

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE NICARAGUA-LEON**



**FACULTAD DE CIENCIAS**

**DEPARTAMENTO DE QUIMICA**

**ESTUDIO FISICO-QUIMICOS Y APLICACION DEL METODO  
COMPLEJOMETRICO PARA LA DETERMINACION DE CALCIO Y  
MAGNESIO EN UNA MUESTRA DE SUELO**

**TESIS PARA OPTAR AL TITULO DE LICENCIADO EN QUIMICA**

**Presentado por:**

**Br. MILTON FELIX MORALES CRUZ**

**TUTORES: M.Sc. Manuel Santiago Pérez Pasos  
M.Sc. Zandra Lorena Jirón Aguilar  
Lic. Haylell Emilio Escoto López**

**León, Nicaragua**

**Agosto de 2007**

## **DEDICATORIA**

**Esta tesis es dedicada con mucho cariño a mis padres los que me han ayudado con gran sacrificio y han pagado todo mi estudio, quienes son y serán el motivo de toda mi inspiración, ánimo, valor y fuerza.**

**A mi mamita que la quiero con mucho cariño Sra. JUANA LEONARDA CRUZ MARTINEZ, y a mi papito Sr. MANUEL DE JESUS MORALES TELLEZ.**

**A ellos los que han compartido junto a mí los momentos más difíciles que me han ocurrido, sin duda ahora ellos comparten junto a mi la felicidad de haber concluido esta tesis.**

## **AGRADECIMIENTOS**

**A Dios nuestro Señor por haber llevado a feliz término mi carrera.**

**Agradezco de manera muy especial a mis Tutores y Maestros M.Sc. Manuel Santiago Pérez Pasos y la M.Sc. Zandra Lorena Jirón Aguilar, que son personas de gran capacidad y eficiencia, de quienes estoy muy agradecido por su valiosa ayuda sin la que no hubiera sido posible la buena conclusión de esta tesis.**

**De manera muy sincera agradezco, al Lic. Emilio Escoto López y a la Lic. Claudia Alvarado, por el apoyo de ambos concedida en el Laboratorio para la realización de esta tesis, así como por sus amistades.**

**Agradezco, al Lic. Fabio Pallavicini por su amistad y asesoría general.**

**Agradezco, al Máster Rafael Espinoza M. por su valiosa asesoría en los temas del análisis estadístico.**

**Agradezco de manera general a todos los profesores quienes a lo largo de mi carrera contribuyeron a forjarme. A mis compañeros de clase quienes me brindaron su amistad y me animaron siempre a seguir adelante.**

# INDICE

## Página

Resumen	1
Introducción	2
Objetivos	3
1. Marco Teórico	4
1.1 Nutrientes Esenciales para las Plantas	4
1.1.1 El pH y su Efecto en el Desarrollo de las Plantas	6
1.2 Calcio	8
1.2.1 Papel del Calcio en las Plantas	8
1.2.2 Síntomas de Deficiencia de Calcio en las Plantas	8
1.2.3 Calcio en el Suelo	9
1.2.4 Fuentes de Calcio	9
1.2.5 Ciclo del Calcio en la Naturaleza	10
1.3 Magnesio	11
1.3.1 Papel del Magnesio en las Plantas	11
1.3.2 Síntomas de la Deficiencia de Magnesio en las Plantas	11
1.3.3 Magnesio en el Suelo	12
1.3.4 Fuentes de Magnesio	13
1.3.5 Ciclo del Magnesio en la Naturaleza	14
1.4 Muestreo	15
1.5 Análisis Físico para una Muestra de Suelo	15
1.5.1 Contenido de Humedad	16
1.5.2 Densidad	16
1.5.3 Textura	16
1.6 Análisis Químico para una Muestra de Suelo	17
1.6.1 Medición de pH	18
1.6.2 Medición de la Conductividad Eléctrica	19
1.6.3 Preparación de las Muestras de Suelo	19
1.6.3.1 Acetato de Amonio Normal y Neutro como Solución Extractarte	19
1.6.4 Métodos de Análisis para las Determinaciones de Calcio y Magnesio	20

1.7	Principios del Método Complejométrico	20
1.7.1	Aspectos Generales de los Métodos Volumétricos	23
1.7.2	Puntos de Equivalencias y Puntos Finales de Titulación	23
1.8	Principios de las Mediciones Espectroscópicas de Absorción Atómica	27
1.8.1	Otros Tipos de Espectrometría Atómica	28
1.9	Criterios que Definen la Eficiencia de un Método	29
1.9.1	Criterios Primarios	29
1.9.2	Criterios Secundarios	29
1.10	Tratamiento Estadístico de los Resultados	30
1.10.1	Errores en el Análisis Cuantitativo	31
1.10.2	Errores Sistemáticos y Aleatorios en los Análisis Volumétricos	32
1.10.3	Media y Desviación Estándar	33
1.10.4	Límites de Confianza de la Media	33
1.10.5	La prueba de Levine's	34
1.10.6	La prueba T	34
2.	Parte Experimental	36
2.1	Cristalería, Materiales y Equipos	36
2.2	Preparación de las Soluciones	37
2.3	Reactivos	38
2.4	Limpieza de Cristalería	39
2.5	Muestreo	39
2.6	Análisis Físico para la Muestra de Suelo	40
2.6.1	Contenido de Humedad	40
2.6.2	Densidad	40
2.6.3	Textura	40
2.7	Análisis Químico para la Muestra de Suelo	42
2.7.1	Medición de pH	42
2.7.2	Medición de la Conductividad Eléctrica	42
2.7.3	Determinación de $\text{Ca}^{2+}$ y $\text{Mg}^{2+}$ por el Método Complejométrico	42
2.7.4	Método de Extracción con Acetato de Amonio Normal y Neutro	42
2.7.5	Titulación de Calcio por el Método Complejométrico	43

2.7.6	Diagrama Experimental para la Determinación de Calcio por el Método Complejométrico	44
2.7.7	Titulación de Calcio más Magnesio por el Método Complejométrico	45
2.7.8	Diagrama Experimental para la Determinación de Calcio más Magnesio por el Método Complejométrico	46
2.7.9	Determinación de Calcio y Magnesio por el Método de Espectrometría de Absorción Atómica	47
2.7.10	Diagrama Experimental para la Determinación de Calcio y Magnesio por el Método Espectrometría de Absorción Atómica	49
3.	Resultados	50
3.1	Análisis Físicos para la Muestra de Suelo	50
3.1.1	Humedad	50
3.1.2	Densidad	50
3.1.3	Textura	51
3.2	Análisis Químico para la Muestra de Suelo	53
3.2.1	Medición de pH	53
3.2.2	Medición de la Conductividad Eléctrica	53
3.2.3	Determinación de Calcio por el Método Complejométrico	54
3.2.3.1	Conversión de Unidades de meq Ca <sup>2+</sup> /100g suelo a mgCaO/100g suelo	55
3.2.4	Determinación de Calcio más Magnesio por el Método Complejométrico	57
3.2.4.1	Conversión de Unidades de meqMg <sup>2+</sup> /100g suelo a mgMgO/100g suelo	59
3.2.5	Determinación de Calcio y Magnesio por el Método Espectrometría de Absorción Atómica	61
3.2.5.1	Curva de Calibración para Calcio obtenida por el equipo PEAA-700	62
3.2.5.2	Curva de Calibración para Magnesio obtenida por el equipo PEAA-700	63

3.2.5.3 Conversión de Unidades $\text{mgCa}^{2+}/\text{L}$ a $\text{mgCaO}/100\text{g}$ suelo y de $\text{mgMg}^{2+}/\text{L}$ a $\text{mgMgO}/100\text{g}$ suelo	64
3.3 Comparación de los Métodos Analíticos Aplicados a la Determinación de Calcio en la Muestra de Análisis	66
3.4 Comparación de los Métodos Analíticos Aplicados a la Determinación de Magnesio en la Muestra de Análisis	69
4. Análisis de los Resultados	72
5. Conclusiones	73
6. Recomendaciones	74
7. Bibliografía	75
8. Glosario	77
9. Anexos	81

## RESUMEN

En el presente trabajo se empleó el Método de Titulación Complejométrico para la determinación de los cationes intercambiables  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$  contenidos en una muestra de suelo.

La metodología consiste en ligar selectivamente los cationes de  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$  disponibles en la solución de suelo. Para ello, se ejecutó primero su extracción con solución de Acetato Amonio 1M, pH 7.00 y luego se establecieron las condiciones óptimas, específicas para cada determinación. En el análisis de  $\text{Ca}^{2+}$  se empleó Murexida como indicador y para la cuantificación total de  $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$  se utilizó Negro Eriocromo T, para la formación de los complejos Murexida (EDTA-Ca) y NET (EDTA-Ca+Mg). En ambos casos se procedió a titular con solución de EDTA pero en diferentes condiciones de pH. Finalmente el contenido de  $\text{Mg}^{2+}$  presente en la muestra se determinó indirectamente.

Al mismo tiempo se llevaron a cabo ensayos cuantitativos de  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$  en un Espectrómetro de Absorción Atómica, bajo las mismas condiciones (tamaño de muestra, volumen de extractante agregado y tiempo de agitación), cuyos resultados fueron utilizados como datos de referencia.

Con las pruebas de Leven's y  $t$  del programa SPSS versión 14.0, se compararon estadísticamente los valores emitidos por ambos métodos y se demostró que no existe diferencia significativa entre los resultados.

También se realizaron algunos análisis complementarios (pH, Conductividad Eléctrica, Densidad Aparente, Textura, Humedad) que corroboran los resultados obtenidos por ambos métodos.

