G.,
y A. Neaman. 2007. Métodos de análisis de tejidos vegetales. Segunda Edición. Instituto de
Investigaciones Agropecuarias, Serie Actas INIA N° 40, Santiago, Chile, 140 p.

© 2007, 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 7575104.

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: Salesianos Impresores S. A.

Cantidad de ejemplares: 500

Santiago, Chile, 2007.

PREFACIO

Esta publicación es una edición revisada y ampliada de “Métodos de análisis de tejidos vegetales. Revisión 2004. Sadzawka R., A., R. Grez Z., M.A. Carrasco R. y M.L. Mora G.”, y ha sido preparada por los integrantes de la Comisión de Normalización y Acreditación (CNA) de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo:

Angélica Sadzawka R.

Químico Farmacéutico
Instituto de Investigaciones Agropecuarias
Centro Regional de Investigación La Platina

María Adriana Carrasco R.

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

Rolando Demanet F.

Ingeniero Agrónomo
Facultad de Ciencias Agropecuarias y Forestales
Universidad de La Frontera

Hugo Flores P.

Estadístico
Instituto de Investigaciones Agropecuarias
Centro Regional de Investigación La Platina

Renato Grez Z.

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

María de la Luz Mora G.

Químico, Dra.
Universidad de la Frontera
Instituto de Agroindustria

Alexander Neaman

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

En esta edición se han incluido nuevas técnicas de digestión e incorporado métodos de determinación de otros elementos.

INTRODUCCIÓN

El objetivo de esta publicación es servir como una guía práctica para los analistas de material vegetal. Por lo tanto, detalla los procedimientos sin comentarios. Solamente se describen los procedimientos para los componentes inorgánicos que se encuentran frecuentemente en las plantas y la mayoría de ellos están diseñados para indicar el valor total del elemento bajo consideración, independiente de la estructura química en que se encuentra en la planta.

Los procedimientos del muestreo y la conservación del material vegetal no son considerados en esta publicación, por lo que se asume que la muestra que se recibe es representativa para los propósitos del análisis. En el análisis de material vegetal hay una variedad de métodos y procedimientos, tanto para la mineralización del tejido vegetal como para las determinaciones en el mineralizado, y, en muchos casos, éstas están interrelacionadas. Por ejemplo, puede ser necesario realizar una digestión usando mayores cantidades de material vegetal para elementos trazas con el objeto de obtener concentraciones medibles. Para facilitar el uso de este libro, se describen en capítulos separados los procedimientos de mineralización, de extracción y de determinación. Como consecuencia, el analista debe escoger la combinación adecuada del método de mineralización o extracción con la técnica de determinación.

Para la determinación de los elementos existen a su vez varias técnicas instrumentales, sin embargo, en esta publicación se han seleccionado aquellas que utilizan instrumentos que normalmente se encuentran en la mayoría de los laboratorios. Así, para la determinación de metales se describen solamente los métodos por espectrofotometría de absorción atómica (EAA) con técnica de llama. Para la determinación de constituyentes no metálicos inorgánicos se seleccionaron los métodos basados en las técnicas químicas clásicas.

En general, no se incluyen advertencias con respecto a la seguridad, porque se asume que los analistas están debidamente capacitados para manejar reactivos peligrosos. Tampoco se incluyen referencias con respecto al impacto que los procedimientos descritos puedan tener en el ambiente, aunque se sabe que los desechos de un laboratorio puede ser muy dañinos para el medio ambiente. Por lo tanto, se recomienda a los usuarios a tomar las medidas necesarias con el fin de minimizar tales efectos.

TABLA DE CONTENIDO

1	PREPARACIÓN DE LA MUESTRA _____	9
	1.1 Descontaminación, secado, molienda y almacenaje _____	9
2	CALCINACIONES _____	13
	2.1 A 500°C y disolución con HCl _____	13
	Para la determinación de las concentraciones totales de Al, B, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P y Zn	
	2.2 A 550°C y tratamiento con HF _____	17
	Para la determinación de las concentraciones totales de Al, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, S, V y Zn	
	2.3 A 500°C en presencia de óxido de calcio _____	21
	Para la determinación de la concentración total de B	
	2.4 A 500°C en presencia de nitrato de magnesio _____	25
	Para la determinación de la concentración total de S	
3	DIGESTIONES _____	29
	3.1 En tubo con ácido sulfúrico, ácido salicílico, agua oxigenada y selenio. _____	29
	Para la determinación de las concentraciones totales de Ca, K, Mg, Mn, N, Na, P y Zn	
	3.2 En matraz con ácido sulfúrico, ácido salicílico y agua oxigenada _____	33
	Para la determinación de las concentraciones totales de: Ca, K, Mg, Mn, N, Na, P y Zn	
	3.3 Con ácido nítrico, agua oxigenada y ácido fluorhídrico _____	37
	Para la determinación de las concentraciones totales de: Al, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, V y Zn	
4	EXTRACCIONES _____	41
	4.1 Con agua _____	41
	Para la determinación de las concentraciones de Cl ⁻ , N-NO ₃ , N-NO ₂ y S-SO ₄	
	4.2 Con 1,10-fenantrolina _____	45
	Para la determinación de "hierro activo"	
5	DETERMINACIONES _____	49
	5.1 Aluminio _____	49
	5.1.1 EAA con llama de óxido nitroso – acetileno por aspiración directa _____	49
	5.2 Azufre _____	55
	5.2.1 Turbidimetría del sulfato de bario _____	55
	5.3 Boro _____	61

5.3.1	Colorimetría con azometina-H _____	61
5.4	Calcio _____	67
5.4.1	EAA con llama aire – acetileno por aspiración directa _____	67
5.5	Cinc _____	73
5.5.1	EAA con llama de aire – acetileno por aspiración directa _____	73
5.6	Cloruro _____	77
5.6.1	Titulación potenciométrica _____	77
5.7	Cobre _____	85
5.7.1	EAA con llama de aire – acetileno por aspiración directa _____	85
5.8	Fósforo _____	91
5.8.1	Colorimetría con nitro-vanado-molibdato _____	91
5.9	Hierro _____	97
5.9.1	EAA con llama de aire – acetileno por aspiración directa _____	97
5.10	Magnesio _____	103
5.10.1	EAA con llama de aire – acetileno por aspiración directa _____	103
5.11	Manganeso _____	109
5.11.1	EAA con llama de aire – acetileno por aspiración directa _____	109
5.12	Nitrógeno _____	115
5.12.1	Nitrógeno total _____	115
5.12.1.1	Destilación y titulación manual _____	115
5.12.1.2	Colorimetría _____	121
5.12.2	Nitrógeno-nitrato _____	125
5.12.2.1	Electrodo selectivo de ión nitrato _____	125
5.13	Potasio _____	129
5.13.1	EAA con llama de aire – acetileno por aspiración directa _____	129
5.14	Sodio _____	135
5.14.1	EAA con llama de aire – acetileno por aspiración directa _____	135

1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

1.1 DESCONTAMINACIÓN, SECADO, MOLIENDA Y ALMACENAJE

1 Principio

- 1.1 La preparación de la muestra de tejidos vegetales es crítica para obtener resultados analíticos confiables, por lo tanto, deben seguirse procedimientos adecuados para su descontaminación, secado, molienda y almacenaje.
- 1.2 Los tejidos vegetales a analizar deben estar limpios y libres de sustancias extrañas como partículas de polvo y residuos de aplicaciones foliares que puedan influir en los resultados analíticos. Generalmente, los elementos más afectados por las partículas de polvo son Al, Fe, Mn y Si. Los residuos de aplicaciones foliares de nutrientes y fungicidas pueden afectar varios elementos y deben considerarse en la evaluación de los resultados analíticos. La descontaminación debe realizarse mientras se preserva la integridad de la muestra. Por lo tanto, el lavado debe realizarse **solamente** en muestras frescas y turgentes.
- 1.3 El secado de la muestra detiene los procesos enzimáticos y estabiliza la muestra.
- 1.4 La molienda asegura la homogenización de la muestra y facilita la destrucción de la materia orgánica.
- 1.5 Una vez molida y homogenizada la muestra, debe almacenarse en condiciones que minimicen su deterioro.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Bolsas de papel
- 2.2 Estufa con aire forzado capaz de mantener una temperatura de $70^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$.
- 2.3 Molino equipado con tamices de tamaño de poro de 1,0 mm y 0,5 mm.
- 2.4 Refrigerador (no indispensable).

3 Reactivos

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

- 3.1 Ácido clorhídrico aproximadamente 0,1 mol/L.
Diluir 10 mL de ácido clorhídrico, HCl, 37% a 1 L con agua.
- 3.2 Solución de detergente.
Preparar una solución 0,1% a 0,3% a partir de un detergente no iónico (sin fosfato).

4 Procedimiento

Descontaminación

- 4.1 Las muestras frescas se lavan con agua potable, luego con ácido clorhídrico 0,1 mol/L (3.1) o con solución de detergente (3.2) y se enjuagan con agua destilada o desionizada.

Nota 1

La concentración interna de la mayoría de los nutrientes no se afecta significativamente si este proceso no toma más de 30 segundos.

- 4.2 Después de la descontaminación, las muestras deben secarse inmediatamente para estabilizar el tejido y detener las reacciones enzimáticas.

Secado

- 4.3 Introducir las muestras en bolsas de papel.
- 4.4 Colocar las bolsas en una estufa con aire forzado (2.2) y secar a $70^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ por 12 a 24 horas.

Nota 2

Los tejidos con altos contenidos de carbohidratos pueden requerir otro tipo de procedimiento de secado, como liofilización.

Molienda

- 4.5 Una vez seca la muestra, molerla en un molino (2.3) hasta que pase toda a través de un tamiz de 1,0 mm si para el análisis se requiere una alícuota $\geq 0,5$ g, o de un tamiz de 0,5 mm si se requiere una alícuota $< 0,5$ g.

Nota 3

Usar un cepillo para limpiar el molino después de moler cada muestra.

- 4.6 Después de la molienda, homogenizar la muestra y separar una porción de 5 g a 10 g para los análisis y almacenaje.

Almacenaje

- 4.7 Colocar la porción de muestra representativa, seca, molida y homogénea, en un recipiente hermético de plástico.
- 4.8 Almacenar en un lugar oscuro, frío y seco.

Nota 4

Si los análisis no se realizan inmediatamente, almacenar en refrigerador (4°C).

Las muestras molidas pueden almacenarse a temperatura ambiente, pero deben secarse a $70^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ por 2 horas y luego enfriarse en desecador, antes de pesar para los análisis.

Las muestras secas pueden almacenarse, en las condiciones del laboratorio, por al menos 10 años, para los siguientes elementos: Al, B, Ca, Cl, Cu, Fe, K, Mg, Mn, N, Na, NO_3^- , P, S y Zn.

5 Bibliografía

- 5.1 Jones, J.B. Jr. and V.W. Case. 1990. Sampling, handling, and analyzing tissue samples. *In: Westerman, R.L. (Ed.). Soil testing and plant analysis. Third edition. Number 3 in the Soil Science Society of America Book Series. Soil Science Society of America, Inc., Madison, Wisconsin, USA, 389-427.*
- 5.2 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA: 300 p.
- 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 Plank, C.O. 1992. Plant analysis reference procedures for the Southern Region of the United States. Southern Cooperative Series Bulletin N° 368, Athens, Georgia, USA, 68 p.
- 5.5 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.

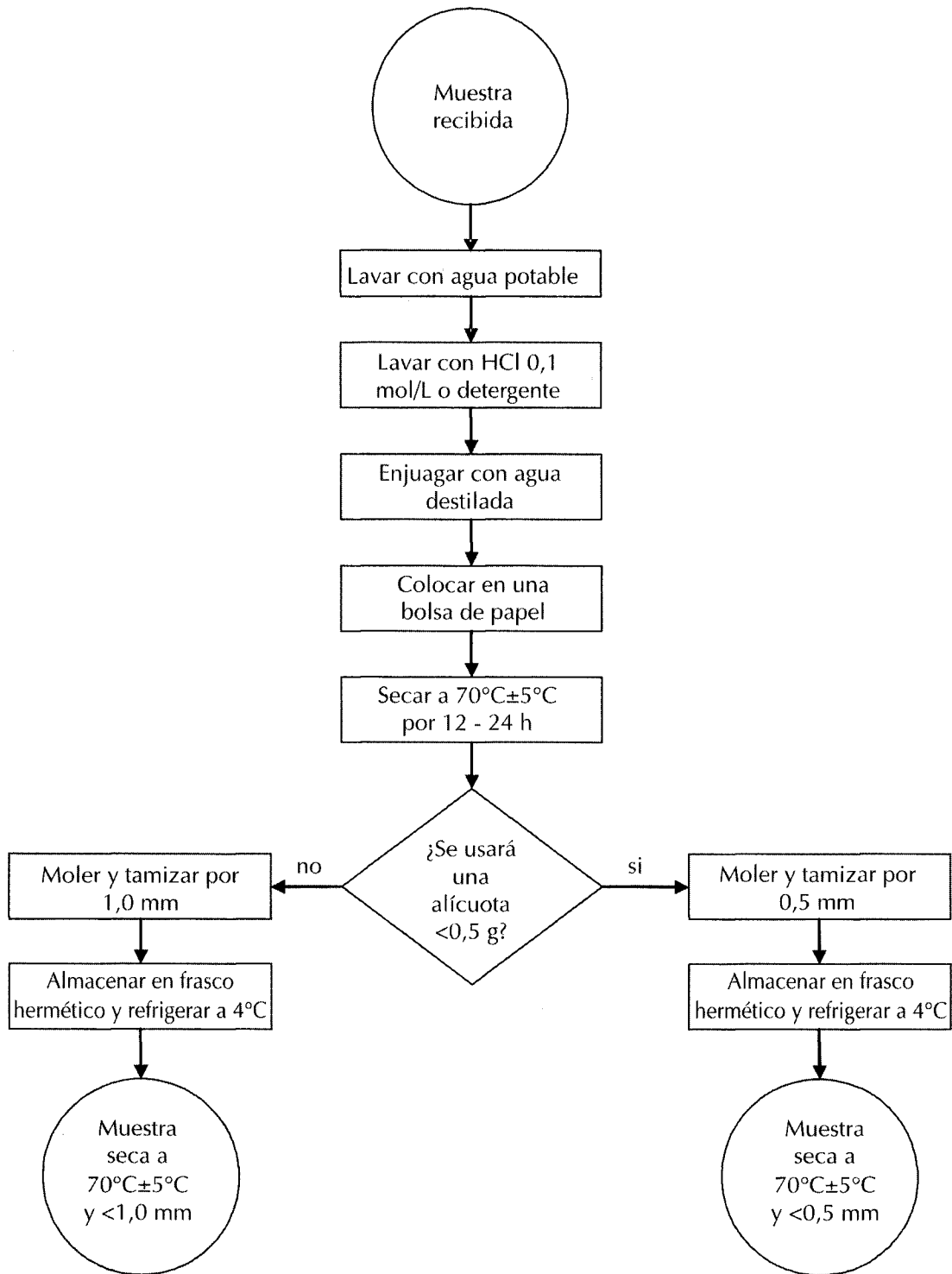


Figura 1.1-1. Diagrama de flujo del Método 1.1.

2 CALCINACIONES

2.1 A 500°C Y DISOLUCIÓN CON HCL

1 Principio

- 1.1 La muestra de tejido vegetal seca y molida se calcina a 500°C y las cenizas se disuelven en ácido clorhídrico diluido.
- 1.2 Este método es aplicable a la determinación de las concentraciones totales de Al, B, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P y Zn.

Nota 1

Los tejidos vegetales con altos contenidos de azúcares o aceites pueden requerir la adición de soluciones para facilitar la calcinación (H_2SO_4 10%, HNO_3 69% o $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 7%).

Este método no es recomendado para tejidos vegetales altos en Si debido a la pobre recuperación de los micronutrientes, especialmente Zn y Fe.

Los resultados de Al y Fe son menores por este método que por digestión.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Crisoles o cápsulas de porcelana o sílice de 30 mL de capacidad con tapa o vidrio de reloj.

Nota 2

Si se tiene que determinar Na, evitar el uso de material de porcelana.

- 2.2 Mufla.
- 2.3 Plato calefactor.
- 2.4 Papel filtro de tamaño de poro $\leq 3 \mu m$.

3 Reactivos

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

- 3.1 Ácido clorhídrico, HCl, 2 mol/L.
Diluir 167 mL de ácido clorhídrico (HCl 37%, 12 mol/L, $d=1,19 \text{ kg/L}$) a 1 L con agua.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar 1 g a 3 g (exactitud 0,01g) de muestra seca a $70^\circ C \pm 5^\circ C$ y molida $< 1 \text{ mm}$ (Método 1.1), en un crisol (2.1). Incluir dos blancos y una muestra de referencia.
- 4.2 Colocar los crisoles en una mufla y lentamente subir la temperatura de manera de alcanzar los 500°C en dos horas. Calcinar por 4-8 horas a 500°C.

- 4.3 Dejar enfriar la mufla a temperatura ambiente, lentamente abrir la puerta, sacar los crisoles evitando disturbar las cenizas y taparlos.
- 4.4 Entrearbrir la tapa y agregar cuidadosamente 1-2 mL de agua para humedecer las cenizas.
- 4.5 Agregar 10 mL de ácido clorhídrico 2 mol/L (3.1) y calentar en un plato calefactor hasta ebullición. Enfriar.
- 4.6 Filtrar el contenido del crisol a través de papel filtro (2.4), recibiendo el filtrado en un matraz aforado de 50 mL o 100 mL. Lavar y enrasar con agua.
- 4.7 En el filtrado se pueden determinar las concentraciones de Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P y Zn.

5 Bibliografía

- 5.1 Cottenie, A. 1984. Los análisis de suelos y de plantas como base para formular recomendaciones sobre fertilizantes. Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación, Boletín de Suelos de la FAO 38/2, Roma, Italia, 116p.
- 5.2 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA: 300p.
- 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, 6p.

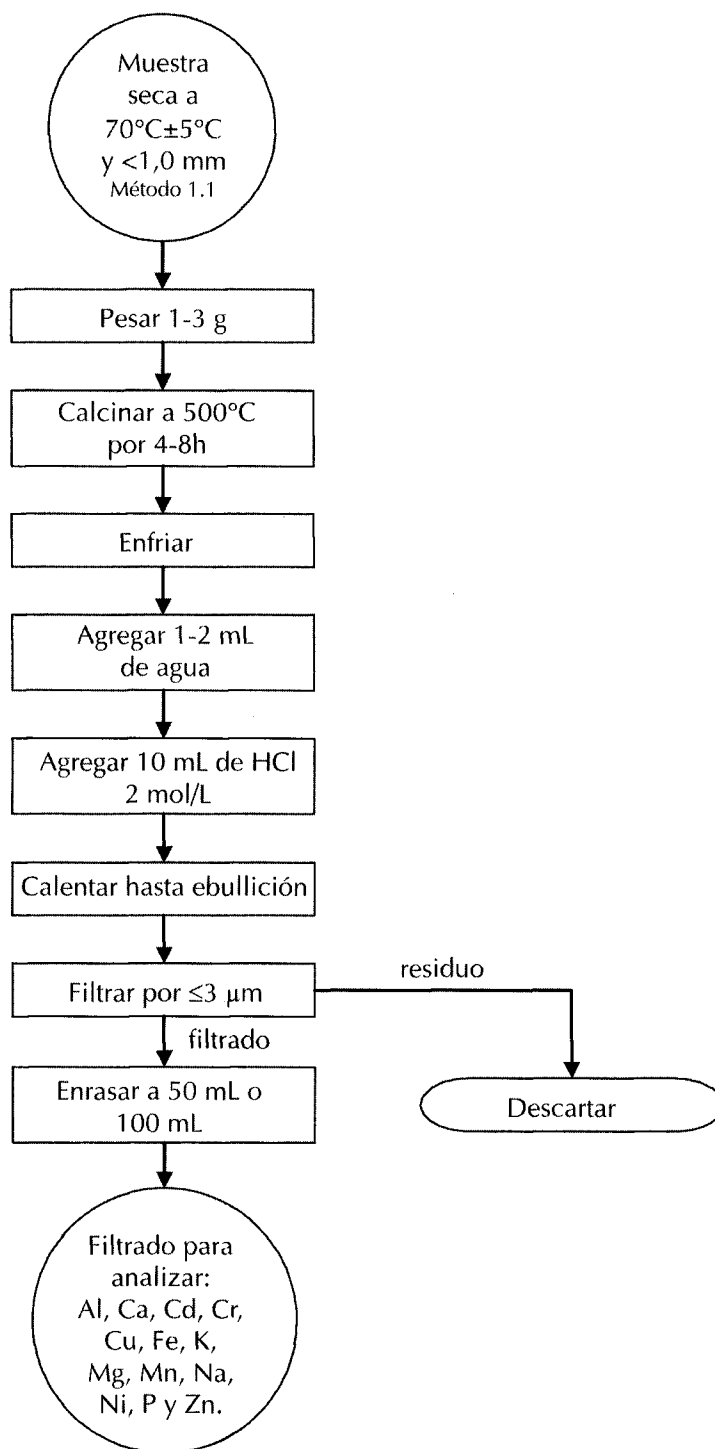


Figura 2.1-1. Diagrama de flujo del Método 2.1.

2 CALCINACIONES

2.2 A 550°C Y TRATAMIENTO CON HF

1 Principio

- 1.1 La muestra de tejido vegetal seca y molida se calcina a 550°C y las cenizas se tratan con HF.
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de las concentraciones totales de: Al, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, S, V y Zn.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Crisoles de platino.
- 2.2 Mufla.
- 2.3 Plato calefactor.
- 2.4 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, 37%, 12 mol/L, $d=1,19 \text{ kg/L}$.
- 3.2 Ácido fluorhídrico, HF, 40%, 23 mol/L, $d=1,13 \text{ kg/L}$.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar alrededor de 2 g (exactitud 0,001g) de muestra seca a $70^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ y molida $< 1 \text{ mm}$ (Método 1.1), en un crisol (2.1). Incluir dos blancos y una muestra de referencia.
- 4.2 Colocar los crisoles en una mufla y lentamente subir la temperatura de manera de alcanzar los 450°C en dos horas. Calcinar por 2 horas a 450°C.
- 4.3 Sacar los crisoles evitando disturbar las cenizas y dejar enfriar.
- 4.4 Agregar cuidadosamente 2-3 mL de agua para humedecer las cenizas.
- 4.5 Agregar cuidadosamente y gota a gota 1 mL de ácido clorhídrico (3.1) y esperar hasta que cese el burbujeo.
- 4.6 Calentar suavemente en un plato calefactor a una temperatura máxima de 80°C hasta la aparición de humos. Enfriar.
- 4.7 Agregar 2-3 mL de agua.

- 4.8 Filtrar a través de papel filtro (2.4), recibiendo el filtrado en un matraz aforado de 100 mL. Lavar con agua tibia hasta un volumen cercano a 50 mL.
- 4.9 Colocar el papel filtro con su contenido en el mismo crisol y calentarlo suavemente en una estufa hasta sequedad.
- 4.10 Colocar el crisol en la mufla fría y aumentar la temperatura a 550°C. Mantener la temperatura por 0,5 h. Enfriar.
- 4.11 Agregar 5 mL de ácido fluorhídrico (3.2).
- 4.12 Calentar en un plato calefactor, evitando la ebullición, hasta sequedad. Enfriar.
- 4.13 Agregar 1 mL de ácido clorhídrico (3.1) y calentar hasta la aparición de humos. Enfriar.
- 4.14 Agregar 2-3 mL de agua y filtrar en el mismo matraz aforado. Lavar con agua hasta enrasar.
- 4.15 En el filtrado se pueden determinar las concentraciones de Al, As, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Sb, Sn, V y Zn.

5 Bibliografía

- 5.1 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, 6p.
- 5.2 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.

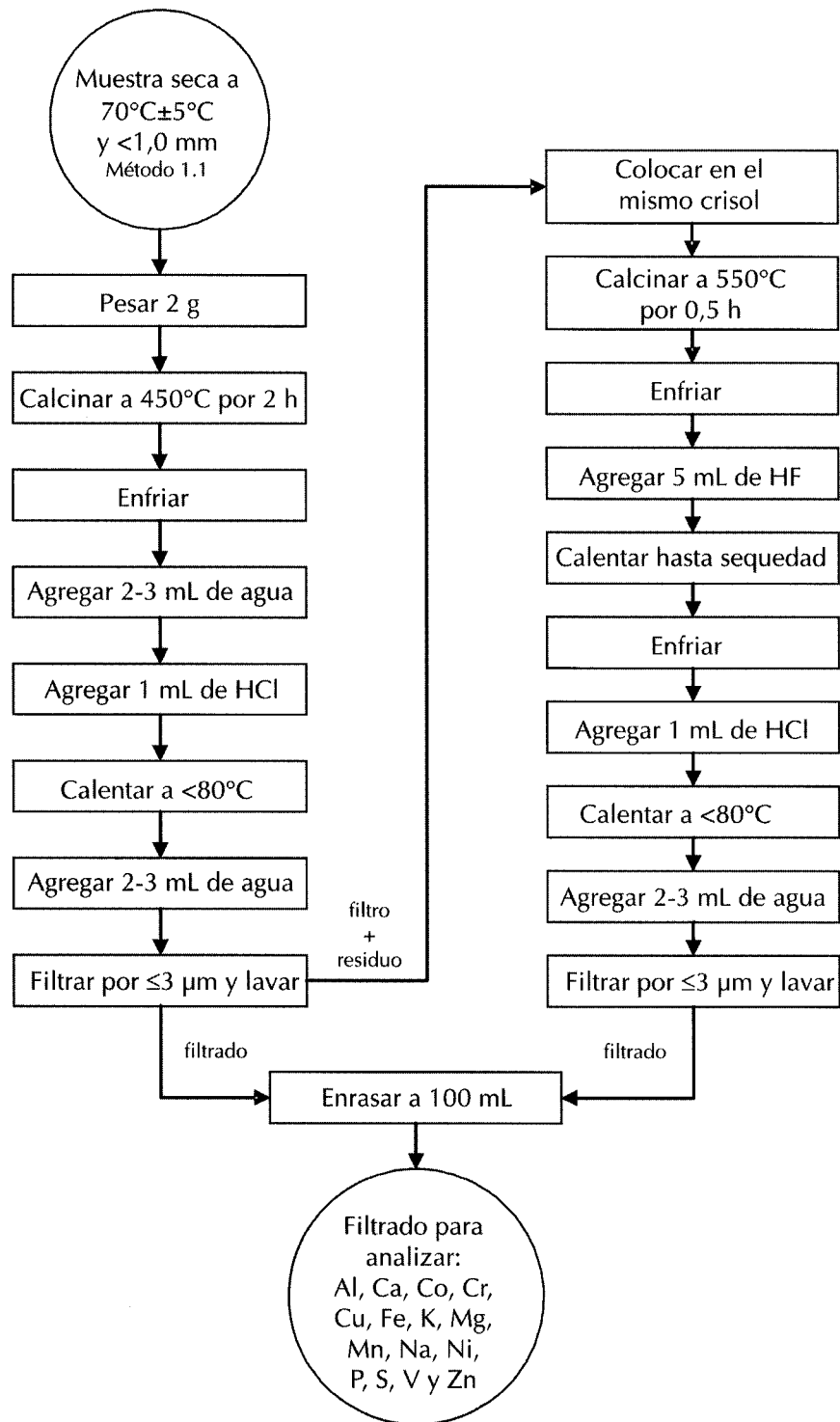


Figura 2.2-1. Diagrama de flujo del Método 2.2.

2 CALCINACIONES

2.3 A 500°C EN PRESENCIA DE ÓXIDO DE CALCIO

1 Principio

- 1.1 La muestra de tejido vegetal seca y molida se mezcla con óxido de calcio y se calcina a 500°C. Las cenizas se disuelven en ácido sulfúrico diluido.
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de la concentración total de B.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Crisoles o cápsulas de porcelana o sílice de 30 mL de capacidad.
- 2.2 Mufla.
- 2.3 Plato calefactor.
- 2.4 Papel filtro de tamaño de poro $\leq 8 \mu\text{m}$.

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 Óxido de calcio, CaO , en polvo fino.
- 3.2 Ácido sulfúrico, H_2SO_4 , 0,5 mol/L.
Agregar cuidadosamente y con agitación 28 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4 , 96%, 18 mol/L, $d=1,84 \text{ kg/L}$) a alrededor de 400 mL de agua en un matraz aforado de 1000 mL. Enfriar y enrasar con agua.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar 1 g (exactitud 0,001 g) de muestra seca a $70^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ y molida $< 1 \text{ mm}$ (Método 1.1), en un crisol (2.1). Incluir dos blancos y una muestra de referencia.
- 4.2 Agregar 100 mg de óxido de calcio (3.1) y mezclar hasta que no sea posible diferenciar las partículas de óxido de calcio de las del material vegetal.
- 4.3 Calentar en un plato calefactor precalentado a 200°C hasta que la muestra esté totalmente carbonizada. Enfriar.

Nota 1

Cuidar que la muestra no se encienda.

- 4.4 Colocar los crisoles en una mufla y subir la temperatura a 500°C. Mantener la temperatura por 1,5 h.
- 4.5 Sacar los crisoles y dejarlos enfriar.
- 4.6 Agregar cuidadosamente 10 mL de ácido sulfúrico 0,5 mol/L (3.2) y dejar reposar por 30 min agitando varias veces con una bagueta de plástico.
- 4.7 Filtrar a través de papel filtro (2.4), recibiendo el filtrado en un tubo de polietileno.
- 4.8 En el filtrado se puede determinar la concentración de B.

5 Bibliografía

- 5.1 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, 6p.
- 5.2 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.

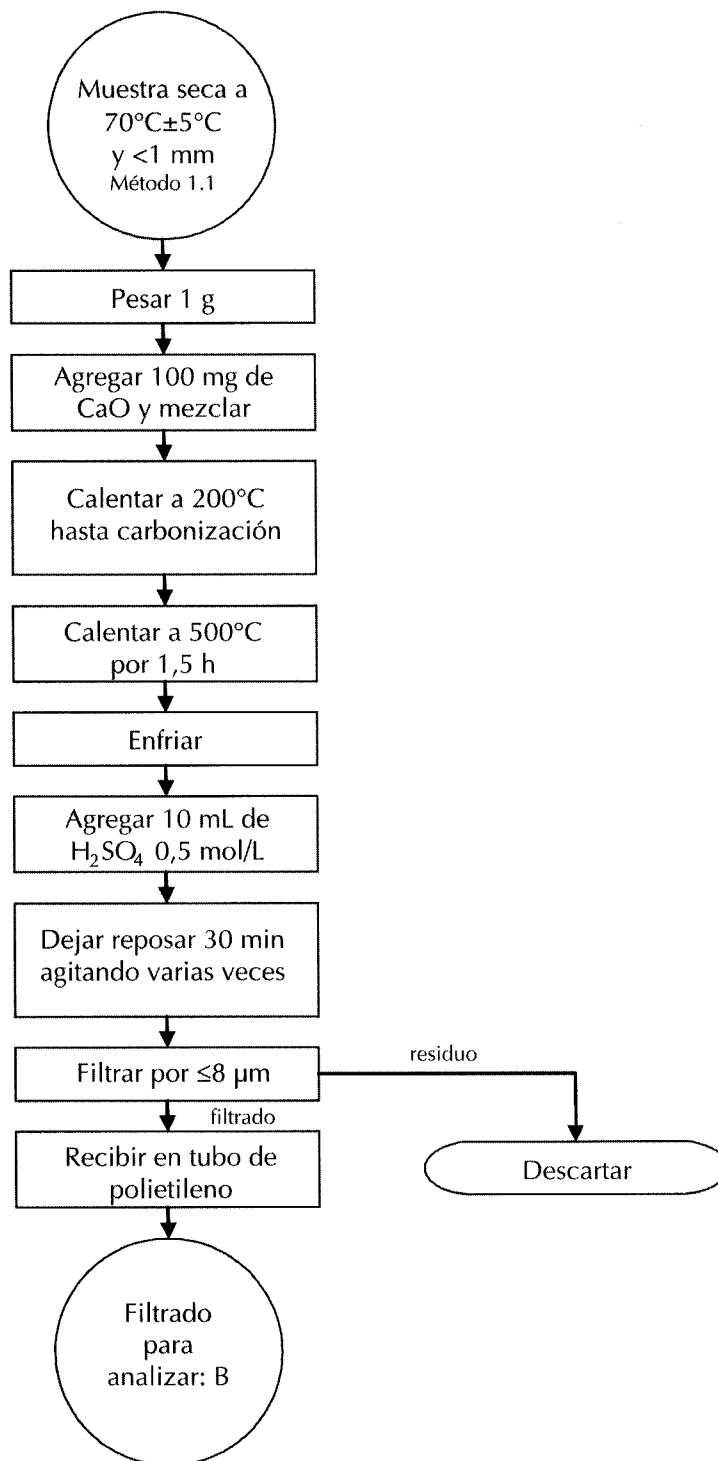


Figura 2.3-1. Diagrama de flujo del Método 2.3.

2 CALCINACIONES

2.4 A 500°C EN PRESENCIA DE NITRATO DE MAGNESIO

1 Principio

- 1.1 La muestra de tejido vegetal seca y molida se mezcla con nitrato de magnesio y se calcina a 500°C. Las cenizas se disuelven en ácido clorhídrico diluido.
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de la concentración total de S.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Crisoles o cápsulas de porcelana o sílice de 30 mL de capacidad con tapa o vidrio de reloj.
- 2.2 Mufla.
- 2.3 Plato calefactor.
- 2.4 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 Solución de nitrato de magnesio, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, 95%.
Disolver 950 g de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua y diluir a 1 L.
- 3.2 Ácido clorhídrico, HCl, 2 mol/L.
Diluir 167 mL de ácido clorhídrico (HCl 37% , 12 mol/L, $d=1,19 \text{ kg/L}$) a 1 L con agua.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar 0,25 g (exactitud 0,001 g) de muestra seca a $70^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ y molida $< 0,5 \text{ mm}$ (Método 1.1), en un crisol (2.1). Incluir dos blancos y una muestra de referencia.
- 4.2 Agregar 2 mL de la solución de nitrato de magnesio (3.1).
- 4.3 Calentar en un plato calefactor a 180°C durante 2 horas.
- 4.4 Colocar los crisoles aún calientes en la mufla y calcinar a 500°C durante 4 horas.

Nota 1

Si permanecen partículas negras, disgregar la muestra y volver a calcinar.

- 4.5 Dejar enfriar la mufla a temperatura ambiente, lentamente abrir la puerta, sacar los crisoles evitando disturbar las cenizas y taparlos.

- 4.6 Entreabriendo la tapa, agregar cuidadosamente 1-2 mL de agua para humedecer las cenizas.
- 4.7 Agregar cuidadosamente 10 mL de ácido clorhídrico 2 mol/L (3.2) y esperar hasta que cese el burbujeo.
- 4.8 Calentar hasta ebullición en un plinto calefactor. Enfriar.
- 4.9 Filtrar a través de papel filtro (2.4), recibiendo el filtrado en un matraz aforado de 50 mL. Lavar y enrasar con agua.
- 4.10 En el filtrado se puede determinar la concentración de S.

5 Bibliografía

- 5.1 AOAC. 1995. Official methods of analysis of AOAC international. 16^a Ed. Volume I. Official method 923.01. AOAC International, Virginia, USA, Chapter 3, p 22.
- 5.2 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, 6p.

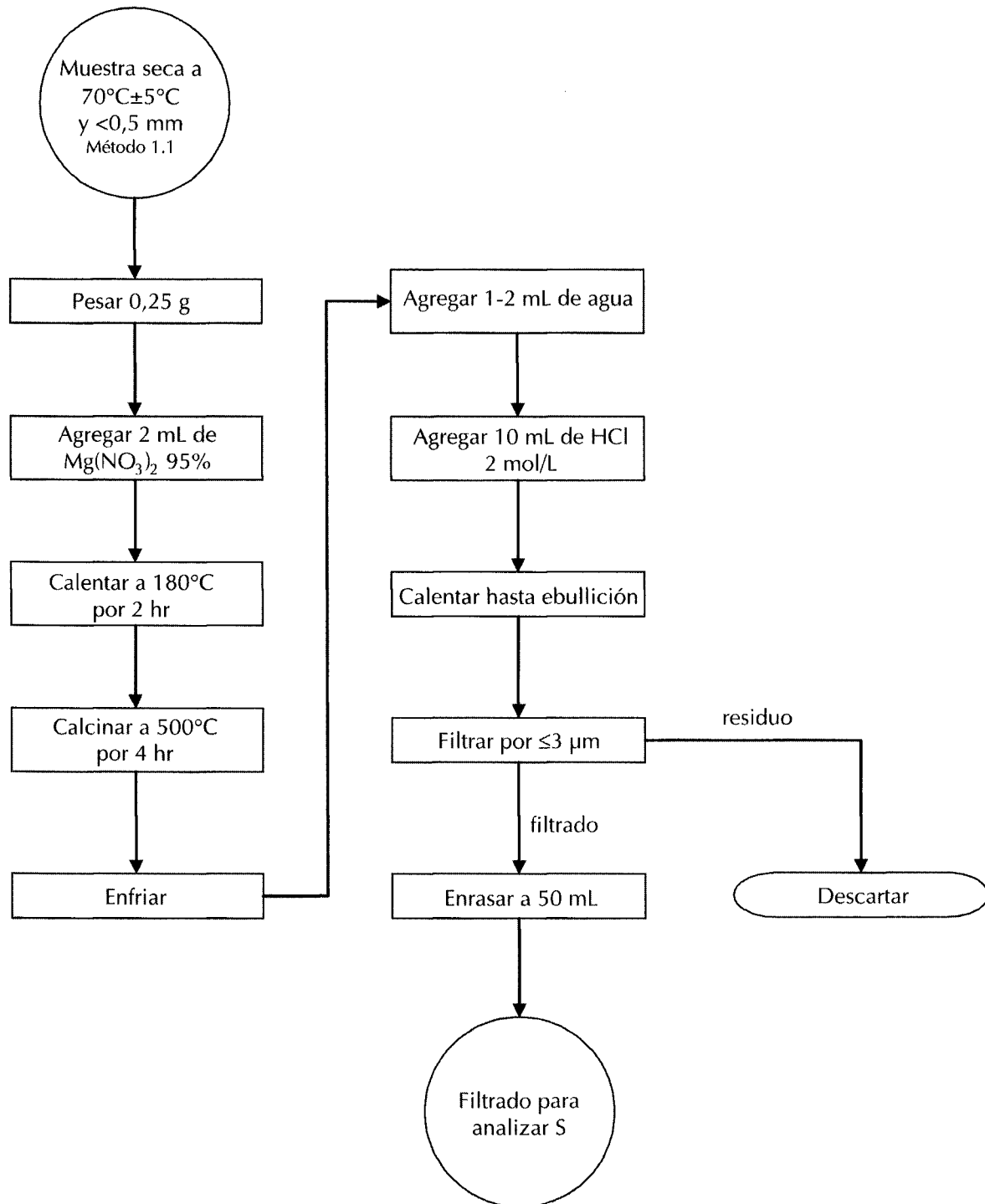


Figura 2.4-1. Diagrama de flujo del Método 2.4.

3 DIGESTIONES

3.1 EN TUBO CON ÁCIDO SULFÚRICO, ÁCIDO SALICÍLICO, AGUA OXIGENADA Y SELENIO

1 Principio

- 1.1 La muestra seca y molida de tejido vegetal se trata, en un tubo de digestión, con ácido sulfúrico en presencia de ácido salicílico, para evitar la pérdida de nitrato, y de selenio, como catalizador de la reacción. Luego se digiere con agua oxigenada a baja temperatura, con lo cual se oxida la mayor parte de la materia orgánica. Posteriormente, se elimina el exceso de agua oxigenada y se continúa la digestión con ácido sulfúrico a alta temperatura.

Nota 1

Este método es especialmente adecuado para un número grande de muestras.

- 1.2 Este método es adecuado para la determinación de las concentraciones totales de Ca, K, Mg, Mn, N, Na, P y Zn.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Embudo para pesar, de metal y vástago largo.
2.2 Digestor de tubos capaz de alcanzar una temperatura de 330°C.
2.3 Tubos de digestión de 100 mL de capacidad.
2.4 Papel filtro de tamaño de poro $\leq 11 \mu\text{m}$

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 Mezcla de ácido sulfúrico y selenio.

Disolver 3,5 g de selenio, Se, en polvo en 1 L de ácido sulfúrico (H_2SO_4 , 96 % $d=1,84 \text{ kg/L}$), calentando a alrededor de 300°C, en un vaso tapado con un vidrio de reloj. El color de la mezcla varía de negro a verde azulado y finalmente a amarillo claro. El proceso completo dura alrededor de 3-4 h.

- 3.2 Mezcla para digerir.

Disolver 7,2 g de ácido salicílico, $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$, en 100 mL de la mezcla ácido sulfúrico y selenio (3.1).

Nota 2

Esta mezcla no debe almacenarse por más de 48 h.

- 3.3 Agua oxigenada, H_2O_2 , 25-30%.

4 Procedimiento

- 4.1 Usando el embudo (4.1), agregar a un tubo de digestión (2.2) alrededor de 0,3 g (exactitud 0,001g) de muestra seca a $70^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ y molida $<0,5$ mm (Método 1.1). Incluir dos blancos y una muestra de referencia.

Nota 3

Es conveniente secar nuevamente la muestra a $70^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ antes de pesar porque, si contiene más de un 5% de agua, puede perderse nitrato debido al calentamiento que se produce con la adición posterior de ácido sulfúrico.

- 4.2 Agregar 2,5 mL de mezcla para digerir (3.2) y agitar cuidadosamente hasta humedecer toda la muestra.

Nota 4

Puede usarse un agitador Vortex para facilitar la humectación.

- 4.3 Dejar reposar por al menos 2 h.
4.6 Colocar los tubos en el digestor y calentar a 100°C por al menos 2 h.
4.7 Sacar los tubos del digestor y dejar enfriar.
4.8 Agregar cuidadosa y sucesivamente tres alícuotas de 1 mL de agua oxigenada (3.3), mezclando muy bien después de cada adición y esperando que haya cesado la reacción (aprox. 10 s) antes de agregar la siguiente alícuota.
4.9 Precalear el digestor a 330°C y colocar los tubos. Digerir por 1 h.

- 4.10 Observar el color del digerido:

4.10.1 Si el color es amarillo oscuro, continuar con el punto 4.11.

4.10.2 Si el color es amarillo pálido, continuar con el punto 4.14.

- 4.11 Sacar el tubo y dejarlo enfriar
4.12 Agregar 1 mL de agua oxigenada (3.3) y volver a colocar el tubo en el digestor calentado a 330°C .
4.13 Digerir a 330°C por 1 h.