El muestreo se realizó en una parcela del Campus Agropecuario de la UNAN-León, con un área de aproximadamente 2 manzanas, en la cual se tomaron 10 submuestras, cada una de ellas a 30 cm de profundidad y luego de homogenizarlas se tomó la muestra compuesta para este estudio.



## INTRODUCCIÓN

El suelo se compone de minerales sólidos y disueltos en agua, gases, secreciones de organismos vivos y residuos de organismos muertos. La velocidad con la que ocurre el proceso de descomposición depende primordialmente del clima, la composición de la roca madre, la topografía, el tiempo y la actividad de las plantas, los animales y los microorganismos. A través de esta actividad, las sustancias regresan a un estado inorgánico original como minerales, gases, agua y continúan en el ciclo ecológico una vez más.

Las prácticas de cultivo sin control y sin conocimiento, ha sido subestimada por los sistemas de producción convencional y su efecto ha traído como consecuencia suelos pobres y enfermos que no son capaces de sostener un buen rendimiento por sí mismos. Por otro lado el descanso y la rotación son muy importantes para mantener la salud del suelo.

El Calcio y el Magnesio debido a su demanda por las plantas, son clasificados como Macronutrientes Secundarios y su falta o pérdida aumenta a medida que el agricultor los elimina continuamente al segar sus cosechas año tras año y no es capaz de reintegrarlos nuevamente al suelo. La relación de Ca:Mg disponibles debe ser mayor de 6 y he aquí la necesidad de realizar análisis fisicoquímicos para conocer su contenido y tomar las acciones pertinentes que ayuden a conservar su equilibrio en el suelo.

Así que para hacer mejor uso de este preciado recurso natural y establecer si existe en él la cantidad suficiente de nutrimentos como para producir una germinación normal de las semillas, un desarrollo adecuado de las plantas y una mayor producción, es fundamental realizar un análisis del suelo antes y después de cada cosecha, que prevenga no sólo la falta de fertilidad sino que incida positivamente en el progreso y desarrollo de las fincas de nuestra región las cuales limitan la productividad y el avance agropecuario.

En Nicaragua no hay registros de este estudio que sirva de referencia, por lo que se tomo como referencia la publicación realizada en Colombia por el Instituto Colombiano Agropecuario, ICA, sin tomar en cuenta que las condiciones de trabajo son diferentes.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

- Comprobar si el Método Complejométrico para la Determinación de Calcio y Magnesio es aplicable a extractos de suelo.

### **OBJETIVOS ESPECIFICOS**

- Aplicar el Método Complejométrico de Titulación con EDTA para las Determinaciones Cuantitativas de Calcio y Calcio más Magnesio, en una muestra de suelo.
- Aplicar el Método de Espectrometría de Absorción Atómica para las Determinaciones Cuantitativas de Calcio y Magnesio, en la misma muestra de suelo y utilizar estos resultados como de Referencia.
- Hacer uso de Pruebas Estadísticas para comparar los resultados obtenidos en las Determinaciones Cuantitativas de Calcio y Magnesio por ambos Métodos.
- Realizar análisis físico-químicos complementarios (pH, Conductividad Eléctrica, Densidad Aparente, Textura, Humedad) para caracterizar la muestra de suelo.

# 1. MARCO TEORICO

## 1.1 Nutrientes Esenciales para las Plantas

Las plantas para crecer necesitan de nutrientes en proporciones variables para completar su ciclo de vida y para su nutrición. En las plantas se han encontrado unos 50 elementos, pero sólo 16 han sido determinados como Esenciales y se pueden clasificar como:

**Macro Nutrientes Primarios:** Nitrógeno (N), Fósforo (P) y Potasio (K).

**Macro Nutrientes Secundarios:** Calcio (Ca), Magnesio (Mg) y Azufre (S).

**Micro Nutrientes:** Boro (B), Cobre (Cu), Cloro (Cl), Hierro (Fe), Manganeso (Mn), Molibdeno (Mo), Cinc (Zn), Níquel (Ni) y otros.

Para que un suelo produzca adecuadamente un cultivo debe abastecer a la planta de los nutrientes en cantidad necesaria y en un balance proporcional con los otros elementos. En los ambientes naturales las plantas se adaptan a las condiciones de nutrientes y las diversas formaciones vegetales tienen que ver con la disponibilidad de los mismos.

En cambio, en la agricultura moderna se deben emplear técnicas que aporten nutrientes para garantizar buenas cosechas. Las cosechas extraen nutrientes del suelo en forma variable según los cultivos.

Los nutrientes extraídos deben ser repuestos continuamente para evitar el empobrecimiento o la pérdida de la fertilidad.

Esta reposición se realiza mediante el aporte de abonos naturales (materia orgánica) como por ejemplo: guano y fertilizantes químicos, estos deben aplicarse según las necesidades de los cultivos, pues de otra manera surgen problemas de contaminación y degradación de los suelos.

Cada tipo de nutriente ejerce una función en la planta y su deficiencia es detectable, a veces a simple vista como lo describe la Tabla 1.

**Tabla 1. Función de Algunos Nutrientes para las Plantas.**

<b>Nitrógeno</b>	Da color verde oscuro a las plantas, y favorece el desarrollo vegetativo y la succulencia. Forma parte del protoplasma celular y constituye las proteínas, la clorofila, los nucleótidos, los alcaloides, las enzimas, las hormonas y las vitaminas. Es absorbido en forma de iones de Amonio y Nitrato. Interactúa con el Fósforo, Potasio y el Calcio.
<b>Fósforo</b>	Fomenta la formación de raíces, y estimula la floración y la formación de la semilla. Forma parte de la célula, de los nucleótidos, de las lecitinas y de las enzimas.
<b>Potasio</b>	Da resistencia a las enfermedades, a las heladas y a la falta de agua. Participa en la fotosíntesis, en la producción de carbohidratos (azúcar, almidón), en el desarrollo de tubérculos y raíces, en la síntesis y activación de proteínas.
<b>Calcio</b>	Es componente de la pared celular y juega un rol importante en la estructura, la permeabilidad de la membrana celular y en la selectividad de la absorción. Es importante, también, porque promueve la descomposición de la materia orgánica y neutraliza los ácidos, mejorando la estructura del suelo.
<b>Magnesio</b>	Es parte estructural de la clorofila. Las plantas con deficiencia manifiestan clorosis, o sea, amarillamiento de las hojas. Es activador de enzimas y favorece la formación de azúcares.
<b>Azufre</b>	Es parte de las proteínas y de las enzimas. Promueve la formación de nódulos en las raíces de las leguminosas.
<b>Boro</b>	Tiene función importante en la translocación de los azúcares y en el metabolismo de los carbohidratos.
<b>Cobre</b>	Participa en la regulación de la actividad respiratoria mediante la catálisis de las enzimas oxidantes y de reducción.
<b>Cloro</b>	Es activador de la producción de oxígeno en la fotosíntesis
<b>Hierro</b>	Participa en la fotosíntesis.
<b>Manganeso</b>	Cuando es deficiente, produce clorosis, porque está relacionado con los procesos de fotosíntesis.
<b>Molibdeno</b>	Está asociado al metabolismo del Nitrógeno.
<b>Cinc</b>	Participa en reacciones enzimáticas.

Calcio, Magnesio y Azufre se denominan Nutrientes Secundarios, pero esto no significa que sean secundarios en importancia para el crecimiento de las plantas. Estos elementos son tan importantes para la nutrición de las plantas como lo son los Nutrientes Primarios, a pesar de que las plantas los requieren en menores cantidades.

Las deficiencias de los Nutrientes Secundarios como: Calcio, Magnesio y Azufre pueden afectar el crecimiento de la planta tanto como lo hacen las deficiencias de los Nutrientes Primarios ó Esenciales tales como: Nitrógeno, Fósforo, Potasio.

La fase sólida de la gran mayoría de los suelos está constituida principalmente por sustancias inorgánicas de diferentes composiciones químicas. La Tabla 2 muestra una serie de rocas muy importantes conteniendo mezclas de diferente composición porcentual de los nutrientes Calcio y Magnesio en forma de CaO y MgO respectivamente.

**Tabla 2. Contenido Porcentual de Oxido de Ca y Oxido de Mg en Rocas.**

<b>Rocas</b>	<b>% CaO</b>	<b>% MgO</b>
Rocas ígneas ácidas	1.3	0.5
Rocas ígneas intermedias	6.5	3.8
Rocas ígneas básicas	11.1	8.1
Rocas ígneas ultrabásicas	3.5	34.0
Areniscas	4.0	1.5
Calizas	40.5	7.7
Lutitas	4.7	2.9

Como lo ilustra la Tabla 2, hay grandes diferencias entre las rocas listadas. Así será muy interesante saber cuál de ellas está presente cuando los suelos se derivan de materiales altos en Calcio y Magnesio, como las Rocas ígneas básicas y las Calizas, o cuando proceden de sustancias bajas en Calcio y Magnesio, como las Areniscas ó Rocas ígneas. (2)

### **1.1.1 El pH y su Efecto en el Desarrollo de las Plantas**

Los vegetales sólo pueden absorber a los minerales disueltos en la fracción líquida del suelo, y es importante saber que la variación del pH modifica el grado de solubilidad de los minerales. Por ejemplo, el Aluminio y el Manganeso son más solubles en el agua edáfica a un pH bajo y al ser absorbidos por las raíces a ciertas concentraciones ocurre una intoxicación.