Nota 5

Después de esta etapa, el digerido debe ser incoloro o amarillo pálido. Sin embargo, si persiste un color amarillo fuerte puede asumirse la presencia de Fe.

- 4.14 Sacar los tubos del digestor y dejar enfriar.
4.15 Agregar 10-20 mL de agua, mezclar y dejar reposar durante la noche.

Nota 6

Cuando se enfría el digerido puede precipitar CaSO_4 que se disuelve lentamente en agua. Por lo tanto, si se tiene que determinar Ca, no debe filtrarse inmediatamente después de agregar el agua.

- 4.16 Filtrar a través de un papel filtro (2.4) y recibir en un matraz aforado de 50 mL, lavar y enrasar con agua.

Nota 7

Si el análisis comprende sólo la determinación de N por destilación (Método 5.12.1.1), se puede omitir el punto 4.16.

- 4.17 En el filtrado se pueden determinar las concentraciones de Ca, K, Mg, Mn, N, Na, P y Zn.

Nota 8

El filtrado puede almacenarse por un máximo de dos semanas antes del análisis.

5 Bibliografía

- 5.1 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA: 300p.
- 5.2 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, 6p.
- 5.3 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.
- 5.4 Walinga, I., Van Der Lee, J.J., Houba, V.J.G., Van Vark, W. and Novozamsky, I. 1995. Plant analysis manual. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 253p.

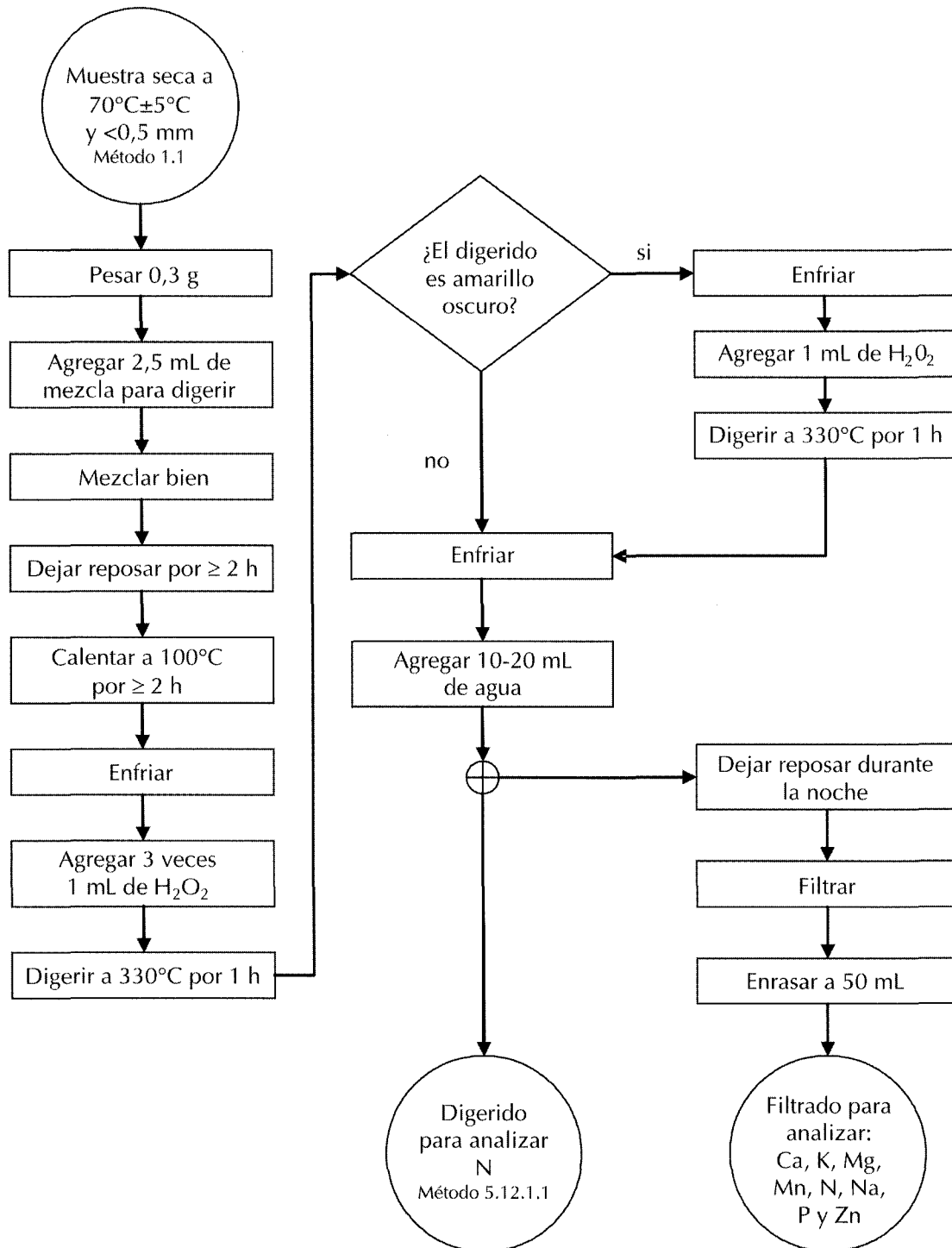


Figura 3.1-1. Diagrama de flujo del Método 3.1.

3 DIGESTIONES

3.2 EN MATRAZ CON ÁCIDO SULFÚRICO, ÁCIDO SALICÍLICO Y AGUA OXIGENADA

1 Principio

- 1.1 La muestra de tejido vegetal seca y molida se digiere en un matraz con ácido sulfúrico, ácido salicílico y agua oxigenada.

Nota 1

Este método es especialmente adecuado para un número pequeño de muestras.

- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de las concentraciones totales de: Ca, K, Mg, Mn, N, Na, P y Zn.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Embudo para pesar de metal.
2.2 Perlas de carborundum.
2.3 Plato calefactor capaz de alcanzar una temperatura de 300°C.
2.4 Papel filtro de tamaño de poro $\leq 11 \mu\text{m}$.

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 Mezcla para digerir.

A un matraz erlenmeyer de 250 mL, colocado en un baño de agua fría, agregar:

- 18 mL de agua,
- 100 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4 , 96%, $d=1,84 \text{ kg/L}$), en pequeñas porciones y agitando,
- 6 g de ácido salicílico, $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$. Disolver con la ayuda de un agitador magnético.

- 3.2 Agua oxigenada, H_2O_2 , 25%-30%.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar alrededor de 0,3 g (exactitud 0,001g) de muestra seca a $70^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ y molida $\leq 0,5 \text{ mm}$ (Método 1.1) usando el embudo (2.1) y transferir a un matraz erlenmeyer de 100 mL. Incluir dos blancos y una muestra de referencia.

- 4.2 Agregar 3,3 mL de la mezcla para digerir (3.1) y 4 perlas (2.2).
- 4.3 Agitar cuidadosamente hasta que toda la muestra se humedezca.
- 4.4 Dejar reposar durante la noche.
- 4.5 Calentar en el plato calefactor (2.3) a 180°C durante 1 h.
- 4.6 Sacar los matraces del plato y dejarlos enfriar.
- 4.7 Agregar 5 gotas de agua oxigenada (3.2).
- 4.8 Colocar en el plato y subir la temperatura hasta alrededor de 280°C y calentar por 5-10 min hasta la aparición de humos blancos.
- 4.9 Repetir los puntos 4.6 a 4.8 hasta que el digerido se torne incoloro.
- 4.10 Sacar los matraces del plato y dejarlos enfriar.
- 4.11 Agregar alrededor de 10 mL de agua y agitar hasta disolución de la mayor parte del precipitado.

Nota 2

Si se determinará Ca, dejar reposar durante la noche para permitir la disolución de CaSO_4 que pudiese haber precipitado.

- 4.12 Filtrar a través de un papel filtro (2.4) y recibir en un matraz aforado de 50 mL. Lavar y enrasar con agua.

Nota 3

Si el análisis comprende sólo la determinación de N por destilación (Método 5.12.1.1), se puede omitir el punto 4.12.

- 4.13 En el filtrado se pueden determinar las concentraciones de Ca, K, Mg, Mn, N, Na, P y Zn.

5 Bibliografía

- 5.1 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, 6p.
- 5.2 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.

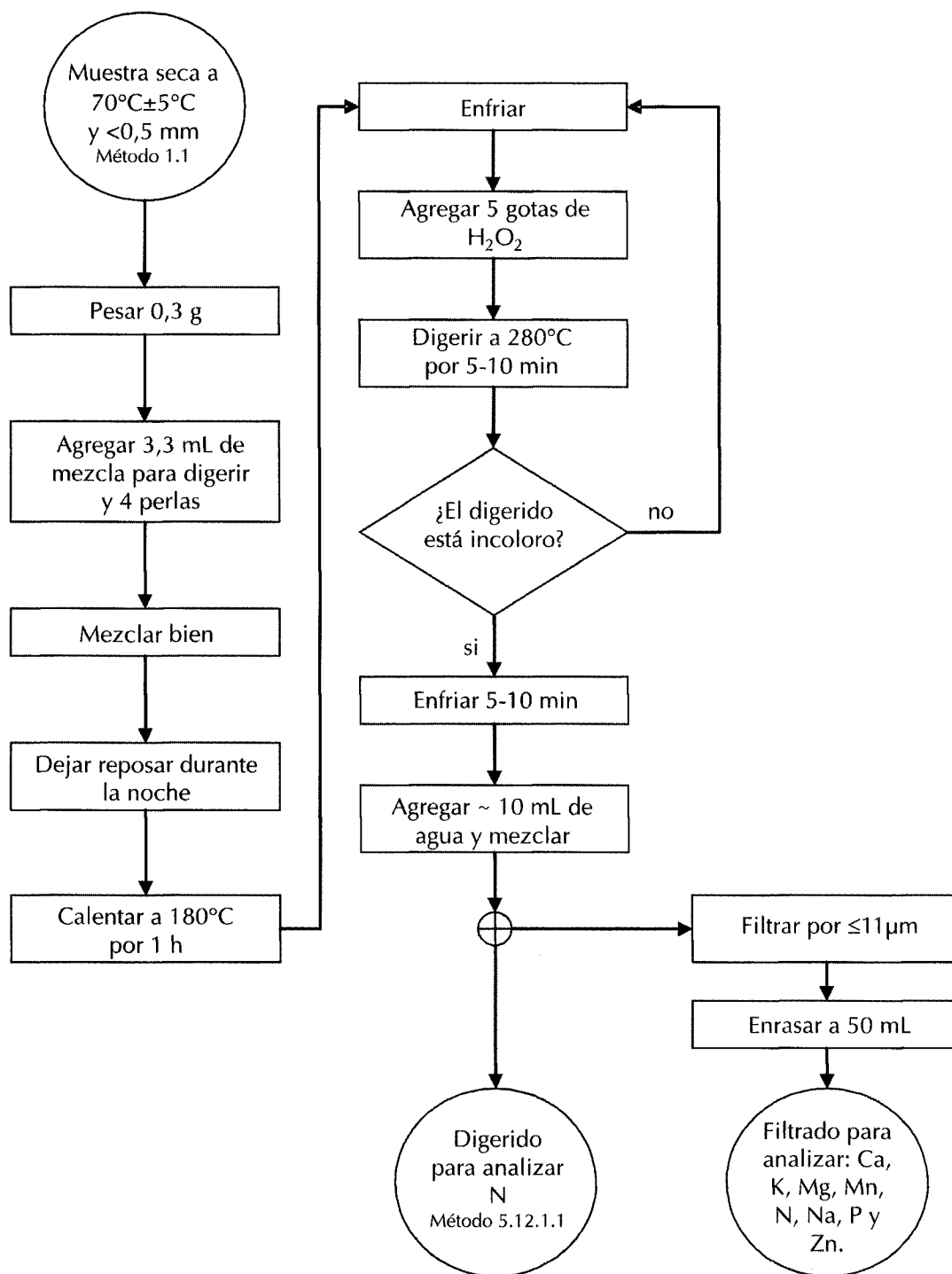


Figura 3.2-1. Diagrama de flujo del Método 3.2.

3 DIGESTIONES

3.3 CON ÁCIDO NÍTRICO, AGUA OXIGENADA Y ÁCIDO FLUORHÍDRICO

1 Principio

- 1.1 La muestra de tejido vegetal seca y molida se digiere en un vaso para digestión con ácido nítrico, agua oxigenada y ácido fluorhídrico.
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de las concentraciones totales de: Al, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, V y Zn.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Embudo para pesar de metal.
- 2.2 Digestor de aluminio o baño de arena.
- 2.3 Vasos de teflón, con tapa.

Nota 1

Los vasos de teflón no deben calentarse a temperaturas superiores a 180°C.

- 2.4 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 nítrico, HNO_3 , 65%, 14 mol/L, $d=1,39 \text{ kg/L}$.
- 3.2 Agua oxigenada, H_2O_2 , 30%.
- 3.3 Ácido fluorhídrico, HF, 40%, 23 mol/L, $d=1,13 \text{ kg/L}$.
- 3.4 Ácido nítrico, HNO_3 , 2,0 mol/L.
Agregar 140 mL de ácido nítrico (3.1) a alrededor de 400 mL de agua y diluir a 1 L.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar alrededor de 2 g (exactitud 0,001g) de muestra seca a $70^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ y molida $\leq 1 \text{ mm}$ (Método 1.1) usando el embudo (2.1) y transferir a un vaso (2.3). Incluir dos blancos y una muestra de referencia.

- 4.2 Agregar:
 - 15 mL de ácido nítrico (3.1) y
 - 5,0 mL de ácido fluorhídrico (3.3).
- 4.3 Agitar cuidadosamente hasta que toda la muestra se humedezca.
- 4.4 Tapar el vaso, colocarlo en el digestor (2.3) y dejar reposar durante la noche.
- 4.5 Hervir a 120°C por 4 h.
- 4.6 Sacar la tapa y agregar 1 mL de agua oxigenada (3.2) a la solución caliente.
- 4.7 Esperar hasta el cese de la reacción (alrededor de 10 s) manteniendo el calentamiento. Repetir los puntos 4.6 y 4.7. Agitar.
- 4.8 Agregar 10 mL de ácido nítrico (3.1).
- 4.9 Tapar y continuar calentando por otras 4 h.
- 4.10 Sacar la tapa, calentar a 140°C y dejar evaporar hasta sequedad.
- 4.11 Disminuir la temperatura del digestor y agregar al vaso 20 mL de ácido nítrico 2,0 mol/L (3.4).
- 4.12 Calentar 5-10 min, cuidando que la solución no hierva. Enfriar.
- 4.13 Filtrar por papel filtro (2.4) usando un embudo de polietileno y recibir el filtrado en un matraz aforado de polietileno de 100 mL. Lavar con agua y enrasar.
- 4.13 En el filtrado se pueden determinar las concentraciones de: Al, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, V y Zn.

5 Bibliografía

- 5.1 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, 6p.
- 5.2 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.

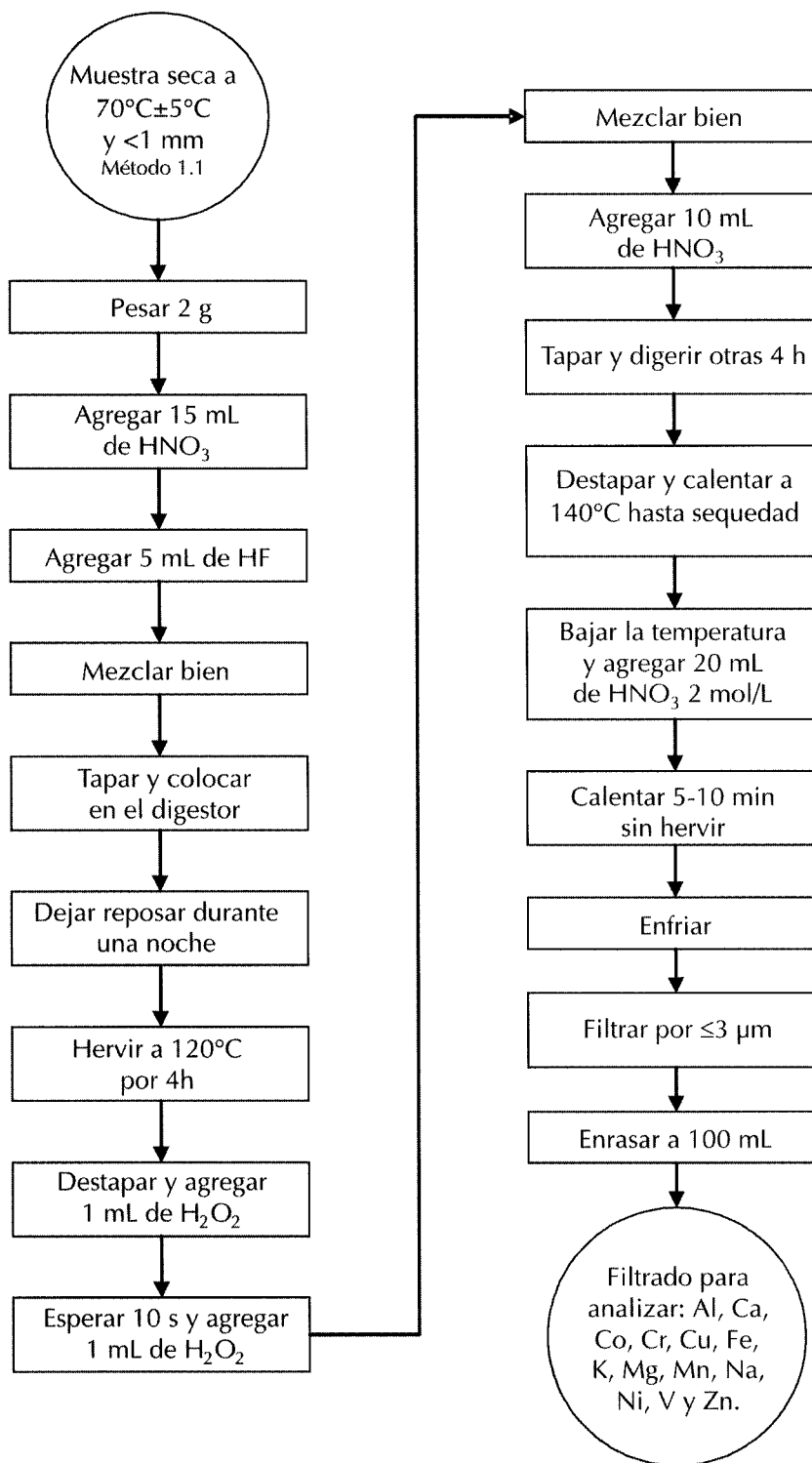


Figura 3.3-1. Diagrama de flujo del Método 3.3.

4 EXTRACCIONES

4.1 CON AGUA

1 Principio

- 1.1 La muestra de tejido vegetal seca y molida se extrae con agua
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de las concentraciones de Cl^- , N-NO_3 , N-NO_2 y S-SO_4 .

Nota 1

Este es un método de extracción semicuantitativo porque extrae solamente los aniones que están "libres" en el tejido vegetal.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Embudo de metal para pesar.
- 2.2 Agitador recíproco.
- 2.3 Papel filtro de tamaño de poro $\leq 3 \mu\text{m}$.

3 Reactivos

- 3.1 Agua de clase 1 según la NCh426/2 ($\text{CE} \leq 0,2 \text{ mS/m}$ a 25°C).

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar alrededor de 0,5 g (exactitud 0,001g) de muestra seca a $70^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ y molida $\leq 0,5 \text{ mm}$ (Método 1.1) usando el embudo (2.1) y transferir a un matraz erlenmeyer de 50 mL. Incluir dos blancos y una muestra de referencia.
- 4.2 Agregar 25 mL de agua (3.1).
- 4.3 Agitar durante 30 minutos a temperatura ambiente.
- 4.4 Filtrar por papel filtro plegado (2.3).
- 4.5 Si el filtrado sale turbio, volver a pasarlo por el mismo papel filtro.
- 4.6 En el filtrado se pueden determinar las concentraciones de Cl^- , N-NO_3 , N-NO_2 y S-SO_4 .

5 Bibliografía

- 5.1 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.
- 5.2 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.
- 5.3 Walinga, I., Van Der Lee, J.J., Houba, V.J.G., Van Vark, W. and Novozamsky, I. 1995. Plant analysis manual. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 253 p.

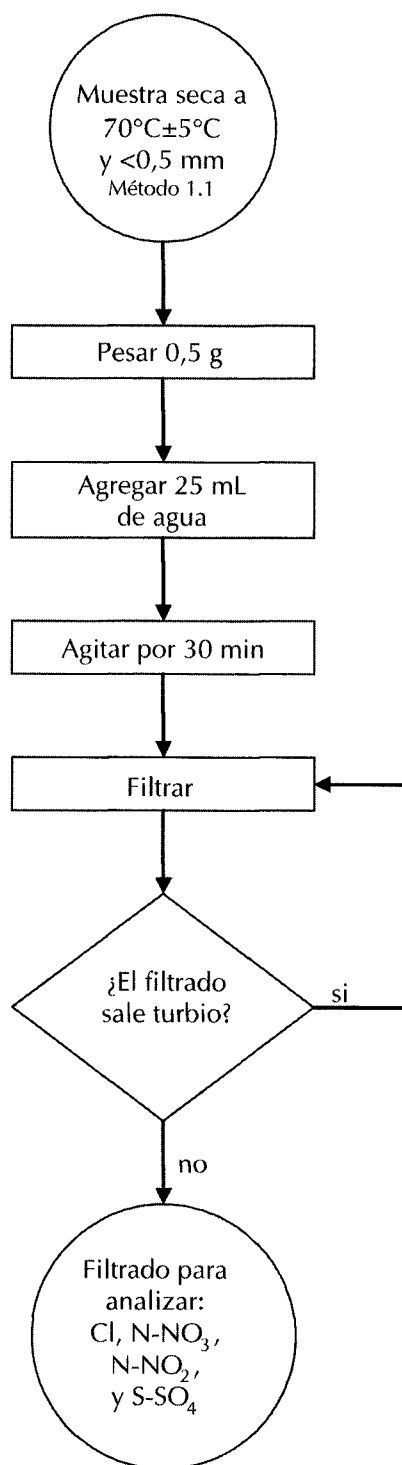


Figura 4.1-1. Diagrama de flujo del Método 4.1.

4 EXTRACCIONES

4.2 CON 1,10-FENANTROLINA

1 Principio

- 1.1 La muestra fresca de tejido vegetal se extrae con una solución de 1,10-fenantrolina ácida.
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de "hierro activo" que corresponde mayoritariamente a formas de hierro ferroso (Fe^{+2}).

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Tijera de acero inoxidable o preferiblemente un picador eléctrico de verduras.
- 2.2 Discos de papel filtro de tamaño de poro $\leq 11 \mu\text{m}$.

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, 37%, 12 mol/L, $d=1,19 \text{ kg/L}$.
- 3.2 Ácido clorhídrico, HCl, 1 mol/L.
Diluir 83 mL de ácido clorhídrico (3.1) con agua a 1 L.
- 3.3 Solución de 1,10-fenantrolina 1,5% a pH 3,0.
 - 3.3.1 Disolver 15 g de 1,10-fenantrolina ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$) en alrededor de 850 mL de agua. Agregar ácido clorhídrico 1 mol/L (3.2) con agitación continua hasta ajustar a pH 3,0. Diluir a 1 L.
 - 3.3.2 Disolver 16,5 g de 1,10-fenantrolina monohidrato ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en alrededor de 850 mL de agua. Agregar ácido clorhídrico 1 mol/L (3.2) con agitación continua hasta ajustar a pH 3,0. Diluir a 1 L.
 - 3.3.3 Disolver 19,5 g de 1-10-fenantrolina clorhidrato ($\text{C}_{12}\text{H}_9\text{N}_2\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}$) en agua y diluir 1 L.

4 Procedimiento

- 4.1 Cortar con una tijera (2.1) en trozos de 1 a 2 mm la muestra de material vegetal fresco y lavado.

- 4.2 Pesar 2 g (exactitud 0,01 g) de muestra fresca (masa: mf) y secar en estufa a 70°C±5°C hasta peso constante (masa: ms).
- 4.3 Pesar otra porción de 2 g (exactitud 0,01 g) de muestra fresca (masa: m) en un recipiente de vidrio de 100 mL. Incluir dos blancos.
- 4.4 Agregar, a esta última muestra, 20 mL de la solución de 1,10-fenantrolina (3.3.1 o 3.3.2 o 3.3.3) y agitar suavemente hasta mezclar bien.
- 4.5 Dejar reposar por 16 h a temperatura ambiente.
- 4.6 Filtrar a través de un disco de papel filtro (2.2).
- 4.7 En el filtrado determinar la concentración de Fe (Método 5.9.1).

5 Cálculos

- 5.1 Calcular el contenido de agua de la muestra de tejido vegetal fresco, según:

$$\text{agua (\%)} = \frac{\text{mf} - \text{ms}}{\text{mf}} \times 100$$

donde:

- mf = masa en g de la muestra fresca
ms = masa en g de la muestra seca

- 5.2 Calcular la concentración de Fe en mg/kg en base a muestra seca a 70°C±5°C, según:

$$\text{Fe (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times V \times 100}{m \times (100 - \text{agua})}$$

donde:

- a = mg/L de Fe en el filtrado de la muestra
b = mg/L promedio de Fe en los filtrados de los blancos
V = volumen en mL de solución de 1,10-fenantrolina agregada (4.4)
m = masa en g de tejido vegetal fresco (4.3)
agua = contenido de agua en % (5.1)

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.2, en mg/kg sin decimales, como:
"Hierro activo" = ... mg/kg de Fe

7 Bibliografía

- 7.1 Köseoglu, A.T. and V. Açıkgöz. 1995. Determination of iron chlorosis with extractable iron analysis in peach leaves. *J. Plant Nutr.*, 18(1), 153-161.
- 7.2 Mohammad, M.J., H. Najim and S. Khresat. 1998. Nitric acid and o-phenantroline extractable iron for diagnosis of iron chlorosis in citrus lemon trees. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.*, 29(7&8), 1035-1043.
- 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, 6p.
- 7.4 Neaman, A. and L. Aguirre, 2007. Comparison of different methods for diagnosis of iron deficiency in avocado. *Journal of Plant Nutrition*, 30: 1-13.
- 7.5 Rashid, A., E. Rafique, J. Din, S.N. Malik and M.Y. Arain. 1997. Micronutrient deficiencies in rainfed calcareous soils of Pakistan. I. Iron chlorosis in the peanut plant. *Commun. Soil. Sci. Plant Anal.*, 28(1&2), 135-148.
- 7.6 Sadzawka R., A. R. Ruiz S. y J. Villanueva A. 2000. Estimación del Fe(II) foliar para el diagnóstico de la clorosis férrica en plantas. 51 Congreso Agronómico de Chile. Universidad de Talca, Talca (Chile). 7-10 noviembre 2000, p.55
- 7.7 Villanueva A., J. 1992. Desarrollo de nuevas técnicas para el diagnóstico de la clorosis férrica en plantas. Tesis Químico Laboratorista, Instituto Profesional de Santiago, Escuela de Tecnología, Santiago, Chile, 74p.

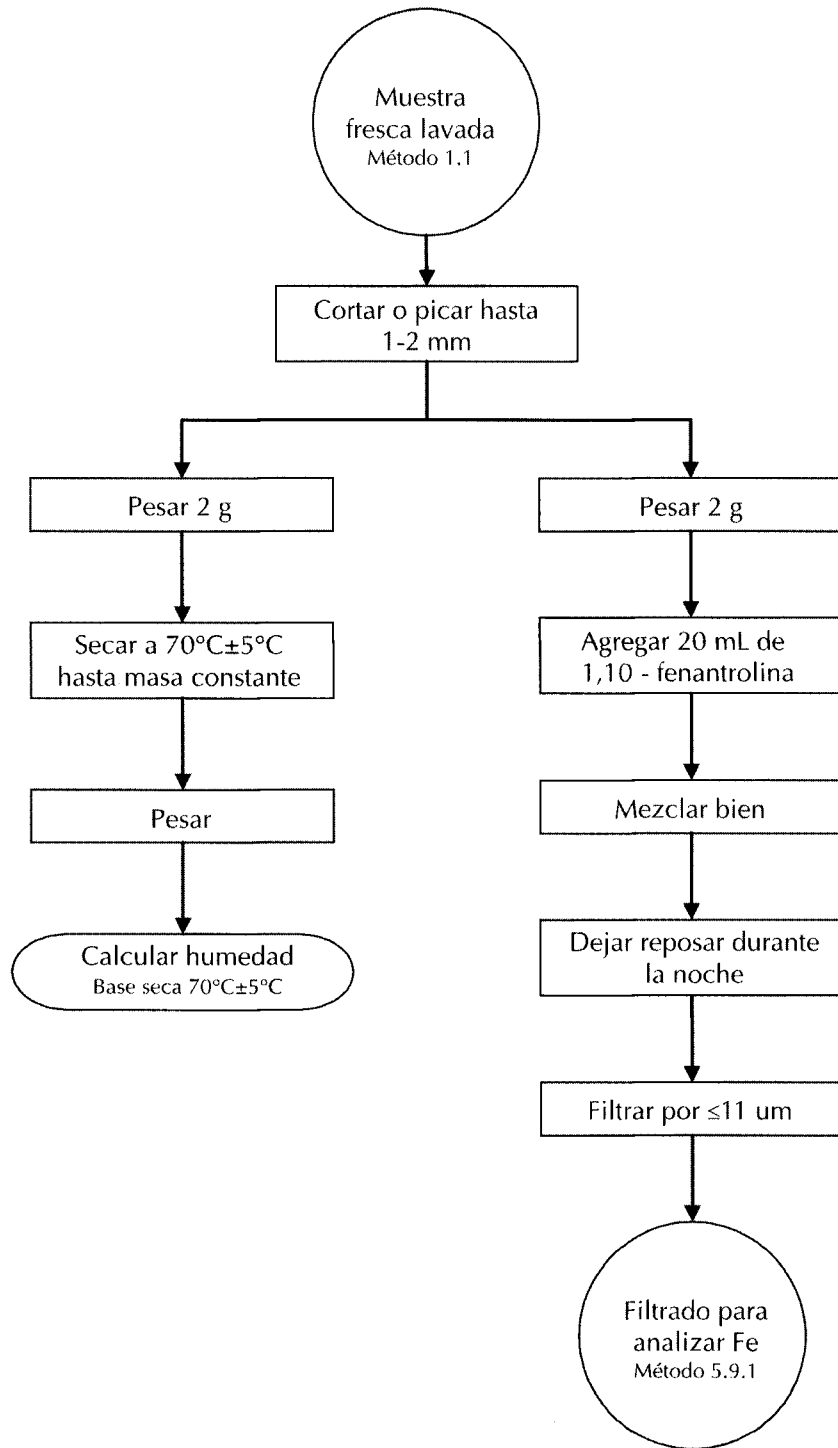


Figura 4.2-1. Diagrama de flujo del Método 4.2.

5 DETERMINACIONES

5.1 ALUMINIO

5.1.1 EAA con llama de óxido nitroso – acetileno por aspiración directa

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de calcinación 2.1 o 2.2 o del método de digestión 3.3, se determina la concentración de Al por espectrofotometría de absorción atómica (EAA) con llama de óxido nitroso-acetileno por aspiración directa.

Nota 1

El aluminio puede ionizarse en la llama de óxido nitroso-acetileno. Se evita usando un supresor de la ionización, como potasio.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
- Lámpara: aluminio,
 - Longitud de onda: 324,7 nm,
 - Combustible: acetileno,
 - Oxidante: óxido nitroso,
 - Corrección de fondo: no se requiere.

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 Ácido clorhídrico, HCl, 37%, 12 mol/L, $d=1,19$ kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO₃, 65%, 14 mol/L, $d=1,39$ kg/L.
- 3.3 Solución de cloruro de potasio, KCl, 2 mol/L.
Disolver 149 g de KCl en agua y diluir a 1 L.
- 3.4 Solución estándar de aluminio, 1000 mg/L de Al.
Disponible en el comercio.
- 3.5 Solución estándar de aluminio, 100 mg/L de Al.
Diluir 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Al (3.4) con agua a 100 mL.
- 3.6 Serie de estándares de aluminio.
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
- 50 mL de solución de KCl 2 mol/L (3.3),
 - 0-5-10-15-20-25 mL de la solución estándar de 100 mg/L de Al (3.5),

- Alternativamente, según el método usado para la mineralización:
 - 3 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 50 mL, o
 - 2 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 100 mL, o
 - 1 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.2 y se enrasó a 100 mL, o
 - 3 mL de HNO₃ (3.2) si se usó el Método de digestión 3.3 y se enrasó a 100 mL.
 - Agua hasta enrasar.
- Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 mg/L de Al.

4 Procedimiento

- 4.1 En los filtrados de la muestra, de los blancos y de la muestra de referencia y usando un EAA (2.1) con llama de óxido nitroso-acetileno y calibrado con la serie de estándares de Al (3.6), leer la concentración de Al a 324,7 nm.

5 Cálculos

- 5.1. Calcular la concentración de Al en la muestra, en mg/kg, según:

$$\text{Al (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times V}{m}$$

donde:

- a = mg/L de Al en el filtrado de la muestra
- b = mg/L promedio de Al en los filtrados de los blancos
- V = volumen final en mL de filtrado, según el método utilizado para la mineralización
- m = masa en g de muestra

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, en mg/kg sin decimales, como:
Aluminio total = mg/kg de Al

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de Al total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.1.1-1

Cuadro 5.1.1-1. Repetibilidad* de la determinación de Al total

Muestra N°	1	2	3	4
N° de laboratorios participantes	11	20	11	14
N° de resultados aceptados	20	40	20	28
Media (mg/kg)	232	318	331	429
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	20	10	17	8
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	8,8	3,1	5,0	1,9
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	57	28	46	23

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

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de Al total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.1.1-2

Cuadro 5.1.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de Al total

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	5	33	25	36	14	17	21	27	63	8	28	23
N° de resultados no aceptados	0	0	1	0	0	0	1	0	1	0	0	1
Media (mg/kg)	170	198	229	237	272	290	293	298	304	320	429	529
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	41	30	27	37	51	44	65	104	47	40	77	71
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	24	15	12	16	19	15	22	35	15	13	18	13
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	115	83	76	103	142	122	181	292	131	113	216	198

* 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 of Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA, 300 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.

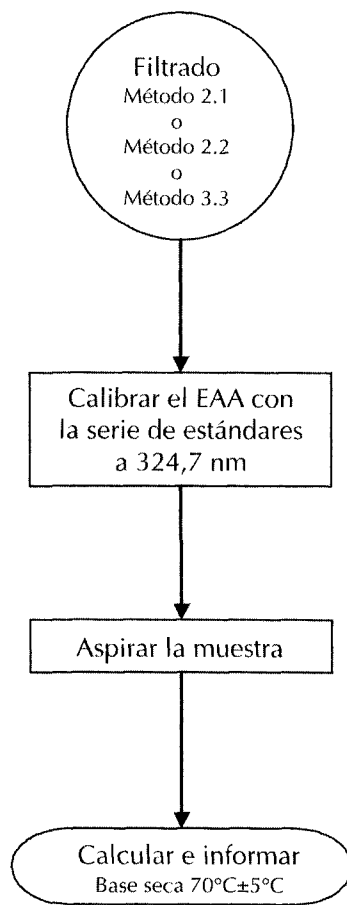


Figura 5.1.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.1.1.

5 DETERMINACIONES

5.2 AZUFRE

5.2.1 Turbidimetría del sulfato de bario

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de calcinación 2.2 o 2.4, o del método de extracción 4.1, se determina la concentración de S-SO₄ por turbidimetría del sulfato de bario.

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 ≤0,2 mS/m a 25°C).

- 3.1 Ácido clorhídrico, HCl, 37%, 12 mol/L, d=1,19 kg/L.
- 3.2 Solución de nitrato de magnesio, Mg(NO₃)₂, 95%.
Disolver 950 g de Mg(NO₃)₂.6H₂O en agua y diluir a 1 L.
- 3.3 Solución de cloruro de bario-Tween 80.
Disolver 20 g de BaCl₂.2H₂O y 20 mL de Tween 80 en agua y diluir a 100 mL.
- 3.4 Solución estándar de azufre, 1000 mg/L de S.
Disolver 5,435 g de sulfato de potasio, K₂SO₄, seco a 105°C, en agua y diluir a 1000 mL.
- 3.5 Solución estándar de azufre, 200 mg/L de S.
Diluir 20 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de S (3.4) a 100 mL con agua.
- 3.6 Serie de estándares de S.
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
- alrededor de 40 mL de agua,
 - 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 100 mg/L de S (3.5),
 - alternativamente, según el método usado para la mineralización:
 - 1 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.2 y se enrasó a 100 mL, o
 - 4 mL de solución de nitrato de magnesio (3.2) y 3 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.4 y se enrasó a 50 mL.

Nota 1

En la determinación de S-SO₄ extraíble con agua (Método 4.1), solamente enrasar con agua.

- Agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene 0-2-4-10-20-40 mg/L de S-SO₄.

4 Procedimiento

- 4.1 Transferir a un recipiente de vidrio una alícuota de 10 mL de los filtrados de la muestra y de los blancos y de la serie de estándares de S-SO₄ (3.6).
- 4.2 Agregar 1 mL de la solución de cloruro de bario-Tween 80 (3.3) y mezclar.
- 4.3 Dejar reposar 30 minutos.
- 4.4 Agitar y leer la absorbancia contra agua a 440 nm.

Nota 2

Debe leerse antes de 3 horas.

5 Cálculos

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

Nota 2

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

- 5.2. Calcular las concentraciones de S en los filtrados de la muestra y de los blancos por resolución de la ecuación de regresión.
- 5.3. Calcular la concentración de S en la muestra, en % o en g/kg o en mmol/kg, según:

$$S (\%) = \frac{(a - b) \times V}{m \times 10.000}$$

$$S (\text{g/kg}) = \frac{(a - b) \times V}{m \times 1000}$$

$$S - \text{SO}_4 (\text{mmol/kg}) = \frac{(a - b) \times V}{m \times 32}$$

donde:

- a = mg/L de S-SO₄ en el filtrado de la muestra
- b = mg/L promedio de S-SO₄ en los filtrados de los blancos
- V = volumen final en mL de filtrado
- m = masa en g de muestra

6 Informes

6.1 Informar la concentración de S en la muestra en % con dos decimales o en g/kg con un decimal o en mmol/kg sin decimales, como:

Azufre total = ... % de S

o

Azufre total = ... g/kg de S

o

Azufre extraíble con agua = ... mmol/kg de S-SO₄

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de S total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.2.1-1

Cuadro 5.2.1-1. Repetibilidad* de la determinación de S total

Muestra N°	1	2	3	4
N° de laboratorios participantes	11	19	15	10
N° de resultados aceptados	22	38	30	20
Media (%)	0,157	0,204	0,239	0,278
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,012	0,008	0,019	0,014
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	7,7	3,9	7,9	5,2
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,034	0,022	0,053	0,040

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

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de S total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.2.1-2

Cuadro 5.2.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de S total

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
N° de resultados aceptados	21	20	22	62	31	37	30	16	11	21
N° de resultados no aceptados	0	1	0	0	0	0	1	1	0	0
Media (%)	0,10	0,14	0,16	0,20	0,21	0,24	0,24	0,24	0,26	0,28
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,04	0,02	0,03	0,03	0,04	0,03	0,04	0,04	0,06	0,06
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	37	16	17	17	17	13	17	15	24	21
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	0,11	0,06	0,08	0,10	0,10	0,09	0,11	0,10	0,18	0,16

* 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 of Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 Lachica, M., A. Aguilar y J. Yáñez. 1973. Análisis foliar. Métodos utilizados en la Estación Experimental Zaidín. Anales de Edafología y Agrobiología 32:1033-1047.
- 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.

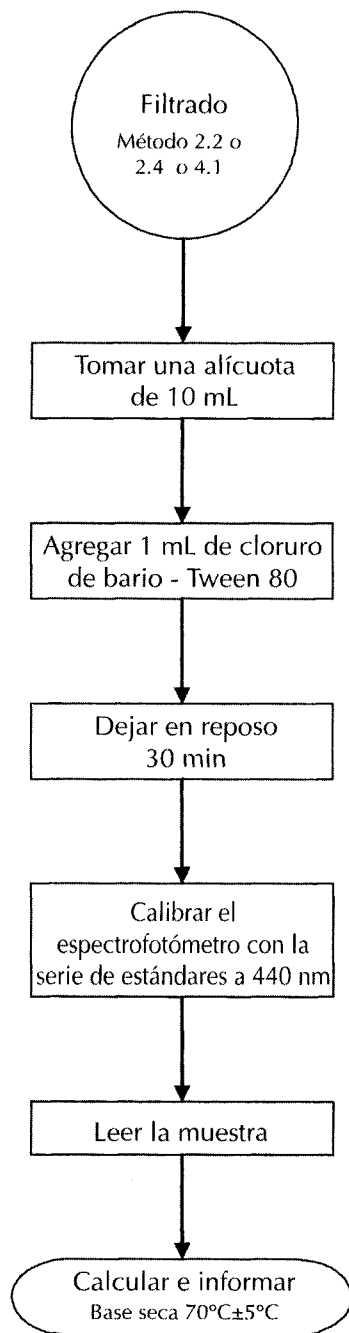


Figura 5.2.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.2.1.

5 DETERMINACIONES

5.3 BORO

5.3.1 Colorimetría con azometina-H

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de calcinación 2.3 se determina la concentración de B por colorimetría del complejo coloreado que forma el ión borato con azometina-H.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 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 (CE \leq 0,2 mS/m a 25°C).

Nota 1

Para prevenir la liberación de B del material de vidrio, llenarlo con HNO₃ 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 tampón.

- Disolver 100 g de acetato de amonio, CH₃COONH₄, en 160 mL de agua.
- Agregar 50 mL de ácido acético glacial, CH₃COOH 100%, y mezclar.
- Agregar 2,68 g de sal disódica del ácido etilendiamino-tetraacético, Na₂EDTA·2H₂O, y disolver.
- Agregar 2,4 mL de ácido tioglicólico (ácido mercaptoacético), C₂H₄O₂S, d=1,32 kg/L. Mezclar bien.
- Dejar reposar durante la noche.
- Almacenar en polietileno y preparar semanalmente.