Determinadas sales minerales que son esenciales para el crecimiento vegetal, como el Fosfato de Calcio, el que resulta ser menos soluble a un pH alto haciendo que esté menos disponible para las plantas. También el pH del suelo afecta al proceso de lixiviación de las sustancias nutritivas para las plantas.

Un suelo ácido tiene una capacidad menor de retención catiónica porque los iones Hidrógeno desplazan a los cationes como el de Potasio y el de Magnesio.

**Esquema 1. Grado de Absorción de algunos Nutrientes según la Escala pH.**



**En la escala pH se puede observar la forma en que el valor de pH facilita o limita la absorción de nutrientes a través de las raíces, las zonas más gruesas de las bandas indican mayor absorción. (3)**

## 1.2 Calcio

La corteza terrestre contiene aproximadamente 4.2% de Calcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ), el que ocupando el quinto lugar en la lista de los elementos más abundantes en la naturaleza, una fracción considerable de Calcio total se encuentra en forma intercambiable y otra, menos estudiada, está unida a la fracción en forma orgánica, el catión  $\text{Ca}^{2+}$  es el más importante de los Macro Nutrientes Secundarios en la solución de los suelos. El Calcio, es el catión principal en el complejo de cambio, en general los suelos de regiones húmedas contienen menos Calcio, que su roca madre, cuando el lavado es moderado, este catión no sale del perfil, sino que se encuentra acumulado como una capa de Carbonato de Calcio ( $\text{CaCO}_3$ ). El Calcio, presente en la solución del suelo varía entre 20 y 1500mg/L, en condiciones de clima templado, los valores más altos corresponden a los suelos de regiones áridas.

### 1.2.1 Papel del Calcio en las Plantas

El Calcio es absorbido por las plantas en forma del catión  $\text{Ca}^{2+}$ . Una vez dentro de la planta, el Calcio funciona en varias formas, incluyendo las siguientes:

- Estimula el desarrollo de las raíces y de las hojas.
- Forma compuestos que son parte de las paredes celulares. Esto fortalece la estructura de la planta.
- Ayuda a reducir el contenido de Nitrato ( $\text{NO}_3^-$ ) en la planta.
- Ayuda a activar varios sistemas de enzimas.
- Ayuda a neutralizar los ácidos orgánicos en la planta.
- Influye indirectamente en el rendimiento al reducir la acidez del suelo (Carbonato de Calcio). Esto reduce la solubilidad y toxicidad del Manganeso, Cobre y Aluminio.
- Influye indirectamente en el rendimiento al mejorar las condiciones de crecimiento de las raíces y estimula la actividad microbiana, la disponibilidad del Molibdeno y la absorción de otros nutrientes.
- Es requerido en grandes cantidades por las bacterias fijadoras de Nitrógeno.

### 1.2.2 Síntomas de la Deficiencia de Calcio en las Plantas

Un síntoma común de la deficiencia de Calcio es un pobre crecimiento de las raíces que con deficiencia de Calcio se tornan negras y se pudren. Las hojas jóvenes y otros tejidos nuevos desarrollan síntomas debido a que el Calcio no se desplaza dentro de la planta. Los tejidos nuevos

necesitan Calcio para la formación de sus paredes celulares, por lo tanto la deficiencia de Calcio causa que los filos de las hojas y que los puntos de crecimiento sean gelatinosos. En casos severos, los puntos de crecimiento mueren.

### 1.2.3 Calcio en el Suelo

La cantidad total de Calcio en el suelo fluctúa entre 0.1 hasta alrededor de 25%. Los suelos áridos y calcáreos contienen los niveles más altos de Calcio. Los suelos viejos de los trópicos contienen muy poco Calcio y tienen un valor de pH muy bajo. Los suelos arcillosos contienen más Calcio que los suelos arenosos, debido a que el Calcio existe como un catión, como  $\text{Ca}^{2+}$ , este nutriente al igual que los otros cationes está gobernado por los fenómenos del intercambio cationico, se mantiene adherido como  $\text{Ca}^{2+}$  y se torna intercambiable en la superficie de los coloides cargados negativamente.

### 1.2.4 Fuentes de Calcio

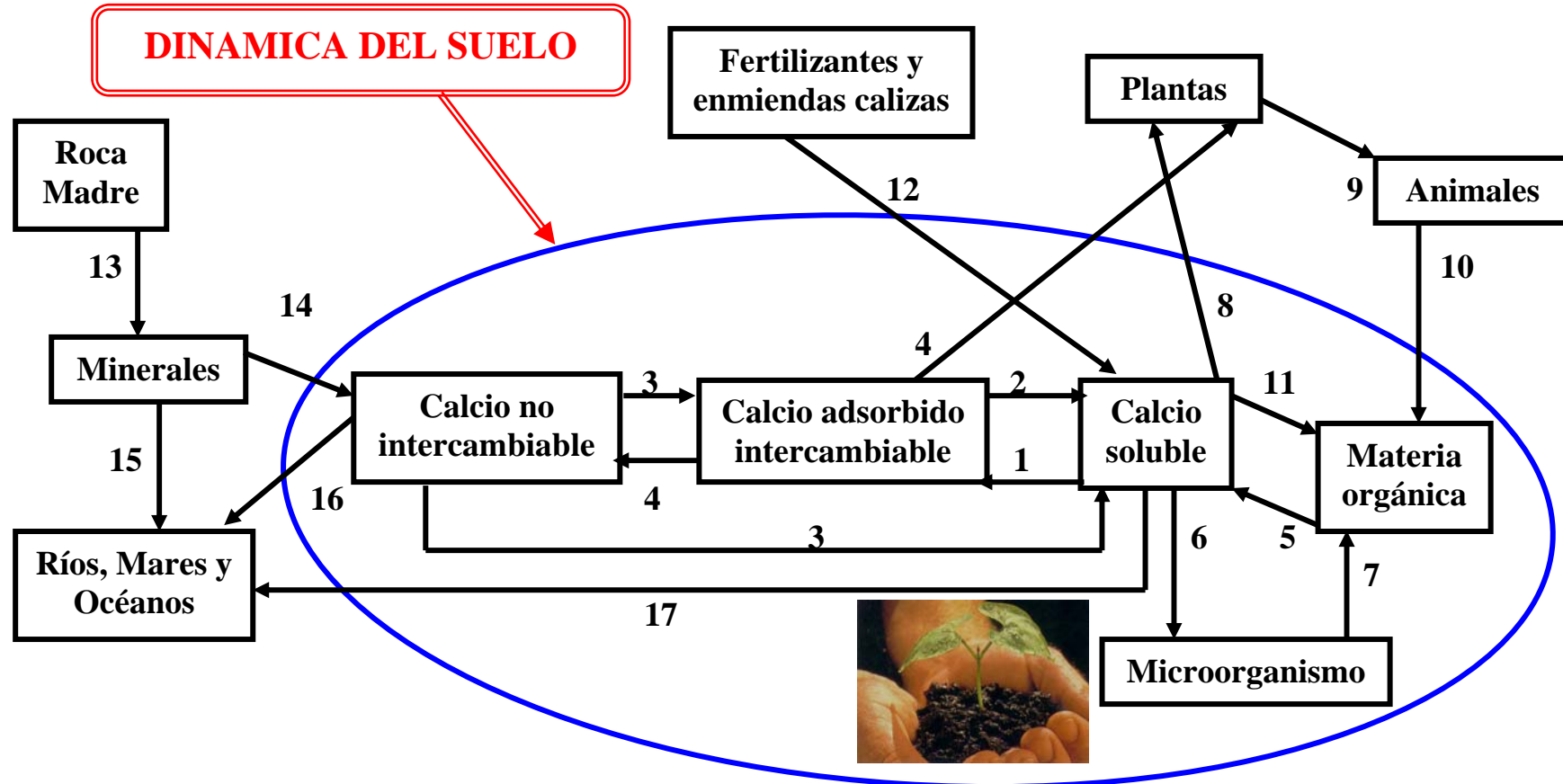
El Calcio puede ser suministrado por medio de varias fuentes naturales. Si se considera que la mayoría de los suelos que tienen deficiencia de Calcio son ácidos, un buen programa de encalado puede incrementar el contenido de este nutriente en el suelo de una manera más eficiente. La Calcita y la Dolomita son excelentes fuentes de Calcio. El Yeso puede también suministrar Calcio cuando el pH del suelo sea lo suficientemente alto como para no necesitar cal, pero que al mismo tiempo sea deficiente en Calcio (este caso no se presenta comúnmente). Se debe tener precaución cuando se usan fuentes de Calcio diferentes a la Calcita y a la Dolomita. El añadir grandes cantidades de Calcio y Magnesio a suelos con deficiencia de Potasio, o el añadir Calcio a suelos deficientes en Magnesio puede causar un desvalance nutricional y un pobre crecimiento del cultivo. Se deben suministrar todos los nutrientes necesarios para aliviar las condiciones nutricionales que limitan el crecimiento del cultivo. (2)

**Tabla 3. Fuentes Comunes de Calcio.**

Material	Composición Química	Contenido de Calcio (%)
Calcita	$\text{CaCO}_3$	32.00
Dolomita	$\text{Ca Mg}(\text{CO}_3)_2$	22.00
Escorias industriales	$\text{CaO-P}$	29.00
Yeso	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	22.00
Gredas	(Ca, Mg, P)	24.00
Cal hidratada	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	46.00
Cal apagada	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	60.00
<b>Comparado con Carbonato de Calcio 100% puro</b>		