3.2 Solución de azometina-H y ácido ascórbico.

Disolver 0,9 g de azometina-H, C₁₇H₁₂NNaO₈S₂, y 2 g de ácido ascórbico, C₆H₈O₆, en 100 mL de agua. Almacenar en frasco de polietileno, refrigerar y reemplazar cada 15 días.

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

3.3.1 Disponible en el comercio, o

3.3.2 Disolver 5,715 g de ácido bórico, 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 ácido metabórico, HBO_2 .

3.4 Solución estándar de boro, 50 mg/L de B.

Diluir 5 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de B (3.3) a 100 mL con agua.

3.5 Serie de estándares de boro.

A cinco matraces aforados de 100 mL agregar:

- 40 mL de agua,
- 0,0-0,5-1,0-2,0-4,0 mL de la solución estándar de 50 mg/L de B (3.4),
- 2 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4 , 96%, $d=1,84$ kg/L) y dejar enfriar,
- agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene 0,0-0,25-0,50-1,00-2,00 mg/L de B.

4 Procedimiento

4.1 Tomar una alícuota de 2 mL de la serie de estándares de boro (3.5) y de los filtrados de la muestra, de los blancos y de la muestra de referencia en tubos de plástico.

4.2 Agregar 4 mL de solución tampón (3.1) y mezclar bien.

4.3 Agregar 2 mL de la solución de azometina-H y ácido ascórbico (3.2) y mezclar bien.

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

4.5 Leer la absorbancia a 430 nm.

5 Cálculos

5.1. Dibujar una curva de calibración con las absorbancias en el eje Y y las concentraciones de B en la serie de estándares (3.6) en el eje X y calcular 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 las concentraciones de B en los filtrados de la muestra y de los blancos por resolución de la ecuación de regresión.

5.3. Calcular la concentración de B en la muestra, en mg/kg, según:

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

donde:

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

b = mg/L promedio de B en los filtrados de los blancos

V = volumen final en mL de filtrado

m = masa en g de muestra

6 Informes

6.1 Informar el resultado obtenido en 5.3, en mg/kg sin decimales, como:

Boro total = mg/kg de B

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de B total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.3.1-1

Cuadro 5.3.1-1. Repetibilidad* de la determinación de B total

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	21	23	21	22	17
N° de resultados aceptados	40	46	40	42	34
Media (mg/kg)	23,7	44,2	47,5	54,4	60,9
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	1,2	1,1	1,2	0,7	1,3
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	5,0	2,6	2,6	1,2	2,2
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	3,3	3,2	3,4	1,9	3,7

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

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de B total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.3.1-2

Cuadro 5.3.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de B total

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	40	41	39	39	80	20	59	47	33	43	23	52
N° de resultados no aceptados	0	2	2	3	4	2	6	1	6	2	1	5
Media (mg/kg)	21	24	38	42	45	48	49	49	50	54	56	61
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	7	3	3	2	3	6	4	3	4	4	4	4
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	31	14	8	6	7	13	9	6	9	7	8	6
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	19	10	8	6	8	18	13	8	12	11	12	10

* 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. Internacional Organization of 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 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.
- 9.4 Walinga, I., Van Der Lee, J.J., Houba, V.J.G., Van Vark, W. and Novozamsky, I. 1995. Plant analysis manual. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 253 p.

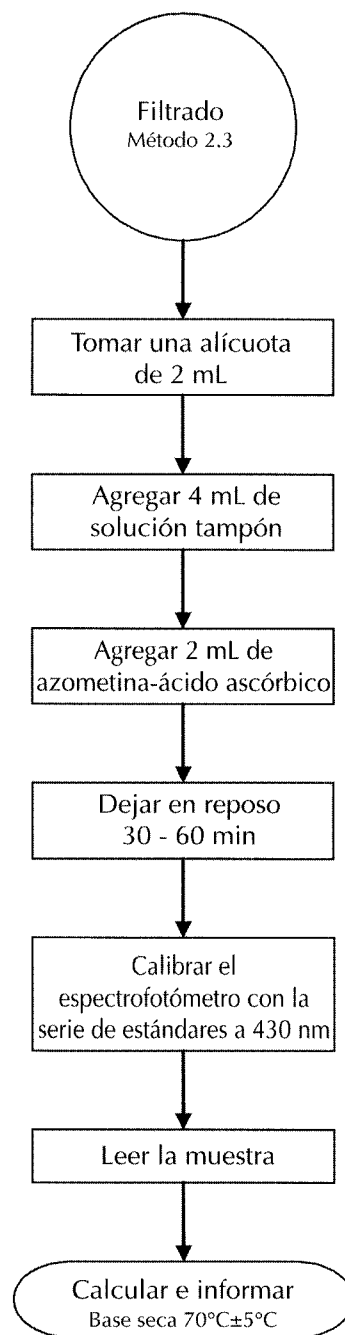


Figura 5.3.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.3.1.

5 DETERMINACIONES

5.4 CALCIO

5.4.1 EAA con llama aire – acetileno por aspiración directa

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de calcinación 2.1 o 2.2 o del método de digestión 3.1 o 3.2 o 3.3, se determina la concentración de Ca por espectrofotometría de absorción atómica (EAA) con llama de aire-acetileno por aspiración directa.
- 1.2 Las interferencias de P y Al se minimizan agregando 1 g/L de lantano.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
 - Lámpara: calcio,
 - Longitud de onda: 422,7 nm,
 - Combustible: acetileno,
 - Oxidante: aire,
 - Corrección de fondo: no se requiere.

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 Ácido clorhídrico, HCl, 37%, 12 mol/L, $d=1,19$ kg/L.

3.2 Ácido nítrico, HNO₃, 65%, 14 mol/L, $d=1,39$ kg/L.

3.3 Ácido sulfúrico, H₂SO₄, 96%, 18 mol/L, $d=1,84$ kg/L.

3.4 Solución de lantano, 1 g/L de La.

Disolver 3,12 g de nitrato de lantano hexahidrato, La(NO₃)₃·6H₂O, en agua en un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua.

3.5 Solución estándar de calcio, 1000 mg/L de Ca.

Disponible en el comercio.

3.6 Serie de estándares de calcio.

A seis matraces aforados de 100 mL agregar:

- Alrededor de 40 mL de agua,
- 0-2-5-10-20-50 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Ca (3.5),

- Alternativamente, según el método usado para la mineralización:
 - 3 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 50 mL, o
 - 2 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 100 mL, o
 - 1 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.2 y se enrasó a 100 mL, o
 - 4,5 mL de H₂SO₄ (3.3) si se usó el Método de digestión 3.1 o 3.2 y se enrasó a 50 mL, o
 - 3 mL de HNO₃ (3.2) si se usó el Método de digestión 3.3 y se enrasó a 100 mL.
- Agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene 0-20-50-100-200-500 mg/L de Ca.

4 Procedimiento

- 4.1 En un tubo de ensayo, tomar una alícuota de 1 mL de la serie de estándares (3.6) y de los filtrados de la muestra, de los blancos y de la muestra de referencia.
- 4.2 Agregar 19 mL de solución de lantano (3.4) y mezclar.
- 4.3 Calibrar el espectrofotómetro (2.1) y medir la concentración de Ca a 422,7 nm.

5 Cálculos

- 5.1. Calcular la concentración de Ca en la muestra, en % o en g/kg, según:

$$\text{Ca (\%)} = \frac{(a - b) \times V}{m \times 10.000}$$

$$\text{Ca (g/kg)} = \frac{(a - b) \times V}{m \times 1000}$$

donde:

- a = mg/L de Ca en el filtrado de la muestra
- b = mg/L promedio de Ca en los filtrados de los blancos
- V = volumen final en mL de filtrado
- m = masa en g de muestra

6 Informes

6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, en % con dos decimales o en g/kg con un decimal, como:

Calcio total = % de Ca

o

Calcio total = g/kg de Ca

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de Ca total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.4.1-1

Cuadro 5.4.1-1. Repetibilidad* de la determinación de Ca total

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	22	21	21	22	19
N° de resultados aceptados	42	40	38	44	36
Media (%)	1,23	1,85	1,86	2,05	2,81
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,04	0,02	0,04	0,05	0,05
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	3,2	1,2	1,9	2,2	1,8
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,11	0,06	0,10	0,13	0,14

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

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de Ca total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.4.1-2

Cuadro 5.4.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de Ca total

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	38	42	37	22	41	63	78	21	43	56	41	36
N° de resultados no aceptados	2	3	3	1	2	3	3	2	2	4	1	4
Media (%)	1,25	1,26	1,37	1,75	1,85	1,86	2,04	2,07	2,31	2,84	2,84	2,9
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,09	0,11	0,07	0,18	0,09	0,14	0,11	0,12	0,13	0,19	0,19	0,2
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	7	9	5	10	5	8	5	6	5	7	7	8
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	0,24	0,31	0,19	0,49	0,25	0,40	0,31	0,33	0,35	0,54	0,53	0,6

* 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 of Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA, 300 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 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.

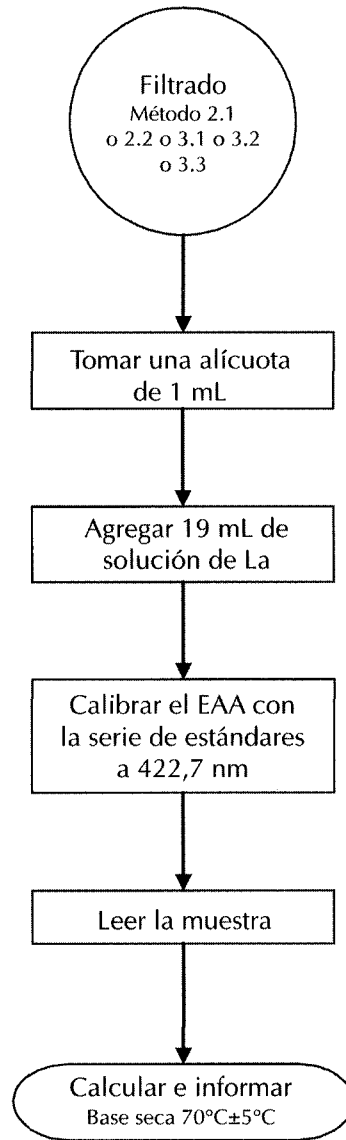


Figura 5.4.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.4.1.

5 DETERMINACIONES

5.5 CINC

5.5.1 EAA con llama de aire – acetileno por aspiración directa

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de calcinación 2.1 o 2.2 o del método de digestión 3.1 o 3.2 o 3.3, se determina la concentración de Zn por espectrofotometría de absorción atómica (EAA) con llama de aire-acetileno por aspiración directa.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
- Lámpara: cinc,
 - Longitud de onda: 213,9 nm,
 - Combustible: acetileno,
 - Oxidante: aire,
 - Corrección de fondo: recomendable.

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 Ácido clorhídrico, HCl, 37%, 12 mol/L, $d=1,19$ kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO₃, 65%, 14,3 mol/L, $d=1,39$ kg/L.
- 3.3 Ácido sulfúrico, H₂SO₄, 96%, 18 mol/L, $d=1,84$ kg/L.
- 3.4 Solución estándar de cinc, 1000 mg/L de Zn.
Disponible en el comercio.
- 3.5 Solución estándar de cinc, 10 mg/L de Zn.
Diluir 1 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Zn (3.4) con agua a 100 mL.
- 3.6 Serie de estándares de cinc.
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
- Alrededor de 40 mL de agua,
 - 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 10 mg/L de Zn (3.5),
 - Alternativamente, según el método usado para la mineralización:
 - 3 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 50 mL, o

- 2 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 100 mL, o
 - 1 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.2 y se enrasó a 100 mL, o
 - 4,5 mL de H₂SO₄ (3.3) si se usó el Método de digestión 3.1 o 3.2 y se enrasó a 50 mL, o
 - 3 mL de HNO₃ (3.2) si se usó el Método de digestión 3.3 y se enrasó a 100 mL.
- Agua hasta enrasar.
- Esta serie de estándares contiene 0,0-0,1-0,2-0,5-1,0-2,0 mg/L de Zn.

4 Procedimiento

- 4.1 En los filtrados de la muestra, de los blancos y de la muestra de referencia y usando un EAA (2.1) con llama de aire-acetileno y calibrado con la serie de estándares de Zn (3.6), leer la concentración de Zn a 213,9 nm.

5 Cálculos

- 5.1. Calcular la concentración de Zn en la muestra, en mg/kg, según:

$$\text{Zn /mg/kg} = \frac{(a - b) \times V}{m}$$

donde:

- a = mg/L de Zn en el filtrado de la muestra
- b = mg/L promedio de Zn en los filtrados de los blancos
- V = volumen final en mL de filtrado
- m = masa en g de muestra

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, en mg/kg con un decimal, como:
Cinc total = mg/kg de Zn

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de Zn total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.5.1-1

Cuadro 5.5.1-1. Repetibilidad* de la determinación de Zn total

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	22	23	21	22	20
N° de resultados aceptados	44	42	42	40	40
Media (mg/kg)	15,7	29,6	40	48,9	54,4
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,6	0,7	4	1,3	1,0
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	3,8	2,4	9	2,7	1,8
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	1,7	2,0	10	3,7	2,7

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

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de Zn total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.5.1-2

Cuadro 5.5.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de Zn total

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	45	41	42	39	23	82	63	62	43	38	41	22
N° de resultados no aceptados	0	0	3	1	0	3	1	6	2	3	0	0
Media (mg/kg)	16	19	19,6	24	26	30	44	49	49	53	54	58
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	4	2	1,7	3	5	2	7	3	3	2	3	3
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	22	10	9	14	21	8	17	7	6	4	6	5
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	10	6	4,7	10	15	6	20	9	8	6	9	9

* 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 of 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 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.

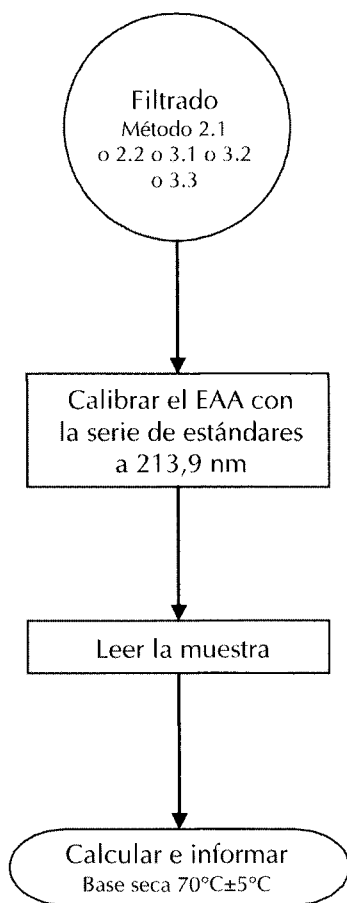


Figura 5.5.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.5.1.

5 DETERMINACIONES

5.6 CLORURO

5.6.1 Titulación potenciométrica

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de extracción con agua 4.1 se determina la concentración de cloruro por titulación potenciométrica con una solución de AgNO_3 .

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 y de referencia de $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{SO}_4$ con K_2SO_4 saturado.
- 2.3 Agitador magnético con varillas magnéticas forradas con teflón.
- 2.4 Bureta de 10 mL con una precisión de 0,01 mL.

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 nítrico, HNO_3 , 65%, 14 mol/L, $d=1,39 \text{ kg/L}$.
- 3.2 Solución de nitrato de plata, AgNO_3 , 0,05 mol/L.
 - 3.2.1 Disponible en el comercio.
 - 3.2.2 Disolver 8,50 g de AgNO_3 en agua y diluir a 1000 mL. Estandarizar según 5.2.
- 3.3 Solución estándar de cloruro de sodio, 0,05 mol/L.
 - 3.3.1 Disponible en el comercio.
 - 3.3.2 Disolver 2,922 g de NaCl , secado a 200°C por 24 horas, en agua y diluir a 1000 mL.

4 Procedimiento

Determinación del potencial del punto de equivalencia

- 4.1 A tres vasos de 100 mL agregar:
 - 1–2–5 mL de solución estándar de NaCl 0,05 mol/L (3.3.1 o 3.3.2),
 - 1 mL de ácido nítrico (3.1),

- agua hasta alrededor de 40 mL,
 - una varilla magnética.
- 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 AgNO_3 0,05 mol/L (3.2.1 o 3.2.2) 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 AgNO_3 , 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 Tomar una alícuota de 10-20 mL del filtrado del método de extracción con agua (4.1) en un vaso de 100 mL.
- 4.8 Agregar 1 mL de ácido nítrico (3.1),
- 4.9 Agregar agua hasta alrededor de 40 mL y una varilla magnética.
- 4.10 Introducir los electrodos e iniciar la agitación.
- 4.11 Agregar lentamente solución de AgNO_3 (3.2.1 o 3.2.2) hasta alcanzar el punto de equivalencia determinado en 5.3. Anotar el gasto.

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 8.1):
 - volumen (V), en mL, de cada lectura de solución de AgNO_3 ,
 - 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 AgNO_3 ($\Delta E/\Delta V$, 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 8.2):

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

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 $AgNO_3$ (3.4.2).

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 8.3.1):

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

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 8.3.2).

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 8.3.3):

$$AgNO_3 \text{ (mol/L)} = \frac{0,05}{b_1}$$

donde:

- 0,05 = 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 8.4)

5.8 Calcular la concentración de Cl, en mmol/kg o en g/kg, según:

$$\text{Cl (mmol/kg)} = \frac{(a - b_0) \times M \times V}{A \times m} \times 1000$$

$$\text{Cl (g/kg)} = \frac{(a - b_0) \times M \times V}{A \times m} \times 35,5$$

donde:

a = gasto, en mL, de la solución de AgNO₃

b₀ = intercepto de la ecuación de regresión (5.6)

M = concentración, en mol/L, de la solución de AgNO₃ (5.7)

V = volumen, en mL, de agua usada en la extracción

A = alícuota, en mL, usada en la determinación

m = masa, en g, de la muestra

6 Informes

6.1 Informar la concentración de Cl en la muestra en mmol/kg sin decimales o en g/kg con dos cifras significativas, como:

Cloruro extraíble con agua = ... mmol/kg de Cl

o

Cloruro extraíble con agua = ... g/kg de Cl

7 Repetibilidad

7.1 No se dispone de información.

8 Reproducibilidad

8.1 No se dispone de información.

9 Bibliografía

- 9.1 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.
- 9.2 Walinga, I., Van Der Lee, J.J., Houba, V.J.G., Van Vark, W. and Novozamsky, I. 1995. Plant analysis manual. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 253 p.

8 Ejemplos

8.1 Ejemplo de valores obtenidos en la titulación de 1 mL de solución de NaCl 0,05 mol/L con solución de AgNO₃:

V AgNO ₃ mL	ΔV Diferencia de volumen mL	E Potencial mV	ΔE Diferencia de potencial mV	ΔE/ΔV Primera derivada	Δ ² E/ΔV Diferencia en la primera derivada
0,00		-236			
	0,70		31	44	
0,70		-205			+67
	0,09		10	111	
0,79		-195			+56
	0,09		15	167	
0,88		-180			+322
	0,09		44	489	
0,97		-136			+178
	0,09		60	667	
1,06		-76			-467
	0,09		18	200	
1,15		-58			-78
	0,09		11	122	
1,24		-47			-44
	0,09		7	78	
1,33		-40			

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

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

$$E_e = -136 + 60 \times \frac{178}{178 + 467}$$

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

8.3 Ejemplo del cálculo de la concentración de la solución de AgNO₃:

8.3.1 Cálculo del gasto de solución de AgNO₃ en la titulación de 1 mL de solución de NaCl 0,05 mol/L:

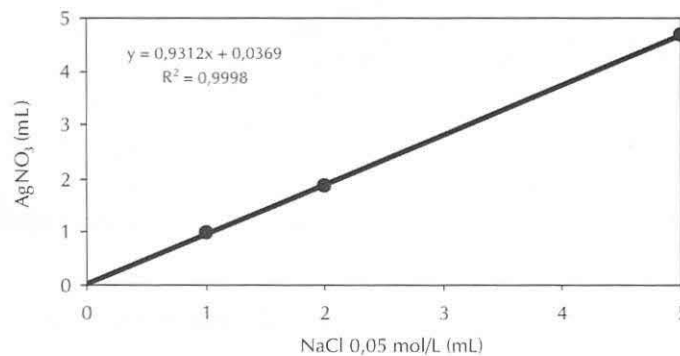
$$V_e = V_p + \Delta V_p \times \frac{\Delta 2E (+)}{\Delta 2E (+) + \Delta 2E (-)}$$

$$V_e = 0,97 + 0,09 \times \frac{178}{178 + 467}$$

$$V_e = 0,99 \text{ mL}$$

8.3.2 Ejemplo de la curva de calibración:

NaCl 0,05 mol/L alícuota mL	AgNO ₃ gasto calculado mL
1	0,99
2	1,87
5	4,70



8.3.3 Cálculo de la concentración de la solución de AgNO₃:

$$\text{AgNO}_3 \text{ (mol/L)} = \frac{M_{\text{NaCl}}}{b1}$$

$$\text{AgNO}_3 \text{ (mol/L)} = \frac{0,05}{0,9312} = 0,054$$

8.4 Ejemplo del cálculo de la concentración de Cl en una muestra:

Masa de muestra	=	m =	0,512 g
Volumen de agua	=	V =	25 mL
Alícuota	=	A =	10 mL
Gasto de AgNO ₃	=	a =	2,84 mL
Molaridad del AgNO ₃	=	M =	0,054 mol/L
Intercepto de la ecuación	=	b0 =	0,0369 mL

$$\text{Cl (mmol/kg)} = \frac{(a - b_0) \times M \times V}{A \times m} \times 1000 = \frac{(2,84 - 0,0369) \times 0,054 \times 25}{10 \times 0,512} \times 1000 = 739$$

$$\text{Cl (g/kg)} = \frac{(a - b_0) \times M \times V}{A \times m} \times 35,5 = \frac{(2,84 - 0,0369) \times 0,054 \times 25}{10 \times 0,512} \times 35,5 = 26$$

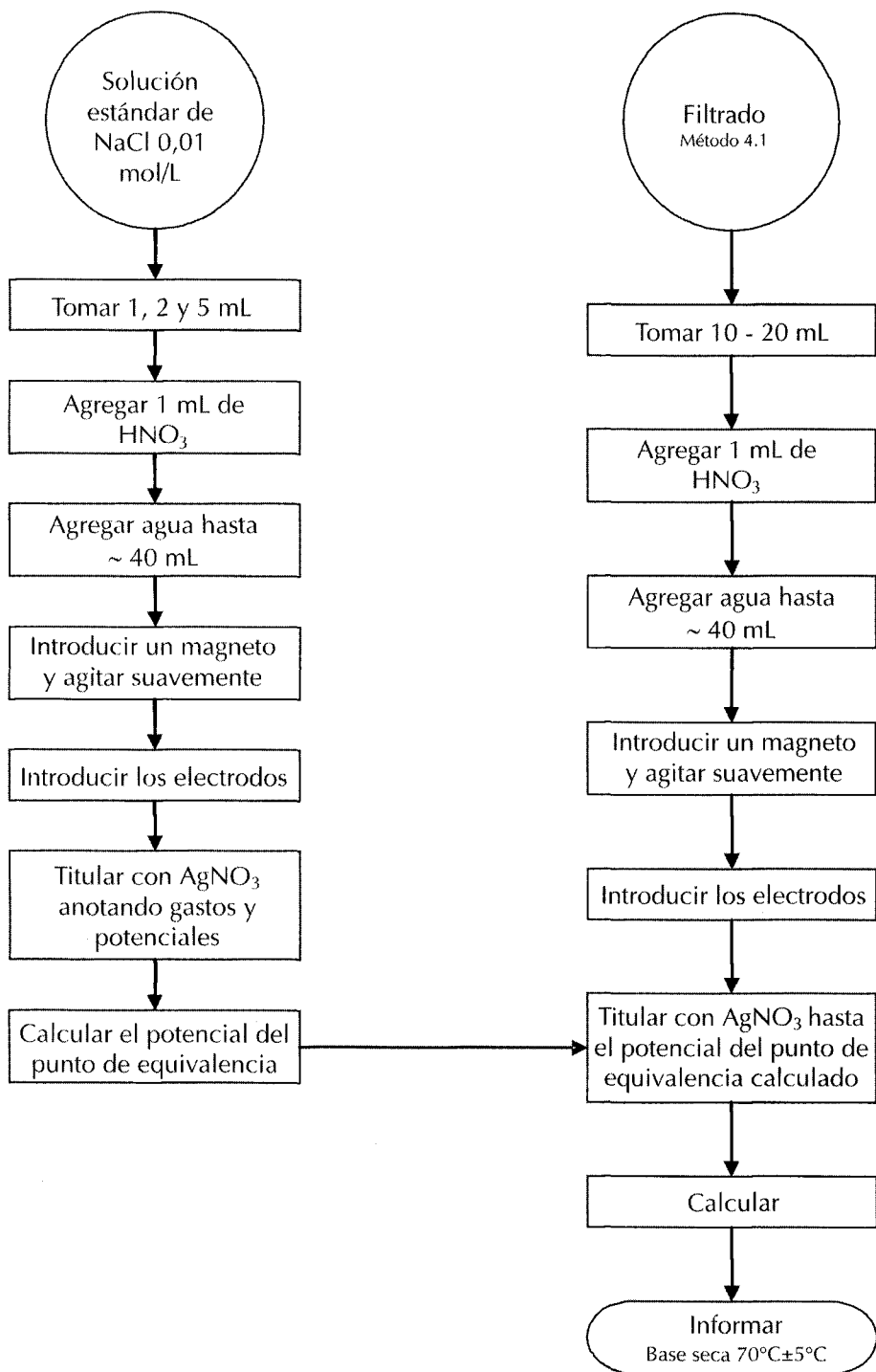


Figura 5.6.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.6.1.

5 DETERMINACIONES

5.7 COBRE

5.7.1 EAA con llama de aire – acetileno por aspiración directa

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de calcinación 2.1 o 2.2 o del método de digestión 3.1 o 3.2 o 3.3, se determina la concentración de Cu por espectrofotometría de absorción atómica (EAA) con llama de aire-acetileno por aspiración directa.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
 - Lámpara: cobre,
 - Longitud de onda: 324,8 nm,
 - Combustible: acetileno,
 - Oxidante: aire,
 - Corrección de fondo: recomendable.

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 Ácido clorhídrico, HCl, 37%, 12 mol/L, $d=1,19$ kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO₃, 65%, 14 mol/L, $d=1,39$ kg/L.
- 3.3 Ácido sulfúrico, H₂SO₄, 96%, 18 mol/L, $d=1,84$ kg/L.
- 3.4 Solución estándar de cobre, 1000 mg/L de Cu.
Disponible en el comercio.
- 3.5 Solución estándar de cobre, 10 mg/L de Cu.
Diluir 1 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Cu (3.4) con agua a 100 mL.
- 3.6 Serie de estándares de cobre.
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
 - Alrededor de 40 mL de agua,
 - 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 10 mg/L de Cu (3.5),

- Alternativamente, según el método usado para la mineralización:
 - 3 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 50 mL,
o
 - 2 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 100 mL,
o
 - 1 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.2 y se enrasó a 100 mL,
o
 - 4,5 mL de H₂SO₄ (3.3) si se usó el Método de digestión 3.1 o 3.2 y se enrasó a 50 mL, o
 - 3 mL de HNO₃ (3.2) si se usó el Método de digestión 3.3 y se enrasó a 100 mL.
 - Agua hasta enrasar.
- Esta serie de estándares contiene 0,0-0,1-0,2-0,5-1,0-2,0 mg/L de Cu.

4 Procedimiento

- 4.1 En los filtrados de la muestra, de los blancos y de la muestra de referencia y usando un EAA (2.1) con llama de aire-acetileno y calibrado con la serie de estándares de Cu (3.6), leer la concentración de Cu a 324,8 nm.

5 Cálculos

- 5.1. Calcular la concentración de Cu en la muestra, en mg/kg, según:

$$\text{Cu (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times V}{m}$$

donde:

- a = mg/L de Cu en el filtrado de la muestra
- b = mg/L promedio de Cu en los filtrados de los blancos
- V = volumen final en mL de filtrado
- m = masa en g de muestra

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, en mg/kg con un decimal, como:
Cobre total = mg/kg de Cu

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de Cu total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.7.1-1

Cuadro 5.7.1-1. Repetibilidad* de la determinación de Cu total

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	22	21	23	20	20
N° de resultados aceptados	42	42	44	38	40
Media (mg/kg)	6,1	13,7	32,1	41,7	111
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,5	0,7	1,1	0,5	13
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	8,0	5,3	3,3	1,3	12
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	1,4	2,0	3,0	1,5	37

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

8 Reproducibilidad

- 8.1 La reproducibilidad de los análisis de Cu total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.7.1-2

Cuadro 5.7.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de Cu total

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	39	44	21	63	22	40	44	82	39	42	39	62
N° de resultados no aceptados	1	1	2	3	0	1	1	2	1	0	2	1
Media (mg/kg)	5,1	6	14	14,0	19,0	20,8	25	32	36	37	42	97
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	1,1	3	2	1,8	1,8	1,6	2	2	5	8	3	23
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	22	48	18	13	10	8	8	6	14	21	7	24
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	3,1	8	7	5,0	5,1	4,4	6	5	14	21	8	65

* 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. Internacional Organization of 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 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.

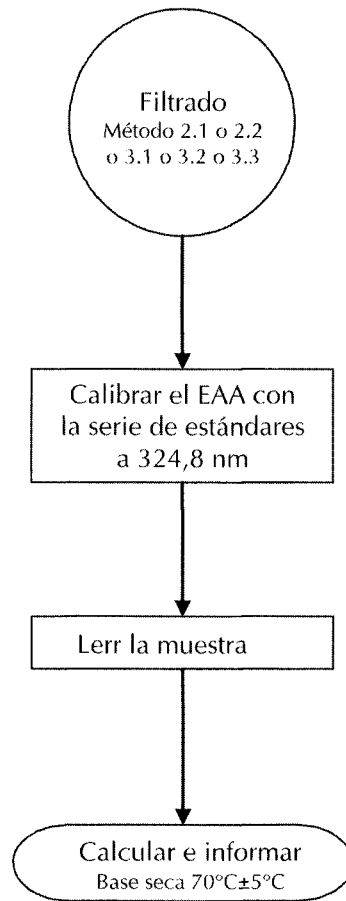


Figura 5.7.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.7.1.

5 DETERMINACIONES

5.8 FÓSFORO

5.8.1 Colorimetría con nitro-vanado-molibdato

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de calcinación 2.1 o 2.2 o del método de digestión 3.1 o 3.2, se determina la concentración de P por colorimetría del complejo fosfo-vanadomolibdato.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 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 ($CE \leq 0,2$ mS/m a 25°C).

- 3.1 Ácido clorhídrico, HCl, 37%, 12 mol/L, $d=1,19$ kg/L.

- 3.2 Ácido nítrico, HNO_3 , 65%, 14 mol/L, $d=1,39$ kg/L.

- 3.3 Ácido sulfúrico, H_2SO_4 , 96%, 18 mol/L, $d=1,84$ kg/L.

- 3.4 Ácido clorhídrico, HCl, 2 mol/L.

Diluir 167 mL de HCl (3.1) con agua a 1 L.

- 3.5 Solución de nitro-vanado-molibdato.

A Solución de vanadato de amonio, 0,9 g/L.

- Disolver 0,9 g de vanadato de amonio, NH_4VO_3 , en alrededor de 500 mL de agua hirviendo, enfriar.

- Agregar 24 mL de ácido nítrico (3.2).

- Diluir con agua a 1 L.

B Solución de molibdato de amonio, 19 g/L.

- Disolver 19 g de molibdato de amonio, $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$, en agua a 50°C, enfriar.

- Diluir con agua a 1 L.

C Ácido nítrico 1,5 mol/L.

- Diluir 105 mL de HNO_3 (3.2) con agua a 1 L.

Mezclar las soluciones A, B y C en partes iguales.

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

3.6.1 Disponible en el comercio.

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

3.7 Serie de soluciones estándares de fósforo.

A seis matraces aforados de 100 mL agregar:

- Alrededor de 40 mL de agua,
- 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de P (3.6.1 o 3.6.2).
- Alternativamente, según el método usado para la mineralización:
 - 3 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 50 mL, o
 - 2 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 100 mL, o
 - 1 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.2 y se enrasó a 100 mL, o
 - 4,5 mL de H_2SO_4 (3.3) si se usó el Método de digestión 3.1 o 3.2 y se enrasó a 50 mL, o
- Agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene 0-10-20-50-100-200 mg/L de P.

4 Procedimiento

4.1 Tomar una alícuota de 1 mL de la serie de estándares de P (3.7) y de los filtrados de la muestra, de los blancos y de la muestra de referencia en tubos de vidrio.

4.2 Agregar 4 mL de solución de nitro-vanado-molibdato (3.5) y mezclar bien.

4.3 Dejar reposar por una hora.

4.4 Leer la absorbancia a 466 nm.

Nota 1

Puede usarse una longitud de onda entre 400 nm y 490 nm.

5 Cálculos

5.1. Dibujar una curva de calibración con las absorbancias y las concentraciones de P en la serie de estándares (3.7) y calcular la ecuación de regresión de mejor ajuste.

Nota 2

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

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

5.3. Calcular la concentración de P en la muestra, en % o en g/kg, según:

$$P(\%) = \frac{(a - b) \times V}{m \times 10.000}$$

$$P(\text{g/kg}) = \frac{(a - b) \times V}{m \times 1000}$$

donde:

- a = mg/L de P en el filtrado de la muestra
- b = mg/L promedio de P en los filtrados de los blancos
- V = volumen final en mL de filtrado
- m = masa en g de muestra

6 Informes

6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, en % con dos decimales o en g/kg con un decimal, como:

Fósforo total = ... % de P

o

Fósforo total = ... g/kg de P

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de P total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.8.1-1

Cuadro 5.8.1-1. Repetibilidad* de la determinación de P total

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	22	18	23	22	21
N° de resultados aceptados	42	36	44	42	42
Media (%)	0,086	0,143	0,161	0,228	0,262
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,005	0,003	0,004	0,007	0,009
Coficiente de variación de la repetibilidad (%)	5,4	2,3	2,3	2,9	3,6
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,013	0,009	0,010	0,018	0,026

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

8 Reproducibilidad

- 8.1 La reproducibilidad de los análisis de P total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.8.1-2

Cuadro 5.8.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de P total

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	38	43	56	82	41	41	46	22	39	41	22	65
N° de resultados no aceptados	2	2	2	3	2	0	2	1	2	4	2	1
Media (%)	0,086	0,086	0,143	0,161	0,171	0,175	0,192	0,20	0,220	0,226	0,232	0,27
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,009	0,016	0,009	0,010	0,010	0,011	0,012	0,02	0,016	0,013	0,010	0,02
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	10	18	6	6	6	6	6	10	7	6	4	8
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	0,025	0,044	0,026	0,028	0,027	0,030	0,034	0,06	0,046	0,037	0,028	0,06

* 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. Internacional Organization of Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA, 300 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.

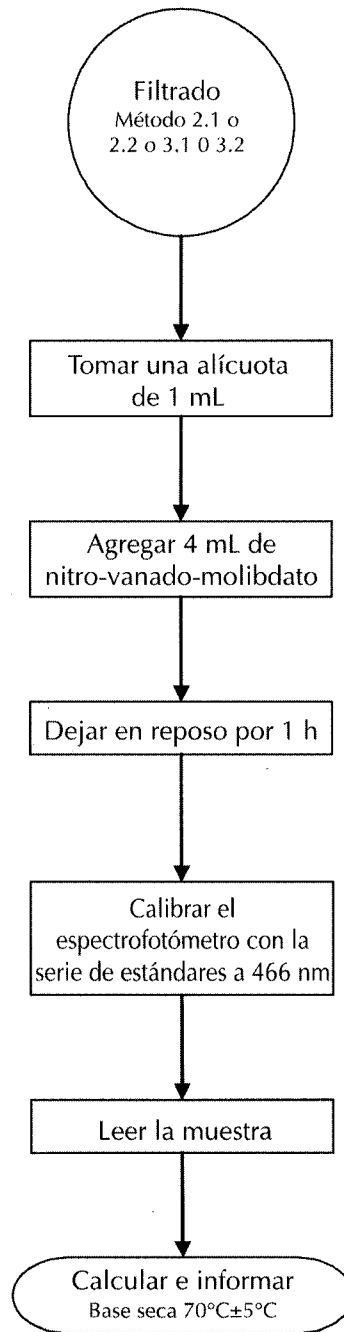


Figura 5.8.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.8.1.

5 DETERMINACIONES

5.9 HIERRO

5.9.1 EAA con llama de aire – acetileno por aspiración directa

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de calcinación 2.1 o 2.2 o del método de digestión 3.3, o del método de extracción 4.2, se determina la concentración de Fe por espectrofotometría de absorción atómica (EAA) con llama de aire-acetileno por aspiración directa.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
- Lámpara: hierro,
 - Longitud de onda: 248,3 nm
 - Combustible: acetileno,
 - Oxidante: aire,
 - Corrección de fondo: se requiere.

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 Ácido clorhídrico, HCl, 37%, 12 mol/L, $d=1,19$ kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO₃, 65%, 14 mol/L, $d=1,39$ kg/L.
- 3.3 Solución estándar de hierro, 1000 mg/L de Fe.
Disponible en el comercio.
- 3.4 Solución estándar de hierro de 50 mg/L de Fe.
A un matraz aforado de 500 mL agregar:
- 25 mL de solución estándar de 1000 mg/L de Fe (3.3),
 - 1 mL de ácido nítrico (3.2),
 - agua hasta enrasar.
- 3.5 Serie de estándares de hierro.
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
- Alrededor de 40 mL de agua,
 - 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 50 mg/L de Fe (3.4),

- Alternativamente, según el método usado para la mineralización:
 - 3 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 50 mL, o
 - 2 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 100 mL, o
 - 1 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.2 y se enrasó a 100 mL, o
 - 3 mL de HNO₃ (3.2) si se usó el Método de digestión 3.3 y se enrasó a 100 mL.

Nota 1

En la determinación de Fe extraíble con 1,10-fenantrolina (Método 4.2), solamente enrasar con agua.

- Agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene 0,0-0,5-1,0-2,0-5,0-10,0 mg/L de Fe.

4 Procedimiento

- 4.1 En los filtrados de la muestra, de los blancos y de la muestra de referencia y usando un EAA (2.1) con llama de aire-acetileno y calibrado con la serie de estándares de Fe (3.5), leer la concentración de Fe a 248,3 nm.

5 Cálculos

- 5.1. Calcular la concentración de Fe en la muestra, en mg/kg, según:

$$\text{Fe(mg/kg)} = \frac{(a - b) \times V}{m}$$

donde:

- a = mg/L de Fe en el filtrado de la muestra
- b = mg/L promedio de Fe en los filtrados de los blancos
- V = volumen final en mL de filtrado
- m = masa en g de muestra

- 5.2 En el caso de la extracción con 1,10-fenantrolina (Método 4.2), calcular la concentración de Fe en mg/kg en base a muestra seca a 70°C±5°C, según:

$$\text{Fe(mg/kg)} = \frac{(a - b) \times V \times 100}{m \times (100 - \text{agua})}$$

donde:

- a = mg/L de Fe en el filtrado de la muestra
- b = mg/L promedio de Fe en los filtrados de los blancos
- V = volumen en mL de solución de 1,10-fenantrolina agregada
- m = masa en g de tejido vegetal fresco
- agua = contenido de agua en % calculado en el Método 4.2, punto 5.1

6 Informes

6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, en mg/kg sin decimales, como:
Hierro total = ... mg/kg de Fe

6.2 Informar el resultado obtenido en 5.2, en mg/kg sin decimales, como:
"Hierro activo" = ... mg/kg de Fe

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de Fe total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.9.1-1

Cuadro 5.9.1-1. Repetibilidad* de la determinación de Fe total

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	22	20	23	20	22
N° de resultados aceptados	44	40	46	40	44
Media (mg/kg)	223	285	291	417	418
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	12	18	5	13	24
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	5,2	6,2	1,6	3,0	5,8
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	33	49	13	35	68

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

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de Fe total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.9.1-2

Cuadro 5.9.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de Fe total

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	39	44	61	46	82	20	39	43	23	40	68	40
N° de resultados no aceptados	2	0	1	0	3	0	0	0	0	0	0	0
Media (mg/kg)	197	223	269	275	288	298	309	336	342	381	416	417
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	22	56	48	35	27	38	53	58	62	70	77	54
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	11	25	18	13	9	13	17	17	18	18	19	13
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	61	156	135	97	76	105	149	162	173	195	216	151

* 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 of Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA, 300 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 Neaman, A. and L. Aguirre, 2007. Comparison of different methods for diagnosis of iron deficiency in avocado. Journal of Plant Nutrition, 30: 1-13.
- 9.5 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academia Publishers, 179 p.

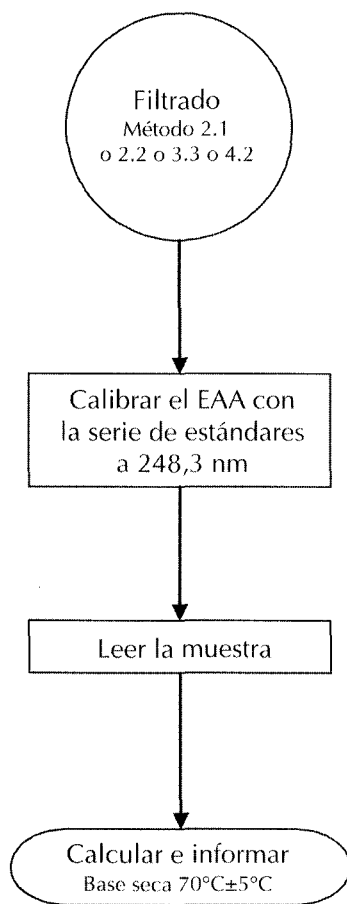


Figura 5.9.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.9.1.

5 DETERMINACIONES

5.10 MAGNESIO

5.10.1 EAA con llama de aire – acetileno por aspiración directa

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de calcinación 2.1 o 2.2 o del método de digestión 3.1 o 3.2 o 3.3, se determina la concentración de Mg por espectrofotometría de absorción atómica (EAA) con llama de aire-acetileno por aspiración directa.
- 1.2 Las interferencias de P y Al se minimizan agregando 1 g/L de lantano.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
 - Lámpara: magnesio,
 - Longitud de onda: 285,2 nm,
 - Combustible: acetileno,
 - Oxidante: aire,
 - Corrección de fondo: se requiere.