### 1.2.5 Ciclo del Calcio en la Naturaleza



- |             |                  |                             |                 |                      |
|-------------|------------------|-----------------------------|-----------------|----------------------|
| 1 Adsorción | 2 Resorción      | 3 Degradación y Solubilidad | 4 Precipitación | 5 Mineralización     |
| 6 Síntesis  | 7 Restos         | 8 Absorción                 | 9 Alimentación  | 10 Restos y Residuos |
| 11 Restos   | 12 Fertilización | 13 Meteorización            | 14 Degradación  | 15 Arrastre          |

## 1.3 Magnesio

La corteza terrestre contiene aproximadamente 1.95% de Magnesio ( $Mg^{2+}$ ), ocupando el octavo ó noveno lugar en la lista de los elementos más abundantes en la naturaleza según diferentes autores, la mayor fracción del elemento se encuentra asociado con algunos minerales primarios como, la Auguita  $Ca(Mg,Fe,Al)(AlSi)_2O_6$ , y la Hornableda  $(Ca,Na,K)_{2-3}(Mg,Fe,Al_5)(Si,Al)_8O_{22}(OH)_2$  y con otros secundarios, como la Montmorillonita  $(Al,Fe^{2+},Mg)_4$ , entre los silicatos, se sabe que el Olivinito  $(Mg,Fe)_2SiO_4$ , la Biotita  $(K(Mg,Fe^{2+})_3(Si,Al)O_{10}(OH)_2)$ , los Piroxenos  $(Ca_2Mg_2Si_4O_{12})$  y los Anfíboles  $(Ca,Na,K)_{2-3}(Mg,Fe,Al_5)(Si,Al)_8O_{22}(OH)_2$  muestran contenidos altos de Magnesio, una proporción apreciable del Magnesio, en los suelos se encuentran en el complejo de cambio.

### 1.3.1 Papel del Magnesio en las Plantas

El Magnesio es absorbido por las plantas como catión  $Mg^{2+}$ . Una vez dentro de la planta, el  $Mg^{2+}$  cumple muchas funciones como:

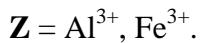
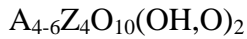
1. El Magnesio es el átomo central de la molécula de la clorofila, por lo tanto está involucrado activamente en la fotosíntesis.
2. El Magnesio y el Nitrógeno son los únicos nutrientes provenientes del suelo que son parte de la clorofila y por esta razón, la mayoría del Magnesio en las plantas se encuentra en este compuesto.
3. El Magnesio también interviene en el metabolismo del Fósforo, en la respiración y en la activación de muchos sistemas enzimáticos en las plantas.

### 1.3.2 Síntomas de la Deficiencia de Magnesio en las Plantas

Los síntomas de deficiencia de Magnesio aparecen primero en las hojas inferiores (hojas viejas), debido a que el Magnesio se desplaza dentro de la planta de tejido viejo a tejido joven. Las hojas presentan un color amarillento, bronceado o rojizo, mientras que las venas de las hojas se mantienen verdes. Un desvalance entre Calcio y Magnesio en los suelos de baja Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC) puede acentuar la deficiencia de Magnesio. Cuando la relación Ca: Mg es muy alta en estos suelos, las plantas absorben menos Magnesio, esto puede ocurrir cuando suelos relativamente bajos en Magnesio se encalan solamente con calcita por varios años consecutivos. La deficiencia de Magnesio también puede acentuarse con la aplicación de altas dosis de Potasio o por una alta disponibilidad de Amonio ( $NH_4^+$ ) en suelos con bajos niveles de Magnesio.

### 1.3.3 Magnesio en el Suelo

El  $Mg^{2+}$  nativo del suelo proviene de la meteorización de rocas que contienen minerales biotita, hornablenda  $(Ca, Na, K)_{2-3} (Mg, Fe, Al)_5 (Si, Al)_8 O_{22} (OH)_2$ , Dolomita  $CaMg(CO_3)$  y clorita (en griego "*chloros*" quiere decir verde), cuya fórmula general es:



Muchos suelos contienen suficiente Magnesio para soportar el crecimiento vegetativo, sin embargo, las deficiencias de Magnesio ocurren con más frecuencia en suelos ácidos sujetos a alta precipitación y en suelos arenosos. Las deficiencias también pueden desarrollarse en suelos calcáreos donde el agua de irrigación tiene contenidos altos de bicarbonatos o en suelos sódicos.

La relación entre Mg y K puede ser un factor importante bajo ciertas condiciones. Por ejemplo, el fertilizar con Potasio reduce la absorción de Magnesio de los forrajes que se utilizan en el pastoreo de ganado, lo que resulta en bajas cantidades de Magnesio en la sangre de los animales dando lugar al desorden conocido como "tetania de los pastos". La hipomagnesemia (tetania de los pastos, mal de los avenales) es un desorden metabólico de los rumiantes, que ocurre en regiones templadas, con clima frío y húmedo, en sistemas de producción que basan la alimentación del ganado en el pasto.

Los síntomas clínicos observados son: agresividad, marcha tambaleante, temblor muscular, convulsión y muerte. La deficiencia se produce por una combinación de factores: falta de aporte adecuado de magnesio al organismo, exceso de requerimientos y una baja capacidad de movilización de las reservas por parte del animal.

La baja temperatura y adecuada humedad en el suelo, en presencia de cantidades moderadas de Potasio, resultan en una alta absorción de este nutriente, en comparación con la absorción de Magnesio, lo que promueve la producción de forraje con tendencia a producir tetania.

### 1.3.4 Fuentes de Magnesio

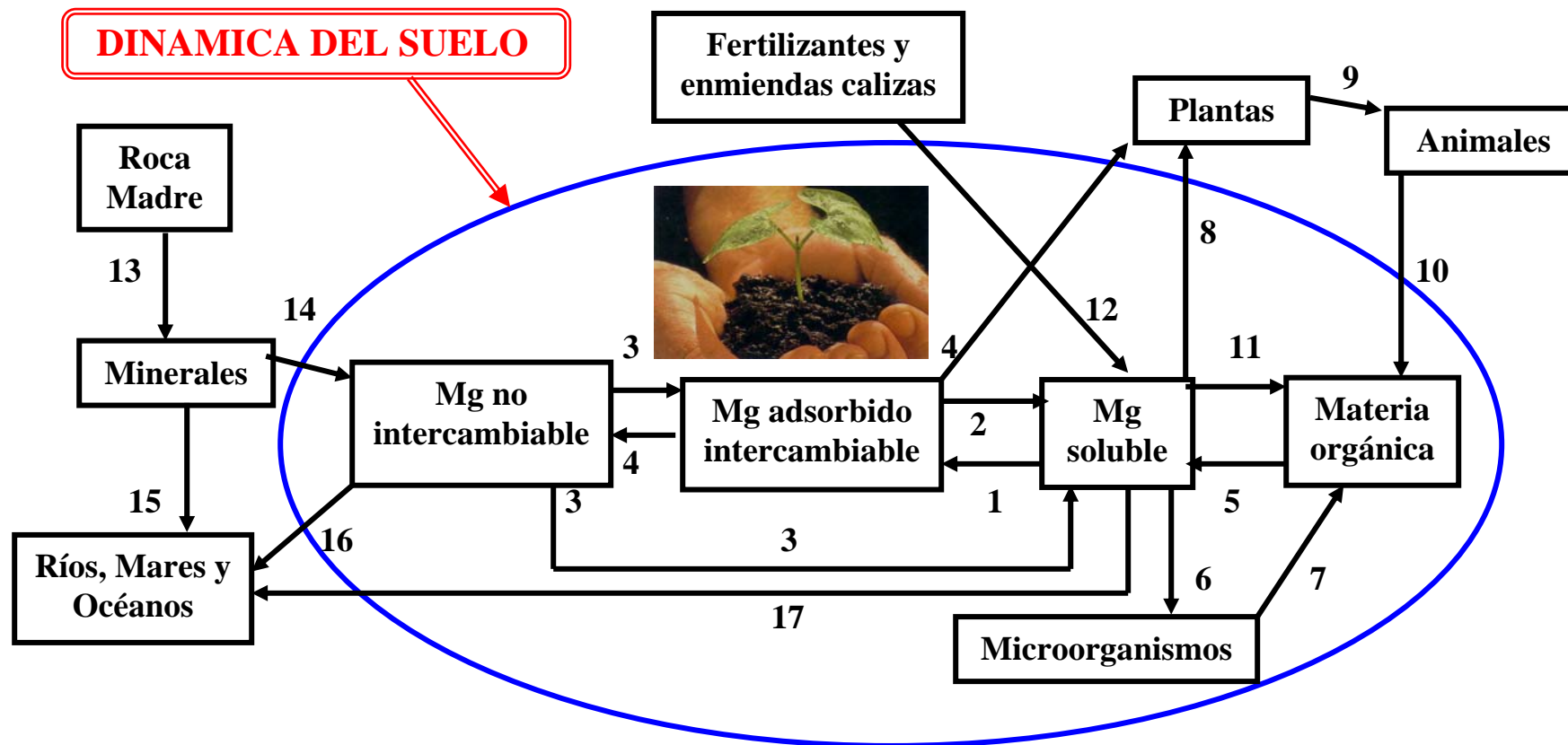
La fuente más común de Magnesio es la Dolomita, un excelente material que provee Calcio y Magnesio, al mismo tiempo que neutraliza la acidez del suelo. La Tabla 4, presenta las fuentes comunes con sus respectivos porcentajes de Magnesio.