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 Ácido clorhídrico, HCl, 37%, 12 mol/L, $d=1,19$ kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO₃, 65%, 14 mol/L, $d=1,39$ kg/L.
- 3.3 Ácido sulfúrico, H₂SO₄, 96%, 18 mol/L, $d=1,84$ kg/L.
- 3.4 Solución de lantano, 1 g/L de La.
Disolver 3,12 g de nitrato de lantano hexahidrato, La(NO₃)₃·6H₂O, en agua en un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua.
- 3.5 Solución estándar de magnesio, 1000 mg/L de Mg.
Disponible en el comercio.
- 3.6 Serie de estándares de magnesio.
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
 - Alrededor de 40 mL de agua,
 - 0-0,5-1-2-5-10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Mg (3.5),

- Alternativamente, según el método usado para la mineralización:
 - 3 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 50 mL, o
 - 2 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 100 mL, o
 - 1 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.2 y se enrasó a 100 mL, o
 - 4,5 mL de H₂SO₄ (3.3) si se usó el Método de digestión 3.1 o 3.2 y se enrasó a 50 mL, o
 - 3 mL de HNO₃ (3.2) si se usó el Método de digestión 3.3 y se enrasó a 100 mL.
- Agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene 0-5-10-20-50-100 mg/L de Mg.

4 Procedimiento

- 4.1 Tomar una alícuota de 1 mL de la serie de estándares (3.6) y de los filtrados de la muestra, de los blancos y de la muestra de referencia.
- 4.2 Agregar 19 mL de solución de lantano (3.4) y mezclar.
- 4.3 Calibrar el espectrofotómetro (2.1) y leer la concentración de Mg a 285,2 nm.

5 Cálculos

- 5.1. Calcular la concentración de Mg en la muestra, en % o en g/kg, según:

$$\text{Mg (\%)} = \frac{(a - b) \times V}{m \times 10.000}$$

$$\text{Mg (g/kg)} = \frac{(a - b) \times V}{m \times 1000}$$

donde:

- a = mg/L de Mg en el filtrado de la muestra
- b = mg/L promedio de Mg en los filtrados de los blancos
- V = volumen final en mL de filtrado
- m = masa en g de muestra

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, en % con dos decimales o en g/kg con un decimal, como:

Magnesio total = % de Mg

o

Magnesio total = g/kg de Mg

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de Mg total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.10.1-1

Cuadro 5.10.1-1. Repetibilidad* de la determinación de Mg total

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	22	22	21	21	19
N° de resultados aceptados	44	44	40	42	38
Media (%)	0,165	0,319	0,363	0,395	0,499
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,005	0,006	0,005	0,012	0,010
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	3,3	2,0	1,4	3,1	2,1
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,015	0,018	0,014	0,034	0,029

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

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de Mg total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.10.1-2

Cuadro 5.10.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de Mg total

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	45	40	40	78	42	21	63	43	21	58	41	39
N° de resultados no aceptados	0	0	0	3	1	2	3	2	2	2	1	1
Media (%)	0,17	0,175	0,26	0,317	0,36	0,379	0,40	0,403	0,43	0,48	0,52	0,64
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,03	0,014	0,02	0,016	0,02	0,014	0,03	0,017	0,04	0,05	0,02	0,09
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	21	8	8	5	6	4	8	4	10	9	5	14
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	0,10	0,039	0,06	0,045	0,06	0,040	0,09	0,049	0,12	0,13	0,07	0,26

* 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 of Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA, 300 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 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.

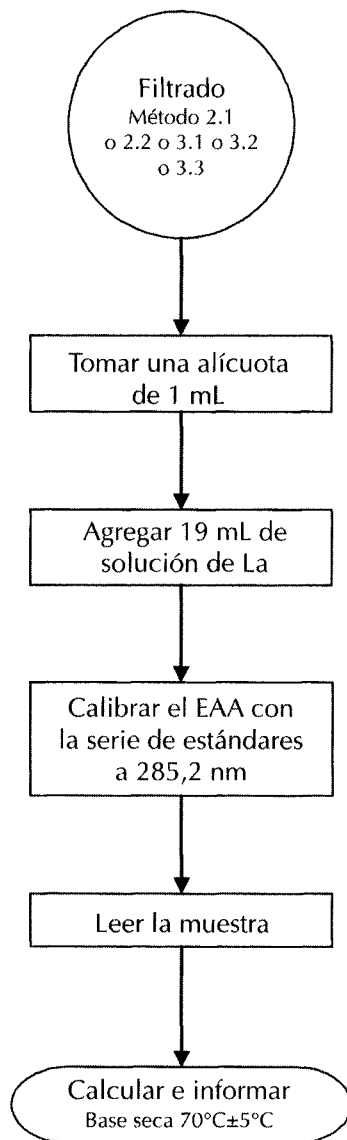


Figura 5.10.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.10.1.

5 DETERMINACIONES

5.11 MANGANESO

5.11.1 EAA con llama de aire – acetileno por aspiración directa

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de calcinación 2.1 o 2.2 o del método de digestión 3.1 o 3.2 o 3.3, se determina la concentración de Mn por espectrofotometría de absorción atómica (EAA) con llama de aire-acetileno por aspiración directa.
- 1.2 Las interferencias por condensación se pueden prevenir agregando 1,5 g/L de lantano.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
 - Lámpara: manganeso,
 - Longitud de onda: 279,5 nm,
 - Combustible: acetileno,
 - Oxidante: aire,
 - Corrección de fondo: se requiere.

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 Ácido clorhídrico, HCl, 37%, 12 mol/L, d=1,19 kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO₃, 65%, 14,3 mol/L, d=1,39 kg/L.
- 3.3 Ácido sulfúrico, H₂SO₄, 96%, 18 mol/L, d=1,84 kg/L.
- 3.4 Solución de lantano, 16,5 g/L de La.
Disolver 5 g de nitrato de lantano hexahidrato, La(NO₃)₃·6H₂O, en agua en un matraz aforado de 100 mL y enrasar con agua.
- 3.5 Solución estándar de manganeso, 1000 mg/L de Mn.
Disponible en el comercio.
- 3.6 Solución estándar de manganeso de 100 mg/L de Mn.
Diluir 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Mn (3.5) a 100 mL con agua.
- 3.7 Serie de estándares de manganeso.
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
 - Alrededor de 40 mL de agua,

- 0-1-2-3-4-5 mL de la solución estándar de 100 mg/L de Mn (3.6),
- Alternativamente, según el método usado en la mineralización:
 - 3 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 50 mL, o
 - 2 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 100 mL, o
 - 1 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.2 y se enrasó a 100 mL, o
 - 4,5 mL de H₂SO₄ (3.3) si se usó el Método de digestión 3.1 o 3.2 y se enrasó a 50 mL, o
 - 3 mL de HNO₃ (3.2) si se usó el Método de digestión 3.3 y se enrasó a 100 mL.
- Agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene 0-1-2-3-4-5 mg/L de Mn.

4 Procedimiento

- 4.1 Tomar una alícuota de 5 mL de la serie de estándares de Mn (3.7) y de los filtrados de la muestra, de los blancos y de la muestra de referencia.
- 4.2 Agregar 0,5 mL de la solución de La (3.4) y mezclar bien.
- 4.3 Calibrar el EAA (2.1) y leer la concentración de Mn a 279,5 nm.

5 Cálculos

- 5.1. Calcular la concentración de Mn en la muestra, en mg/kg, según:

$$\text{Mn (g/kg)} = \frac{(a - b) \times V}{m}$$

donde:

- a = mg/L de Mn en el filtrado de la muestra
- b = mg/L promedio de Mn en los filtrados de los blancos
- V = volumen final en mL de filtrado
- m = masa en g de muestra

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, en mg/kg sin decimales, como:
Manganeso total = ... mg/kg de Mn

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de Mn total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.11.1-1

Cuadro 5.11.1-1. Repetibilidad* de la determinación de Mn total

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	19	23	22	20	22
N° de resultados aceptados	36	42	44	38	40
Media (mg/kg)	103	104	120	150	1513
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	2	2	5	3	49
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	2,0	2,2	4,0	1,8	3,2
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	6	6	14	8	136

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

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de Mn total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.11.1-2

Cuadro 5.11.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de Mn total

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	22	43	39	78	57	67	38	39	43	21	35	41
N° de resultados no aceptados	1	0	1	7	3	1	6	2	3	1	6	4
Media (mg/kg)	41	66	75	104	107	124	130	150	185	193	1492	1513
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	4	6	8	5	9	11	6	7	8	12	161	299
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	11	9	11	5	9	9	4	5	4	6	11	20
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	12	16	23	14	26	30	15	20	23	35	452	838

* 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. Internacional Organization of Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA, 300 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 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.

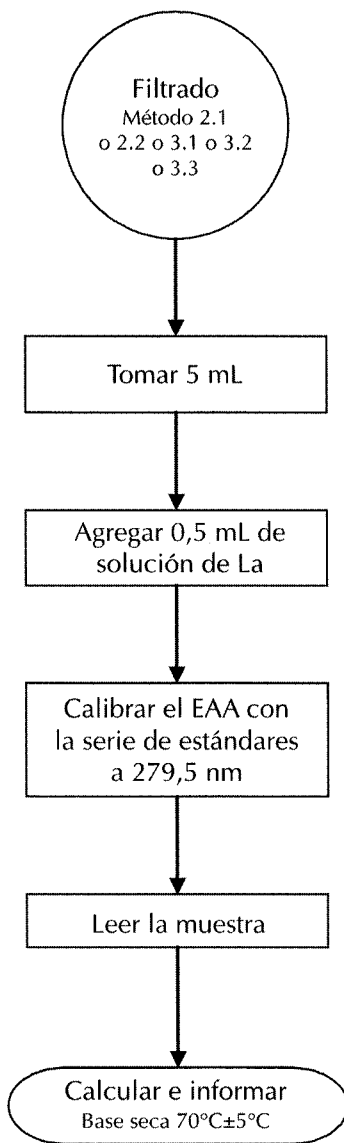


Figura 5.11.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.11.1.

5 DETERMINACIONES

5.12 NITRÓGENO

5.12.1 Nitrógeno total

5.12.1.1 Destilación y titulación manual

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del Método de digestión 3.1 o 3.2, se determina la concentración de N-NH₄ por destilación de NH₃ y titulación manual.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Destilador por arrastre de vapor.
2.2 Titulador automático (no indispensable).

3 Reactivos

- 3.1 Solución de hidróxido de sodio, NaOH, 400 g/L.
Disolver 2 kg de NaOH en pellets en aprox. 3 L de agua. Enfriar la solución con el frasco tapado para evitar la absorción de CO₂. Diluir a 5 L con agua recién hervida y enfriada. Mezclar bien y guardar protegido del CO₂ ambiental.
- 3.2 Indicador mezclado.
Disolver 0,165 g de rojo de metilo y 0,30 g de verde de bromocresol en 500 mL de etanol 96 %.
- 3.3 Solución de ácido bórico-indicador.
Disolver 20 g de ácido bórico, H₃BO₃, en aprox. 900 mL de agua caliente, enfriar y agregar 20 mL de indicador mezclado (3.2). Diluir a 1 L con agua y mezclar bien.
- 3.4 Solución estándar de nitrógeno, 0,01 mol/L de N-NH₄.
Disolver 0,6607 g de sulfato de amonio, (NH₄)₂SO₄, seco a 105°C, en alrededor de 400 mL de agua. Agregar 45 mL de H₂SO₄ 96%, enfriar y diluir con agua a 1000 mL.
- 3.5 Ácido clorhídrico estándar 0,010 mol/L.
Disponible en el comercio.

4 Procedimiento

- 4.1 Encender el destilador por arrastre de vapor hasta ebullición.
- 4.2 Transferir con una pipeta 10 mL de solución de ácido bórico-indicador (3.3) a un matraz erlenmeyer de 100-125 mL y colocarlo bajo el extremo del condensador.
- 4.3 Transferir cuantitativamente el contenido del tubo de digestión proveniente del punto 4.15 del Método 3.1 o del matraz proveniente del punto 4.11 del Método 3.2 (o una alícuota que contenga 0,1 a 3,0 mg de N-NH₄ del filtrado del punto 4.16 del Método 3.1 o del punto 4.12 del Método 3.2) al matraz del destilador.
- 4.4 Diluir el contenido de matraz a aproximadamente 50 mL con agua y conectar al sistema.
- 4.5 Agregar 30 mL de solución de hidróxido de sodio (3.1) al matraz de destilación, lavar con una pequeña cantidad de agua y cerrar la llave.
- 4.6 Destilar aproximadamente 75 mL o durante el tiempo óptimo para el sistema en uso.
- 4.7 Sacar el matraz del destilador, lavar con agua el extremo del condensador y titular el destilado con ácido clorhídrico estándar 0,01 mol/L (3.5) hasta que el color cambie de verde a rosado.

Nota 1

Puede usarse un titulador automático (2.2) fijando el punto final a pH 4,6 y omitiendo la adición de indicador mezclado a la solución de ácido bórico (3.3).

- 4.8 Verificar el procedimiento destilando alícuotas de la solución estándar de N-NH₄ (3.4).

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de N en la muestra, en %, según:

$$N (\%) = \frac{(a - b) \times M \times V \times 1,4}{m \times A}$$

donde:

- a = volumen, en mL, de HCl estándar gastado en la muestra
- b = volumen promedio, en mL, de HCl estándar gastado en los blancos
- M = concentración, en mol/L, del HCl estándar
- V = volumen final, en mL, del filtrado. (Método 3.1, punto 4.16 o Método 3.2, punto 4.12) (si corresponde)
- m = masa en g de la muestra (Método 3.1, punto 4.1 o Método 3.2, punto 4.1)
- A = alícuota, en mL, del filtrado (Método 3.1, punto 4.16 o Método 3.2, punto 4.12) (si corresponde)

- 5.2 Alternativamente, calcular la concentración de N en la muestra, en g/kg, según:

$$N (\text{g/kg}) = N (\%) \times 10$$

donde:

- N (%) = concentración de N calculada en 5.1

6 Informes

6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, en % con dos decimales, como:

Nitrógeno total = ... %

6.2 Alternativamente, informar el resultado obtenido en 5.2, en g/kg con un decimal, como:

Nitrógeno total = ... g/kg

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de N total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.12.1.1-1

Cuadro 5.12.1.1-1. Repetibilidad* de la determinación de N total

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	19	21	21	18	17
N° de resultados aceptados	36	40	40	36	34
Media (%)	1,58	1,87	2,09	2,40	2,46
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,16	0,02	0,02	0,07	0,03
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	10	1,1	1,0	2,9	1,2
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,45	0,06	0,06	0,19	0,08

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

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de N total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.12.1.1-2

Cuadro 5.12.1.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de N total

Muestra Nº	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Nº de resultados aceptados	35	33	39	76	41	43	50	52	23	35	18	36
Nº de resultados no aceptados	2	6	0	1	2	1	3	5	0	2	2	1
Media (%)	1,49	1,60	1,76	1,87	2,10	2,35	2,45	2,48	2,54	2,57	2,79	2,94
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,08	0,11	0,09	0,09	0,07	0,09	0,13	0,15	0,11	0,13	0,09	0,19
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	5	7	5	5	3	4	5	6	4	5	3	6
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	0,23	0,32	0,24	0,24	0,20	0,26	0,35	0,42	0,30	0,36	0,24	0,52

* 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 of Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA, 300 p.
- 9.3 Walinga, I., Van Der Lee, J.J., Houba, V.J.G., Van Vark, W. and Novozamsky, I. 1995. Plant analysis manual. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 253 p.

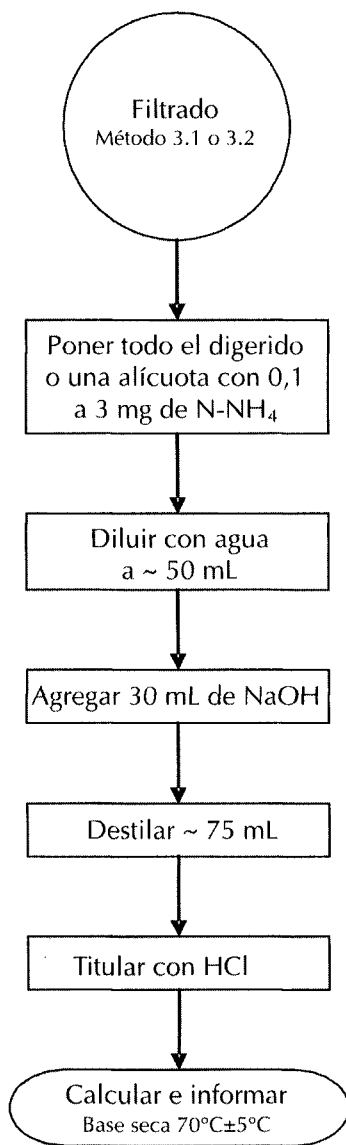


Figura 5.12.1.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.12.1.1.

5 DETERMINACIONES

5.12 NITRÓGENO

5.12.1 Nitrógeno total

5.12.1.2 Colorimetría

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del Método de digestión 3.1 o 3.2, se determina la concentración de N-NH_4 por colorimetría.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro visible con celdas de una longitud de paso de luz de 10 mm.
2.2 Agitador Vortex.

3 Reactivos

- 3.2 Solución de hidróxido de sodio, NaOH, 50%.
Disolver 100 g de NaOH en agua, enfriar y diluir a 200 mL.
- 3.3 Disodio hidrógeno fosfato.
- 3.3.1 Na_2HPO_4 .
- 3.3.2 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
- 3.3.3 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.
- 3.4 Solución tampón.
En un matraz aforado de 1000 mL agregar:
- alrededor de 600 mL de agua,
 - 14,2 g de Na_2HPO_4 (3.3.1) o 17,8 g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (3.3.2), o 35,8 g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (3.3.3) y disolver,
 - 50 g de tartrato de potasio y sodio, $\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, y disolver,
 - 108 g de solución de NaOH 50% (3.2) y mezclar,
 - agua hasta enrasar.
- 3.5 Solución de salicilato-nitroprusiato.
Disolver 150 g de salicilato de sodio, $\text{C}_7\text{H}_5\text{NaO}_3$, y 0,30 g de nitroprusiato de sodio, $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, en agua y diluir a 1 L. Almacenar en frasco oscuro.
- 3.6 Solución de hipoclorito de sodio.
Diluir 6 mL de solución de hipoclorito de sodio, NaClO, 5,25% a 100 mL con agua.

Preparar diariamente.

3.7 Ácido sulfúrico, H_2SO_4 , 98%, 18 mol/L, $d=1,84$ kg/L.

3.8 Solución para diluir.

3.8.1 Disolver 1,6 g de la mezcla catalítica usada en la digestión (Método 3.1, reactivo 3.1) en 4 mL de H_2SO_4 (3.7) y diluir con agua con precaución a 2 L.

Nota 2

Esta solución se usa cuando la muestra digerida proviene del Método 3.1.

3.8.2 Diluir 4 mL de la mezcla para digerir (Método 3.2, reactivo 3.1) con agua a 2 L.

Nota 3

Esta solución se usa cuando la muestra digerida proviene del Método 3.2.

3.9 Solución estándar de nitrógeno, 1000 mg/L de $N-NH_4$.

Disolver 4,715 g de sulfato de amonio, $(NH_4)_2SO_4$, seco a $105^\circ C$, en solución para diluir (3.8.1 o 3.8.2) en un matraz aforado de 1000 mL. Enrasar con la solución para diluir (3.8.1 o 3.8.2).

3.10 Solución estándar de nitrógeno, 100 mg/L de $N-NH_4$.

Diluir 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de $N-NH_4$ (3.9) a 100 mL con solución para diluir (3.8.1 o 3.8.2).

3.11 Serie de estándares de $N-NH_4$.

Diluir 0-1-2-3-4-5 mL de la solución estándar de 100 mg/L de $N-NH_4$ (3.10) a 100 mL con la solución para diluir (3.8.1 o 3.8.2).

Esta serie de estándares contiene 0-1-2-3-4-5 mg/L de $N-NH_4$.

4 Procedimiento

4.1 Diluir 50 veces el digerido y los blancos que ya están diluido a 50 mL (Método 3.1, punto 4.16 o Método 3.2, punto 4.12) tomando 1 mL en un matraz aforado de 50 mL y enrasando con agua.

4.2 Transferir 1 mL de estas diluciones y de la serie de estándares de $N-NH_4$ (3.11) a tubos de ensayo.

4.3 Agregar 5,5 mL de la solución tampón (3.4) y mezclar sobre el agitador vortex (2.2).

4.4 Agregar 4 mL de solución de salicilato-nitroprusiato (3.5) y mezclar.

4.5 Agregar 2 mL de solución de hipoclorito de sodio (3.6) y mezclar.

4.6 Dejar reposar durante 45 min. a $25^\circ C$ o 15 min. A $37^\circ C$.

4.7 Leer la absorbancia a 650 nm antes de dos horas.

Nota 4

Agitar cada tubo sobre el agitador Vortex inmediatamente antes de leer.

5 Cálculos

5.1. Dibujar una curva de calibración con las absorbancias y las concentraciones de $N-NH_4$ de la serie de estándares (3.11) y calcular la ecuación de regresión de mejor ajuste.

Nota 5

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

- 5.2. Calcular las concentraciones de N en los filtrados diluidos de la muestra y de los blancos por resolución de la ecuación de regresión.
- 5.3. Calcular la concentración de N en la muestra, en % o en g/kg, según:

$$N (\%) = \frac{(a - b) \times 0,25}{m}$$

$$N (g/kg) = \frac{(a - b) \times 2,5}{m}$$

donde:

- a = mg/L de N-NH₄ en el digerido diluido de la muestra
b = mg/L promedio de N-NH₄ en los digeridos diluidos de los blancos
m = masa en g de la muestra (Método 3.1, punto 4.1 o Método 3.2, punto 4.1)

6 Informes

- 6.1 Informar la concentración de N en % con dos decimales o en g/kg con un decimal, como:
- Nitrógeno total = ... % de N
o
Nitrógeno total = ... g/kg de N

7 Repetibilidad

- 7.1 No se dispone de información.

8 Reproducibilidad

- 7.1 No se dispone de información.

9 Bibliografía

- 9.1 Baethgen, W.E. and Alley, M.M. 1989. A manual colorimetric procedure for measuring ammonium nitrogen in soil and plant Kjeldahl digests. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 20(9&10):961-969.
- 9.2 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. *Plant analysis procedures*. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.
- 9.3 Walinga, I., Van Der Lee, J.J., Houba, V.J.G., Van Vark, W. and Novozamsky, I. 1995. *Plant analysis manual*. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 253 p.

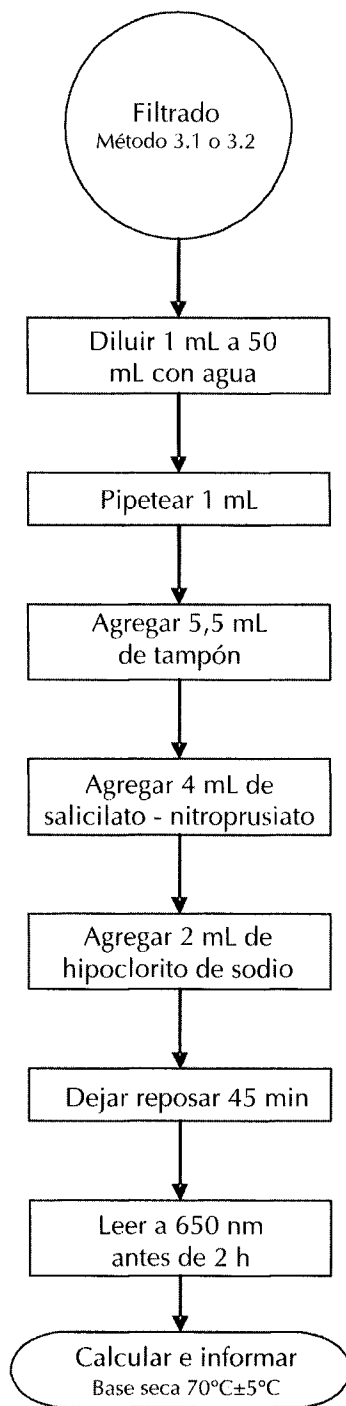


Figura 5.12.1.1-2. Diagrama de flujo del Método 5.12.1.2.

5 DETERMINACIONES

5.12 NITRÓGENO

5.12.2 Nitrógeno-nitrato

5.12.2.1 Electrodo selectivo de ión nitrato

1 Principio

- 1.1 En el filtrado del método de extracción con agua (4.1) se determina la concentración de N-NO_3 con un electrodo selectivo de ión nitrato.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Agitador recíproco.
- 2.2 Papel filtro de tamaño de poro $\leq 3 \mu\text{m}$.
- 2.3 Medidor de pH/mV con una precisión de al menos 0,1 mV.
- 2.4 Electrodo: indicador selectivo de ión nitrato y de referencia de $\text{Hg/Hg}_2\text{SO}_4$ con K_2SO_4 saturado.

Nota 1

En la práctica, puede usarse un electrodo común de calomelano siempre que la liberación de cloruro sea mínima.

- 2.5 Agitador magnético con varillas magnéticas forradas con teflón.

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 Solución de hidróxido de sodio, NaOH , 0,1 mol/L.

Disolver 1 g de NaOH en agua y diluir a 250 mL.

- 3.2 Solución para el ajuste de la fuerza iónica.

A un matraz aforado de 1000 mL agregar:

- alrededor de 800 mL de agua,
- 13,3 g de sulfato de aluminio, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, y disolver,
- 3,12 g de sulfato de plata, Ag_2SO_4 , y disolver,
- 1,24 g de ácido bórico, H_3BO_3 , y disolver,
- 1,9 g de ácido amidosulfúrico, NH_2HSO_3 y disolver,
- solución de NaOH 0,1 mol/L (3.1) hasta pH 3,0,
- agua hasta enrasar

Esta solución contiene $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,02 mol/L, Ag_2SO_4 0,01 mol/L, H_3BO_3 0,02 mol/L y NH_2HSO_3 0,02 mol/L. Almacenar en la oscuridad.

3.3 Solución estándar de 500 mg/L de N- NO_3 .

Disolver 3,611 g de nitrato de potasio, KNO_3 , secado a 105°C por 24 h, en agua y diluir a 1000 mL.

Nota 2

Si se agregan 2 mL/L de tetracloruro de carbono, CHCl_3 , esta solución es estable por 6 meses.

3.4 Serie de soluciones estándares de 0-250 mg/L de N- NO_3 .

A siete matraces aforados de 50 mL agregar:

- 0-0,1-0,5-2,0-5,0-10,0-25,0 mL solución estándar de 500 mg/L de N- NO_3 (3.3),
- agua hasta enrasar.

Esta serie contiene 0-1-5-20-50-100-250 mg/L de N- NO_3 .

4 Procedimiento

4.1 Tomar una alícuota de 10 mL de filtrado de la muestra, de los blancos, de la muestra de referencia y de la serie de estándares (3.4).

4.2 Agregar 10 mL de la solución para el ajuste de la fuerza iónica (3.2)

4.3 Agregar un magneto y agitar suavemente.

4.5 Introducir los electrodos (2.4) y leer el potencial en el medidor de pH/mV (2.3) una vez que la lectura se estabilice (después de alrededor de 1 min).

Nota 3

Todas las determinaciones deben realizarse a temperatura constante.

Verificar la curva de calibración (5.1) cada tres muestras usando una solución estándar de N- NO_3 de concentración cercana a la de las muestras.

5 Cálculos

5.1 Dibujar una curva de calibración en un gráfico semilogarítmico, con las concentraciones de N- NO_3 de la serie de estándares (3.4) en el eje X logarítmico y el potencial medido en mV en el eje Y lineal.

5.2 Calcular la ecuación de regresión.

Nota 4

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

5.3 Calcular las concentraciones de N- NO_3 en el extracto de la muestra y en los blancos por resolución de la ecuación de regresión.

5.4 Calcular la concentración de N- NO_3 en la muestra, en mmol/kg o mg/kg, según:

$$\text{N} - \text{NO}_3 \text{ (mmol/kg)} = \frac{(a - b) \times V}{m \times 14}$$

$$\text{N} - \text{NO}_3 \text{ (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times V}{m}$$

donde:

a = mg/L de N-NO₃ en el filtrado de la muestra

b = mg/L promedio de N-NO₃ en los filtrados de los blancos

V = volumen, en mL, de agua usada en la extracción (4.1)

m = masa, en g, de la muestra usada en la extracción (4.1)

6 Informes

6.1 Informar los resultados de N-NO₃ en mmol/kg con dos cifras significativas o en mg/kg sin decimales, como:

Nitrato = ... mmol/kg de N-NO₃

o

Nitrato = ... mg/kg de N-NO₃

7 Repetibilidad

7.1 No se dispone de información.

8 Reproducibilidad

8.1 No se dispone de información.

9 Bibliografía

- 9.1 Franson, M.A.H. (Ed) 1998. Standard methods for the examination of water and wastewater. 20th Edition. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation, Washington D.C., USA, p. 4-116.
- 9.2 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA, 300 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.

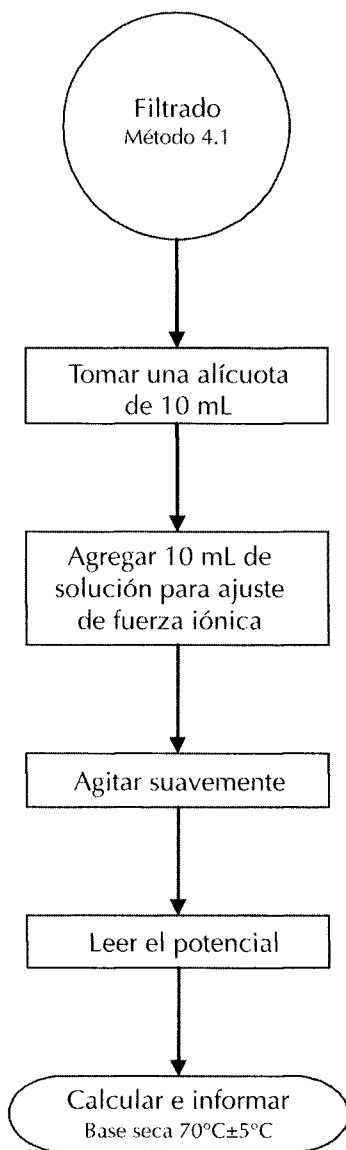


Figura 5.12.2.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.12.2.2.

5 DETERMINACIONES

5.13 POTASIO

5.13.1 EEA con llama de aire – acetileno por aspiración directa

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de calcinación 2.1 o 2.2 o del método de digestión 3.1 o 3.2 o 3.3, se determina la concentración de K por espectrofotometría de emisión atómica (EEA) con llama de aire-acetileno por aspiración directa.
- 1.2 Las interferencias de ionización del potasio se minimizan agregando 1 g/L de lantano.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
 - Modo emisión,
 - Longitud de onda: 766,5 nm,
 - Combustible: acetileno,
 - Oxidante: aire,
 - Corrección de fondo: no se requiere.

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 Ácido clorhídrico, HCl, 37%, 12 mol/L, $d=1,19$ kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO₃, 65%, 14 mol/L, $d=1,39$ kg/L.
- 3.3 Ácido sulfúrico, H₂SO₄, 96%, 18 mol/L, $d=1,84$ kg/L.
- 3.4 Solución de lantano, 1,1 g/L de La.
Disolver 3,43 g de nitrato de lantano hexahidrato, La(NO₃)₃.6H₂O, en agua y diluir a 1000 mL.
- 3.5 Solución estándar de potasio, 1000 mg/L de K.
Disponible en el comercio.
- 3.6 Serie de estándares de K.
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
 - Alrededor de 40 mL de agua,
 - 0-2-5-10-20-50 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de K (3.5),

- Alternativamente, según el método usado de mineralización:
 - 3 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 50 mL, o
 - 2 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 100 mL, o
 - 1 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.2 y se enrasó a 100 mL, o
 - 4,5 mL de H₂SO₄ (3.3) si se usó el Método de digestión 3.1 o 3.2 y se enrasó a 50 mL, o
 - 3 mL de HNO₃ (3.2) si se usó el Método de digestión 3.3 y se enrasó a 100 mL.
- Agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene 0-20-50-100-200-500 mg/L de K.

Nota 1

Si por las características del EAA (2.1) es necesario utilizar otros rangos de concentración para que las lecturas se sitúen en el rango de linealidad, proceder a efectuar las diluciones que sean necesarias, siguiendo como referencia la técnica descrita.

4 Procedimiento

- 4.1 Tomar una alícuota de 1 mL de la serie de estándares (3.6) y de los filtrados de la muestra, de los blancos y de la muestra de referencia.
- 4.2 Agregar 9 mL de solución de lantano (3.4) y mezclar.
- 4.3 Calibrar el espectrofotómetro (2.1) y medir la concentración de K por emisión a 766,5 nm.

5 Cálculos

- 5.1. Calcular la concentración de K en la muestra, en % o en g/kg, según:

$$K (\%) = \frac{(a - b) \times V}{m} \times 0,0001$$

$$K (g/kg) = \frac{(a - b) \times V}{m} \times 0,001$$

donde:

- a = mg/L de K en el filtrado de la muestra
- b = mg/L promedio de K en los filtrados de los blancos
- V = volumen final en mL de filtrado
- m = masa en g de muestra

6 Informes

6.1 Informar las concentraciones de K en % con dos decimales o en g/kg con un decimal como:

Potasio total = ... % de K

o

Potasio total = ... g/kg de K

7 Repetibilidad

7.1 La repetibilidad de los análisis de K total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.13.1-1

Cuadro 5.13.1-1. Repetibilidad* de la determinación de K total

Muestra Nº	1	2	3	4	5
Nº de laboratorios participantes	22	22	20	18	21
Nº de resultados aceptados	40	40	40	32	40
Media (%)	0,60	1,319	1,442	1,552	2,38
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,03	0,019	0,018	0,018	0,15
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	4,3	1,5	1,3	1,2	6,4
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,07	0,054	0,051	0,052	0,43

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

8 Reproducibilidad

8.1 La reproducibilidad de los análisis de K total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.13.1-2

Cuadro 5.13.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de K total

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	41	38	39	76	44	41	54	22	38	39	62	20
N° de resultados no aceptados	4	2	2	6	1	0	4	0	2	2	4	3
Media (%)	0,60	0,64	1,26	1,30	1,39	1,44	1,56	1,66	1,9	1,98	2,5	3,7
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,06	0,05	0,06	0,06	0,09	0,09	0,12	0,09	0,2	0,11	0,3	0,3
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	10	9	4	5	6	6	8	5	10	5	13	8
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	0,17	0,15	0,16	0,17	0,24	0,25	0,33	0,25	0,6	0,30	0,9	0,9

* 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. Internacional Organization of Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA, 300 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 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.
- 9.5 Walinga, I., Van Der Lee, J.J., Houba, V.J.G., Van Vark, W. and Novozamsky, I. 1995. Plant analysis manual. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 253 p.

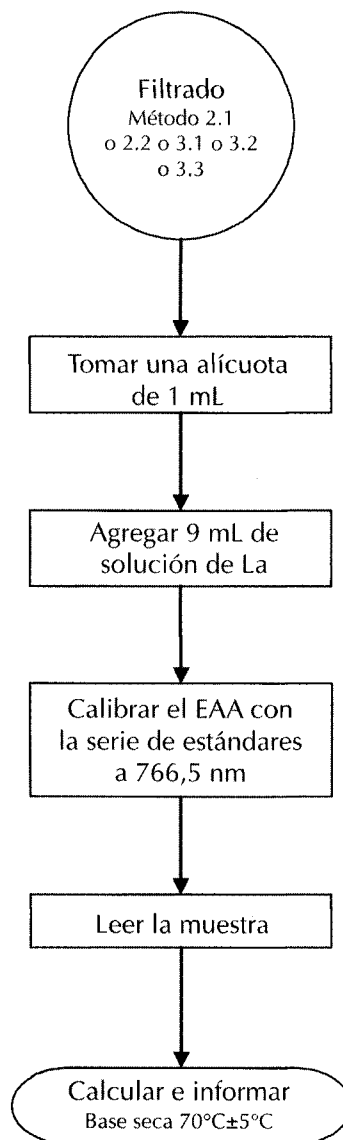


Figura 5.13.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.13.1.

5 DETERMINACIONES

5.14 SODIO

5.14.1 EEA con llama de aire – acetileno por aspiración directa

1 Principio

- 1.1 En el filtrado proveniente del método de calcinación 2.1 o 2.2 o del método de digestión 3.1 o 3.2 o 3.3, se determina la concentración de Na por espectrofotometría de emisión atómica (EEA) con llama de aire-acetileno por aspiración directa.
- 1.2 Las interferencias de ionización del sodio se minimizan agregando 1 g/L de lantano.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
 - Modo emisión,
 - Longitud de onda: 589,0 nm,
 - Combustible: acetileno,
 - Oxidante: aire,
 - Corrección de fondo: no se requiere.

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 Ácido clorhídrico, HCl, 37%, 12 mol/L, $d=1,19$ kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO₃, 65%, 14 mol/L, $d=1,39$ kg/L.
- 3.3 Ácido sulfúrico, H₂SO₄, 96%, 18 mol/L, $d=1,84$ kg/L.
- 3.4 Solución de lantano, 1,1 g/L de La.
Disolver 3,43 g de nitrato de lantano hexahidrato, La(NO₃)₃.6H₂O, en agua y diluir a 1000 mL.
- 3.5 Solución estándar de sodio, 1000 mg/L de Na.
Disponible en el comercio.
- 3.6 Serie de estándares de Na.
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
 - Alrededor de 40 mL de agua,
 - 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Na (3.5),

- Alternativamente, según el método usado para la mineralización:
 - 3 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 50 mL, o
 - 2 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.1 y se enrasó a 100 mL, o
 - 1 mL de HCl (3.1) si se usó el Método de calcinación 2.2 y se enrasó a 100 mL, o
 - 4,5 mL de H₂SO₄ (3.3) si se usó el Método de digestión 3.1 o 3.2 y se enrasó a 50 mL, o
 - 3 mL de HNO₃ (3.2) si se usó el Método de digestión 3.3 y se enrasó a 100 mL.
- Agua hasta enrasar.

Esta serie de estándares contiene 0-10-20-50-100-200 mg/L de Na.

Nota 1

Si por las características del EAA (2.1) es necesario utilizar otros rangos de concentración para que las lecturas se sitúen en el rango de linealidad, proceder a efectuar las diluciones que sean necesarias, siguiendo como referencia la técnica descrita.

4 Procedimiento

- 4.1 Tomar una alícuota de 1 mL de la serie de estándares (3.6) y de los filtrados de la muestra, de los blancos y de la muestra de referencia.
- 4.2 Agregar 9 mL de solución de lantano (3.4) y mezclar.
- 4.3 Calibrar el espectrofotómetro (2.1) y medir la concentración de Na por emisión a 589,0 nm.

5 Cálculos

- 5.1. Calcular la concentración de Na en la muestra, en mg/kg, según:

$$\text{Na (mgkg)} = \frac{(a - b) \times V}{m}$$

donde:

- a = mg/L de Na en el filtrado de la muestra
- b = mg/L promedio de Na en los filtrados de los blancos
- V = volumen final en mL de filtrado
- m = masa en g de muestra

6 Informes

- 6.1 Informar las concentraciones de Na en mg/kg sin decimales como:
Sodio total = ... mg/kg de Na

7 Repetibilidad

- 7.1 La repetibilidad de los análisis de Na total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.14.1-1

Cuadro 5.14.1-1. Repetibilidad* de la determinación de Na total

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	22	22	18	19	20
N° de resultados aceptados	44	44	34	36	40
Media (g/kg)	0,21	0,256	0,30	0,95	1,41
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,02	0,014	0,02	0,05	0,03
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	11	5,4	7,1	5,3	2,4
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,07	0,038	0,06	0,14	0,09

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

8 Reproducibilidad

- 8.1 La reproducibilidad de los análisis de Na total, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la CNA-SCCS, entre 2001 y 2005, se presenta en el Cuadro 5.14.1-2

Cuadro 5.14.1-2. Reproducibilidad* de la determinación de Na total

Muestra N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
N° de resultados aceptados	22	23	33	35	37	38	41	41	45	58	62	78
N° de resultados no aceptados	0	0	3	4	2	1	3	0	0	0	0	1
Media (g/kg)	0,63	0,11	0,23	0,44	0,26	0,26	0,52	1,41	0,2	0,26	0,8	0,26
Desviación estándar de la reproducibilidad = s_R	0,09	0,11	0,06	0,05	0,09	0,18	0,08	0,08	0,2	0,15	0,4	0,08
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	14	108	26	11	36	68	16	6	99	60	47	30
Límite de reproducibilidad $R = (2,8 \times s_R)$	0,26	0,32	0,17	0,13	0,26	0,49	0,23	0,22	0,6	0,43	1,1	0,22

* 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. Internacional Organization of Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 9.2 Kalra, Y.P. (Ed.) 1998. Handbook of reference methods for plant analysis. Soil and Plant Analysis Council, Inc. CRC Press, USA, 300 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 Temminghoff, J.M. and V.J.G. Houba. 2004. Plant analysis procedures. Second Edition. Kluwer Academic Publishers, 179 p.
- 9.5 Walinga, I., Van Der Lee, J.J., Houba, V.J.G., Van Vark, W. and Novozamsky, I. 1995. Plant analysis manual. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 253 p.

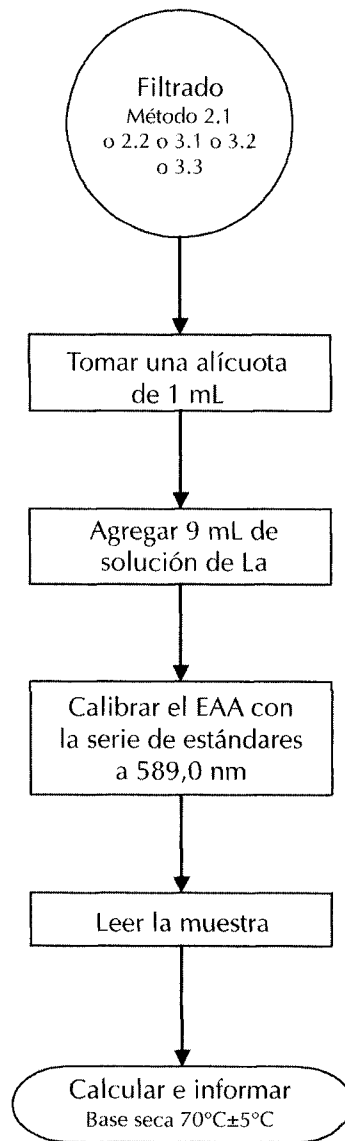


Figura 5.14.1-1. Diagrama de flujo del Método 5.14.1.