Las fuentes que contienen sulfato son más solubles que la Dolomita y son la fuente preferida de Magnesio en aquellos suelos donde se requiere una respuesta rápida del cultivo.(2)

**Tabla 4. Fuentes Comunes de Magnesio.**

<b>Material</b>	<b>Símbolo</b>	<b>Contenido de Mg (%)</b>
Dolomita (Carbonato de Ca y Mg)	$\text{CaCO}_3\text{-MgCO}_3$	3-12
Oxido de Magnesio	$\text{MgO}$	55-60
Escorias básicas	$\text{SiO}_2$	3.00
Sulfato de Magnesio	$\text{MgSO}_4$	9-20
Sulfato de Potasio y Magnesio	$\text{MgSO}_4$ y $\text{K}_2\text{SO}_4$	11.00
Cloruro de Magnesio	$\text{MgCl}_2$	7.50
<b>Comparado con Carbonato de Magnesio 100% puro</b>		

### 1.3.5 Ciclo del Magnesio en la Naturaleza



- |             |                  |                                   |                 |                      |
|-------------|------------------|-----------------------------------|-----------------|----------------------|
| 1 Adsorción | 2 Desorción      | 3 Degradación y Solubilidad lenta | 4 Precipitación | 5 Mineralización     |
| 6 Síntesis  | 7 Restos         | 8 Absorción                       | 9 Alimentación  | 10 Restos y Residuos |
| 11 Restos   | 12 Fertilización | 13 Meteorización                  | 14 Degradación  | 15 Arrastre          |
| 16 Erosión  | 17 Lixiviación   |                                   |                 |                      |

## **1.4 Muestreo**

El tamaño de la superficie de un campo que deba ser representado por una sola muestra, queda determinado por el tamaño del área a la que el cultivador desee prestar atención por separado en sus operaciones de explotación agrícola. Generalmente, en las granjas más pequeñas se cultivan como unidades campo de 2 a 4 hectáreas, el número de muestras individuales comprende entre 10 y 30, las que se mezclan y depositan en un recipiente para que esta sea la unidad lógica para la toma de muestra, análisis, recomendaciones y tratamiento subsiguiente.

Cuando las granjas son mayores, las unidades de cultivo también lo son, con lo cual crecen las unidades de toma de muestra, con las limitaciones correspondientes a la determinación de áreas naturales de toma de muestra creadas por las diferencias de relieve, profundidad o textura del suelo. (4)

## **1.5 Análisis Físico para una Muestra de Suelo**

Las propiedades físicas son características del suelo que un agricultor puede ver o sentir, estas propiedades físicas pueden afectar principalmente el cómo se usan los suelos para el crecimiento de plantas ó para otras actividades.

Por ejemplo: ¿Está el suelo suelto para que las raíces puedan crecer fácilmente a través de él?, ¿Está la tierra apretada e impide el crecimiento de la raíz y la absorción de agua?, ¿Cómo suministra bien la tierra al agua, el aire y los nutrientes?. Un conocimiento de las propiedades físicas puede ayudar a contestar estas preguntas.

Los análisis físicos se realizan con el objetivo de conocer las características propias del suelo, los ensayos que se realizan son:

1. Contenido de Humedad.
2. Determinación de Textura (Método Universal).
3. Determinación de la Densidad del Suelo.

### **1.5.1 Contenido de Humedad**

La determinación del contenido de humedad es necesaria en casi todos los estudios de laboratorio para reportar varias propiedades físicas y químicas. Tradicionalmente se acostumbra expresarla como la relación entre la masa de agua presente en una muestra y la masa de muestra después de que se ha secado hasta peso constante, o como el volumen de agua presente en una unidad de volumen de muestra. Para la determinación de la humedad el agua debe ser removida y medida, o la masa de la muestra debe determinarse antes y después de removerla. Normalmente, se acostumbra por definición, secar la muestra hasta peso constante en un horno a temperatura entre 100 y 110 °C. El uso de volúmenes para determinar la humedad requiere de una determinación correcta de la densidad aparente por lo que se acostumbra hacerla en base a masa.

### **1.5.2 Densidad**

La densidad aparente ( $D_a$ ) del suelo es la relación de la masa al volumen macroscópico ocupado por las partículas del suelo más el espacio poroso. La masa se determina pesando la muestra desecada a 105 °C y el volumen de la muestra que se haya tomado en el campo.

### **1.5.3 Textura**

La propiedad fundamental de la tierra, la que más influencia tiene sobre otros rasgos del suelo, es la textura. La textura del suelo determina la porción de tres tamaños de partículas de suelo, estas son: arena (grande), limo (medio) y arcilla (pequeño). El tamaño de las partículas del suelo influencia la capacidad de retención de agua y a la aireación. Para efectuar la determinación de textura la muestra debe ser disgregada ya que el suelo presenta, casi siempre, un estado de agregación parcial de forma que varias partículas están cementadas entre sí formando otras de mayor diámetro.

Los principales agentes cementantes son la materia orgánica y los Óxidos de hierro y de aluminio. Una vez eliminados los agentes cementantes, las partículas de arcilla pueden flocular de nuevo durante el análisis a no ser que se sustituyan los cationes Calcio, Magnesio e Hidrógeno del complejo de cambio, por otros iones

monovalentes muy hidratados, para que los cristales de arcilla posean cargas negativas en sus planos y se repelan entre si.

Los cristales de arcilla, en el suelo, suelen encontrarse rotos y es posible que en el sitio de la rotura existan cargas positivas que se atraerían con los cristales negativos y flocularían, las cargas positivas de los bordes deben ser cambiadas a negativas para eliminar estas atracciones borde – a – cara y borde – a – borde.

Esto se logra con el Hidróxido de Sodio (NaOH) 1M. El Hidróxido de Sodio tiene dos objetivos: aumenta las cargas negativas en los planos e invierte las cargas negativas en los bordes. Así se obtienen partículas con fuerte carga negativa que se repelen mutuamente y permanecen totalmente dispersas en la suspensión. En suelos calizos el Hidróxido de Sodio, Hexametáfosfato Sódico, Carbonato Sódico y Oxalato Sódico son los reactivos apropiados, en suelos ácidos, con muchos iones hidrógeno en el complejo de cambio, es preferible el uso de Hidróxido Sódico. (5)

## **1.6 Análisis Químico para una Muestra de Suelo**

El análisis químico del suelo se hace sobre una muestra homogénea de suelo que represente un continuo de suelo de un terreno. Se toma aproximadamente de 1.0 a 2.0 kg. de muestra, se almacenan en bolsas apropiadas para enviar al laboratorio y se coloca una etiqueta con toda la información. Inmediatamente entra la muestra al laboratorio, se le asigna su respectivo número y comienza el proceso para las diferentes determinaciones.

### **a) Secado de las Muestras**

Cuando el suelo se procesa en base a peso es necesario secar la muestra para poder tomar la respectiva alícuota. Para tal efecto, la muestra se extiende sobre un papel limpio y seco en una capa delgada en un cuarto o estufa de secado, exento de toda clase de contaminación. Se deja secar por 72 horas. Se puede ayudar por medio de calor suave pero esto puede distorsionar los resultados analíticos.

### **b) Tamizado**



Con el fin de homogenizar las muestra una vez seca, la muestra se muele con un rodillo de madera y luego se pasa por un tamiz de 1-2 mm de diámetro. Posteriormente se empaca en bolsas plásticas y así queda lista para el análisis agroquímico. Las muestras Patrón se deben preparar de la misma forma para el Control de Calidad Analítico. Los análisis químicos más frecuentes son:

1. pH.
2. Conductividad.
3. Materia Orgánica, Carbón Total y Humus.
4. Humus.
5. Determinación de Nitrógeno.
6. Nitrógeno Total y Nitratos.
7. Determinación de Fósforo Disponible o Asimilable.
8. Determinación de los Cationes Cambiables Potasio (K), Calcio (Ca), Magnesio (Mg) y Sodio (Na).
9. Determinación de la Capacidad de Intercambio Catiónico (C.I.C.).
10. Determinación de Azufre.
11. Determinación de los Micronutrientes Boro (B), Cobre (Cu), Hierro (Fe), Manganeso (Mn), Molibdeno (Mo), Zinc (Z), Selenio (Se) disponible.
12. Determinación de Aluminio.
13. Determinación de Silicatos.

### **1.6.1 Medición de pH**

Medición de pH es también conocida como Reacción del Suelo y se refiere a las reacciones de acidez y basicidad del mismo; se trata de una propiedad que influye tanto en sus características químicas como físicas, además de tener considerable impacto sobre la vida microbiana de este medio. Entre los procesos de gran importancia regulados por la reacción del suelo se pueden indicar: la meteorización de minerales y la formación de arcillas, la descomposición de la materia orgánica y la disponibilidad mayor o menor de muchos nutrientes.

El exceso de nutrientes puede llevar a fenómenos de toxicidad en las plantas; las condiciones para que ocurran tales excesos pueden ser causadas por reacciones fuertemente ácidas de suelo. La acidez del suelo depende del contenido de hidrógeno

ionizable, de la presencia de Aluminio en diferentes formas dissociables y en grado menor, de los iones de Manganeso y Hierro, todos los anteriores en equilibrio con la solución del suelo donde ocurren variadas reacciones de hidrólisis. (6)

### **1.6.2 Medición de la Conductividad Eléctrica**

El agua es un conductor muy pobre de la electricidad, pero cuando tiene sales disueltas puede conducirla en proporción directa a la cantidad de sales presentes. Por esta razón la conductividad eléctrica del extracto de saturación es un indicador muy útil de la salinidad del suelo. Puesto que la mayoría de los extractos de suelo y aguas de riego tienen CE menores de 1mho/cm se usa entonces otra subunidad: el mmho/cm ó también el  $\mu\text{mho/cm}$  ( $1 \text{ mho/cm} = \text{mmho/cm} \times 10^3 = \mu\text{mho/cm} \times 10^6$ ) la cual permite expresar la CE de una manera más conveniente y práctica en la mayoría de los casos.

Actualmente, para estar de acuerdo con el Sistema Internacional de Unidades (SI), se ha adoptado como unidad para expresar la CE los decisiemens por metro (dS/m). Un mmho/cm es igual 1dS/m ( $1 \text{ S/m} = \text{mho/cm}$ ). La CE de las soluciones acuosas salinas aumenta a medida que aumenta la temperatura (aproximadamente 2% por cada °C); por lo cual es necesario hacer referencia a una temperatura patrón de 25 °C mediante factores de corrección. Algunos instrumentos automáticamente hacen la compensación por temperatura y dan una temperatura corregida. (6)

### **1.6.3 Preparación de las Muestras de Suelo**

El manejo de muestras de suelo en el laboratorio implica aplicar procedimientos para su desecación, molienda, tamizado, mezclado, partición y conservación. Se recomienda que cuando extractos de dos ó más muestras están siendo ensayadas bajo similares procedimiento se usan pipetas separadas para cada extracto de otra manera se producirán pruebas de falsos resultados, para cada muestra se etiquetan los frascos de la siguiente manera:

- Lugar de captación.
- Fecha.
- pH.

### **1.6.3.1 Acetato de Amonio Normal y Neutro como Solución Extractante**

Los cationes  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$  y  $\text{Na}^+$  conocidos como bases del suelo, representan especialmente en suelos no álicos ni excesivamente lavados, la fracción dominante del total de cationes adsorbidos por los coloides del suelo presentes en la solución del mismo.

Para fines de diagnóstico de fertilidad de suelos, la disponibilidad de estos cationes se determina extrayendo su fracción cambiante con una sal neutra. Prácticamente se ha Universalizado el uso del acetato de amonio normal y neutro para extraer la fracción disponible de estos elementos.

Según lo demuestra la literatura, (El Análisis de Suelos, Plantas y Agua para Riego, Manual de Asistencia Técnica No. 47, Bogotá-Colombia, Octubre 1989), el uso de esta solución ofrece un buen margen de seguridad y de eficiencia para el caso de suelos tropicales. El principio del método consiste en mezclar el suelo con una solución saturada de Acetato de Amonio con ayuda de agitación fuerte, el ión  $\text{NH}_4^+$  desplaza de las posiciones de intercambio a los cationes retenidos por las cargas negativas del complejo coloidal. Estos son posteriormente cuantificados en el extracto mediante Espectrometría de Adsorción Atómica ó de Emisión para los cuatro elementos en referencia y además por Complejometría para Ca y Mg. (7)

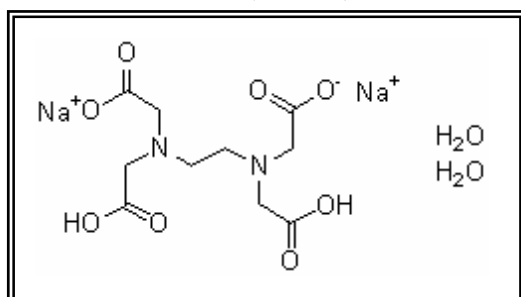
### **1.6.4 Métodos de Análisis para las Determinaciones de Calcio y Magnesio**

El Método de análisis para la determinación de Calcio y Magnesio por Titulación Complejométrica comprende un grupo grande y poderoso de procedimientos cuantitativos que se basan en las mediciones de la cantidad de un reactivo de concentración conocida que se consume por el analito. Los Métodos por Titulación se utilizan en muchos análisis de rutina porque son rápidos, convenientes, precisos y se pueden automatizarse fácilmente. En las Titulaciones Complejométricas la mayoría de los iones metálicos reaccionan con donadores de pares de electrones formando complejos ó compuestos de coordinación. La especie donadora, llamada ligando, debe tener disponible al menos un par de electrones no compartidos para formar el enlace.

## 1.7 Principios del Método Complejométrico

Algunas aminas terciarias que tienen grupos de ácido carboxílico forman complejos muy estables con una variedad de iones metálicos. Estos compuestos se conocen con el nombre de “**Complexonas o Vérsenos**”. La sal Sódica del Ácido Etilendiaminotetracético (EDTA), forma complejos que contiene grupos donadores de electrones capaces de formar estructuras estables en forma de anillos en los cuales las uniones del metal son covalentes o coordinadas covalentes.

**Figura 1. Estructura Química de la Sal Disódica Dihidratada del Ácido Etilendiaminotetracético (EDTA).**

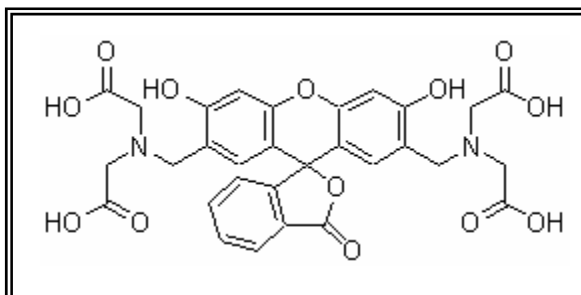


En la formación entre EDTA y un ión metálico se intercambian siempre dos iones de hidrógeno libre, los cuales se pueden valorar alcalimétricamente. Sobre estas reacciones se fundamentaron las primeras reacciones de algunos metales, especialmente las de Calcio y Magnesio. El punto final de una titulación EDTA-Ión Metálico se determina por medio de indicadores que son también agentes quelantes, los cuales reaccionan en forma diferente, en presencia o ausencia del metal. Los indicadores usados en Valoraciones Complejométricas deben reunir los siguientes requisitos:

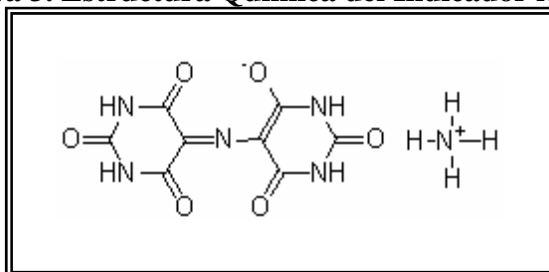
- El color de la reacción debe ser específico, sensitivo, selectivo y sujeto al menor número posible de interferencias.
- El contraste de color entre el indicador libre y el indicador metálico debe distinguirse fácilmente.
- La reacción debe ser rápida para permitir la fijación del punto final.
- El complejo metal-indicador debe ser suficientemente estable para producir un cambio brusco en el punto final, pero menos estable que el complejo metálico con EDTA.

Todos los requisitos anteriores deben cumplirse en el rango de pH para la titulación. Para la titulación de Calcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ), los indicadores más comúnmente usados son el Murexida y la Calceína.

**Figura 2. Estructura Química del Indicador Calceína.**



**Figura 3. Estructura Química del Indicador Murexida.**

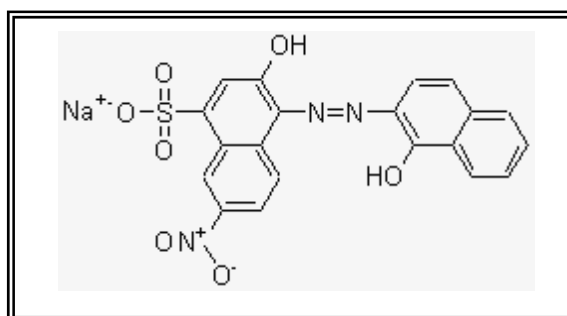


**Murexida ( $\text{H}_4\text{In}^-$ )**

<b>pK<sub>2</sub> = 9.2</b>	<b><math>\text{H}_3\text{In}^{-2}</math></b>	<b>Violeta</b>
<b>pK<sub>3</sub> = 10.9</b>	<b><math>\text{H}_2\text{In}^{-3}</math></b>	<b>Azul</b>

El pH óptimo para la titulación Calcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ) debe ser aproximadamente 12 y se obtiene con solución concentrada de NaOH. Para la titulación de Calcio más Magnesio se emplea el Indicador llamado Negro de Eriocromo T (NET).

**Figura 4. Estructura Química del Indicador Negro de Eriocromo T (NET).**



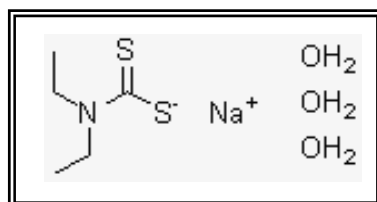
**NET ( $\text{H}_2\text{In}^-$ )**

**NET:  $\text{H}_3\text{In}$        $\text{H}_2\text{In}^-$  Rojo Vino**

$pK_2 = 6.3$             **HIn<sup>2-</sup>** Azul  
 $pK_3 = 11.6$         **In<sup>3-</sup>** Anaranjado

El pH requerido para la titulación Calcio más Magnesio, es entre 9 y 12 y se obtiene con solución buffer. Para el punto final de la titulación Calcio más Magnesio con el Indicador Negro Eriocromo T es necesario asegurar la presencia de Magnesio ( $Mg^{2+}$ ), por lo tanto, debe agregarse al EDTA una pequeña cantidad de Cloruro de Magnesio. Por otro lado, para eliminar interferencias en la titulación con EDTA causada por hierro y otros metales pesados se adiciona Ditiocarbamato de Sodio Trihidratado ( $C_5H_{10}NNaS_2 \cdot 3H_2O$ ), el cual forma un complejo con los metales pesados presentes en la muestra, este reactivo se debe adicionar antes de alcalinizar la solución y su concentración no debe ser mayor del 0.1%. (7), (8)

**Figura 5. Estructura Química de Ditiocarbamato de Sodio Trihidratado.**



### 1.7.1 Aspectos Generales de los Métodos Volumétricos

Una solución patrón (o titulante patrón) es un reactivo de concentración conocida con el que se lleva a cabo un análisis por titulación. La titulación se realiza añadiendo de una bureta, u otro artefacto automatizado que entrega líquido, una solución patrón a la solución del analito hasta que la reacción se complete. El volumen de reactivo requerido para completar la titulación se determina por diferencia entre las lecturas iniciales y finales. Durante una titulación, el punto de equivalencia se alcanza cuando la cantidad de titulante añadido es químicamente equivalente a la cantidad del analito en la muestra. A veces es necesario añadir un exceso de solución patrón y después valorar el exceso por retrotitulación, con un segundo reactivo patrón. En este caso, el punto de equivalencia corresponde al punto en el que la cantidad de titulante inicial es químicamente equivalente a la cantidad de analito más la cantidad del titulante añadido en la retrotitulación.

### 1.7.2 Puntos de Equivalencias y Puntos Finales de Titulación

El punto de equivalencia de una titulación es un valor teórico que no se puede determinar experimentalmente. Solo se puede estimar su posición observando algún cambio físico asociado a la condición de equivalencia. Este cambio se llama **Punto Final de la Titulación**. Nunca estará de más buscar que sea mínima la diferencia de volumen ó de masa entre el punto de equivalencia y el punto final, esta diferencia se corresponde con el error de titulación. En una titulación es muy común añadir un indicador a la solución del analito para obtener un cambio físico apreciable (el punto final) en ó cerca del punto de equivalencia, los cambios más grandes en la concentración relativa del analito o del titulante se dan, precisamente, en la zona del punto de equivalencia.

Estos cambios de concentración son los que hacen que cambie la forma química del indicador, siendo los más típicos la aparición ó desaparición de un color ó la aparición ó desaparición de turbidez. Para detectar los puntos finales también se utilizan instrumentos que responden a los cambios de ciertas propiedades de la solución durante una titulación. Los instrumentos más utilizados para este fin son los Colorímetros, Turbidímetros, Instrumentos que miden Temperaturas, Voltímetros, Amperímetros, Conductímetros y Potenciómetros. Un Patrón Primario es un compuesto de alta pureza que sirve de referencia en todos los Métodos Volumétricos y Gravimétricos. La exactitud de un método depende críticamente de las propiedades de este compuesto. Los requisitos más importantes que debe cumplir un Patrón Primario son:

- Pureza elevada (se debe contar con métodos establecidos para confirmar su pureza).
- Estabilidad atmosférica.
- Ausencia de agua de hidratación para que la composición del sólido no cambie.
- Que sea barato y se pueda conseguir fácilmente.
- Tener una solubilidad razonable en el medio de titulación.
- Tener una masa molar razonablemente grande para reducir al mínimo el error relativo asociado a la operación de pesada.

Muy pocos reactivos cumplen con estos criterios, de ahí que el analista solo tenga acceso a un mínimo limitado de Patrones Primarios. Por esta razón, a veces es necesario utilizar compuestos menos puros, ó Patrones Secundarios, en lugar de un

Patrón Primario; teniendo que determinar la pureza de ese patrón secundario mediante análisis cuidadoso.

En los métodos de análisis por titulación las Soluciones Patrón ocupan un lugar muy importante. Por esta razón es necesario tomar en cuenta las propiedades esperadas en estas soluciones, y saber cómo son preparadas y cómo se expresan sus concentraciones. Propiedades Esperadas en las Soluciones Patrón para un Análisis Volumétrico deberán ser:

- Ser suficientemente estable, de modo que solo sea necesario determinar una vez su concentración.
- Reaccionar rápidamente con el analito, con el fin de reducir al mínimo el tiempo requerido entre las adiciones de reactivo.
- Reaccionar con el analito de manera completa para que se alcance satisfactoriamente el punto final.
- Reaccionar de manera selectiva con el analito, y que esta reacción pueda describirse por una simple ecuación balanceada.

Durante mucho tiempo han faltado métodos adecuados para detectar los puntos finales de las Valoraciones Complejométricas. En la actualidad, sin embargo, se puede disponer de una serie de métodos, unos visuales y otros instrumentales. Se estudian a continuación, por separado, los dos grupos de métodos.

**I. Métodos Visuales de Detección del Punto Final:** Los métodos visuales para la detección en el punto final de una reacción se pueden determinar por medio de indicadores como son:

**a) Indicadores Directos de Metales:** Los indicadores de metales son sustancias que experimentan un marcado cambio de color cuando se produce una variación de la concentración de un ión metálico libre en una solución. Estos indicadores tienen normalmente propiedades típicas de indicadores ácido-base. El anión del indicador es una base capaz de donar uno ó más pares de electrones, pudiendo, por consiguiente, funcionar como un ligando. Esta base puede reaccionar con un ión hidrógeno ó con un ión metálico (ó con otras especies electrofílicas).



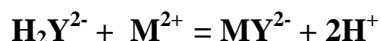
Los indicadores de metales pueden clasificarse en la base de su estructura, teniendo en cuenta la naturaleza del grupo cromóforo responsable del color. Lo que deseamos poner de manifiesto son los principios generales a los que hay que atender cuando se eligen indicadores adecuados. La elección ha de hacerse sobre la base de datos de equilibrio conocido. Planteada la cuestión de forma, parece conveniente dividir a los indicadores en dos grupos. Pertenecientes al primer grupo los colorantes con propiedades de indicador ácido-base, que normalmente son muy sensibles a bajas concentraciones de iones metálicos. Los colorantes de Negro Eriocromo, se les han denominado indicadores “Metalocrómicos”, son ejemplos de este grupo. Al segundo grupo pertenecen sustancias más o menos incoloras que reaccionan con ciertos iones metálicos formando compuestos coloreados.

**b) Indicadores Incoloros de Metales:** Si el indicador de metales es incoloro, la determinación del punto final se basa en principios algo diferentes. Puesto que el color del indicador no complejo no interfiere, es posible utilizar una concentración bastante elevada del mismo. La concentración apropiada del indicador depende de la Constante de Estabilidad del Complejo Coloreado Metal-Indicador que se forma y de la intensidad de color que el ojo humano es capaz de percibir. Para la mayoría de los indicadores incoloros, que por regla general son menos sensibles que los coloreados.

**c) Indicadores Indirectos de Metales:** Si un indicador reacciona, con frecuencia es posible también utilizarlo en la determinación complejométrica de otros metales. El ejemplo mejor conocido es el empleo de Negro Eriocromo T como indicador para el Calcio. Así una valoración directa de Calcio con EDTA nos proporciona resultados satisfactorios porque  $K_{CaI}$ ,  $K$  representa la Constante de Formación Metal-Indicador, es demasiado pequeña, pero si se añade un poco de Magnesio para que se forme el complejo Magnesio-EDTA se obtiene un cambio de color muy pronunciado.

La razón de este hecho es que el agente complejante reacciona con el Calcio antes que con el Magnesio porque  $K_{CaY} > K_{MgY}$ , donde  $Y=EDTA$ , pero el cambio de color es pronunciado, ya que  $K_{MgI} > K_{CaI}$ . El punto final de la valoración se detecta, indirectamente y el indicador funciona entonces como un indicador indirecto. El empleo de indicadores indirectos abre al análisis un nuevo campo cuyas posibilidades no parecen haberse explotado todavía completamente.

**d) Indicadores Ácido-Base e Indicadores Redox:** También pueden utilizarse otros tipos de indicadores indirectos para la detección del punto final de una valoración complejométrica, si se liberan iones hidrógeno en la reacción de complejación, aquellos pueden ser valorados con álcali utilizando indicadores ácido-base. Por ejemplo muchos metales pueden valorarse con la sal disociada de EDTA de acuerdo con la siguiente reacción:



No obstante, el empleo de indicadores ácido-base presenta muchos inconvenientes, relativos sobre todo a la importante interferencia que producen las sustancias tamponantes. Quizás resulta más conveniente la valoración con una solución de un agente complejante alcalino, por ejemplo  $\text{Na}_4\text{Y}$ , después de alcanzar el punto de equivalencia se producirá una marcada elevación del pH.

Otra posibilidad consiste en el empleo de indicadores redox, este método es practicable si el ión metálico que toma parte en la reacción de complejación es un componente de un sistema redox. En tal caso puede ser posible utilizar un indicador redox que cambie de color en las proximidades del punto de equivalencia. Sin embargo, este método tiene sus limitaciones, ya que solo puede aplicarse a sistemas especiales y muchos de los indicadores reaccionan despacio.

**II. Métodos Instrumentales de Detección del Punto Final.** La Determinación Fotométrica de un punto final ofrece las siguientes ventajas en comparación a las Valoraciones Complejométricas:

- Las Valoraciones Fotométricas pueden realizarse con un alto grado de precisión. Si se mide con suficiente exactitud el volumen del agente de valoración, el error relativo puede mantenerse considerablemente por debajo del 0.1 por 100.
- Las Valoraciones Fotométricas pueden realizarse también con precisión satisfactoria en soluciones extremadamente diluidas (concentración  $< 10^{-5}$  M).
- Los complejos de baja estabilidad que originan una curva de valoración con una pendiente que es demasiado pequeña para detección visual pueden valorarse satisfactoriamente por fotometría.
- Algunos indicadores inadecuados para valoraciones visuales pueden utilizarse con éxito en Valoraciones Fotométricas.

- Por Fotometría pueden incluso valorarse soluciones intensamente coloreadas y turbias.

Como también pueden utilizarse luz fuera de la zona visible, el campo de aplicación de los Métodos Fotométricos es muy amplio. La importancia de las Valoraciones Fotométricas se subestima generalmente ya que los Métodos de Detección Fotométricos parecen ser especialmente adecuados para el Análisis Complejométrico.  
(9)

## **1.8 Principios de las Mediciones Espectroscópicas de Absorción Atómica**

Este método permite llevar a cabo un análisis cualitativo y cuantitativo de entre 70 a 80 elementos. Los límites de detección para muchos de estos elementos es de menos de una parte por millones. La Espectrometría Atómica puede estar basada en la medición de absorción, emisión ó fluorescencia. La Espectrometría de Absorción Atómica (AA) es la que más se utiliza de estas tres. En este apartado se describirán solo las técnicas más importantes de la Espectrometría Atómica, pero el lector puede consultar otras referencias para tener una información mas completa del tema.

**a) Espectroscopia de Absorción Atómica:** Como en todos los Métodos Espectroscópicos, en la espectroscopia de Absorción Atómica (AA) es necesario llevar a la muestra a un estado de vapor atómico. Este proceso, conocido como atomización, consiste en volatilizar la muestra y descomponerla en sus átomos y quizá algunos iones gaseosos. Para la atomización de las muestras que se van a analizar por espectroscopia de AA se utiliza principalmente la atomización a la flama y la atomización en horno.

**b) Espectroscopia de Absorción Atómica con atomización en Llama:** El principio de operación de la espectrómetro de AA consiste en la radiación del elemento que interesa, cuya fuente de luz suele ser una Lámpara de Cátodo Hueco, se dirige a través de la flama que contiene el gas atómico. La solución del analito se nebuliza por medio de un atomizador ó nebulizador en finas gotitas y se lleva a la flama. El disolvente de las gotas se evapora de inmediato y las partículas de sal se descomponen en átomos, iones y electrones. Los átomos de la muestra absorberán la radiación que emita el mismo átomo en la Lámpara de Cátodo Hueco, con lo que se atenúa la energía de la fuente. Mediante un monocromador se separa la línea espectral del elemento que interesa de cualquier

otra radiación que venga de la fuente ó de la flama. La energía radiante de la fuente se transforma en corriente eléctrica mediante un tubo fotomultiplicador.

**c) Espectroscopia de Absorción Atómica con atomización electrotérmica:** La AA de atomización en horno, ó electrotérmica, requiere del mismo equipo, salvo que se utiliza un atomizador electrotérmico en lugar de un quemador. Se toman pequeños volúmenes de muestra, normalmente unos microlitros, y se depositan en el horno. Con un programa de calentamiento progresivo se evapora el disolvente de la muestra, la materia orgánica se reduce a cenizas ó carbón, finalmente se forma el vapor atómico. La EAA electrotérmica es de uno a dos órdenes de magnitud más sensible que la EAA en flama.

### **1.8.1 Otros Tipos de Espectrometría Atómica**

Además de la espectroscopia de Absorción Atómica las técnicas de emisión atómica y fluorescencia atómica también tienen aplicaciones analíticas, la que más se utiliza actualmente es la espectroscopia de Emisión Atómica (EA). Algunos métodos de EA emplean flama para los átomos excitados, los cuales emiten una radiación característica cuando regresan a su estado fundamental. En otros métodos de EA se emplean atomizadores más potentes, como los de Plasma Inductivamente Acoplados (PIC) y los atomizadores de arco y de chispa. A diferencia de la absorción atómica, la emisión atómica se puede aplicar al análisis cualitativo. Con este método se puede registrar espectros completos, donde se identifican los elementos por las longitudes de onda de las líneas de emisión. En algunas épocas, la emisión en flama se utilizó mucho en los laboratorios clínicos para determinar sodio y potasio. Estas técnicas han sido remplazadas ahora por métodos que utilizan electrodos selectivos para iones. (10)

## **1.9 Criterios que Definen la Eficiencia de un Método**

Los criterios de eficiencia pueden clasificarse en Primarios y Secundarios.

### **1.9.1 Criterios Primarios**

**a) La Precisión:** Se definen como el grado de concordancia mutua entre los datos que se han obtenidos de una misma forma. La precisión mide el error aleatorio ó indeterminado de un análisis.

**b) La Exactitud:** Puede definirse como la concordancia de una medición con el valor verdadero conocido, para la cantidad que se está midiendo. La exactitud mide el error sistemático ó determinado de un método analítico. Para determinar la exactitud hay que

analizar uno ó varios materiales de referencia cuyas concentraciones de analito se conocen. De acuerdo al criterio de los Métodos Normalizados y IUPAC los límites de detección se definen como:

**Límite de Detección del Método (LDM):** Se define a partir de la más pequeña cantidad detectable por encima del ruido en un procedimiento y dentro de un límite declarado de aceptación. Los límites de aceptación se establecen de modo que las probabilidades de que se presentan errores de Tipo I y de Tipo II sean razonablemente pequeños.

**Error de Tipo I:** También denominado Error alfa, es la probabilidad de determinar que un componente esté presente cuando en realidad está ausente.

**Error de Tipo II:** También denominado Error beta, es la probabilidad de no detectar un componente que en realidad está presente.

Los Criterios Secundarios influyen sobre los Criterios Primarios.

### 1.9.2 Criterios Secundarios

**a) Linealidad:** Describe el comportamiento entre la respuesta y la concentración a través del Modelo Lineal de Calibración. Es un parámetro que sirve para observar si el modelo en estudio es lineal.

**b) Rango:** Representa el intervalo (niveles inferiores y superior de la concentración del analito) en el cual la relación lineal u otro modelo de calibración utilizada es correcta.

**c) Límite de Cuantificación (LDC):** Concentración de componentes que producen una señal suficientemente mayor que el blanco. Es la concentración típica que produce una señal diez veces la desviación estándar de la señal del blanco y se calcula por medio de la ecuación:

$$\text{LDC} = 10 \text{ LDM} \quad (1.1)$$

**Límite de Cuantificación Práctica (LCP):** Si bien el LDC resulta de utilidad dentro de un laboratorio, es mayor la utilidad del **Límite de Cuantificación Práctica** definido como el nivel inferior registrable en los límites especificados a lo largo de las operaciones rutinarias de laboratorios. El LCP tiene una especial importancia por cuanto que laboratorios diferentes producirán LDM distintos incluso si se utilizan idénticos procedimientos de análisis, instrumentos y matrices de muestras.

El **LCP** equivale aproximadamente cinco veces el **LDM** ( $LDM \cong 5S_b$ ) y representa un límite de detección práctico alcanzable de forma rutinaria con una certeza relativamente elevada de que los valores comunicados son fiables.

**d) Selectividad:** Es cuando el método responde preferentemente a un determinado tipo de especie, siendo mucho menos o incluso nula la respuesta del método a otra especie, tiene una sensibilidad alta para un tipo o grupo de analitos. Este parámetro asegura que la señal medida no es influenciada por otras sustancias presentes en la muestra y en caso contrario, garantiza la remoción de las mismas.

**e) Sensibilidad:** Se define como la pendiente de una línea de calibración y siempre que la representación sea lineal puede ser medida en cualquier punto de ella.

**f) Robustez:** Mide en que extensión un método es sensible a pequeñas cambios en el procedimiento o circunstancias. La robustez de un procedimiento analítico es su capacidad de producir resultados exactos en presencia de pequeños cambios de las condiciones experimental factibles a reproducirse durante su calibración. Estos cambios introducidos reflejan aquellos cambios que pueden ocurrir cuando un método es realizado entre diferentes laboratorios, diferentes experimentadores, diferentes instrumentos, diferentes días, diferentes suministradores de un mismo reactivo, etc.

## 1.10 Tratamiento Estadístico de los Resultados

La Química Analítica Moderna es una Ciencia predominantemente **Cuantitativa**, es obvio que en muchos casos una respuesta cuantitativa será mas valiosa que una cualitativa, mediante el uso de los procedimientos estadísticos, se busca potenciar y aumentar el rendimiento del proceso analítico, para ello la estadística puede actuar sobre todas y cada etapa de dicho proceso. Una vez que se han obtenido los datos, se trata de obtener de los mismos, la mayor información posible y de establecer los límites de confianza con los que dicha información se obtiene. Todo analista debe de tratar de obtener un resultado que represente una estimación correcta del producto analizado en el medio. Es muy difícil que al realizar las diferentes operaciones para obtener el resultado, no se cometan errores los cuales deben de ser suprimidos ó reducidos. Para descubrir estos errores y para mejorar las precisiones de los resultados analíticos se necesita el empleo de los Métodos Estadísticos.

### 1.10.1 Errores en el Análisis Cuantitativo

Una vez que aceptamos que los análisis cuantitativos jugaran un papel predominante en cualquier laboratorio analítico, debemos aceptar que los errores que aparezcan en tales estudios son de gran importancia. Nuestro principio guía será que no existen resultados cuantitativos válidos si no van acompañados de algunas estimaciones de los errores inherentes a ellos. Concluiremos que todas las mediciones están sujetas a errores. Los científicos experimentales hacen una distribución fundamental entre tres tipos de Errores, como son **Crasos, Aleatorios y Sistemáticos**.

Los Errores Crasos (tosco) se describen con facilidad, pueden definirse como errores tan graves que no queda otra alternativa más que abandonar el experimento y empezar de nuevo. Como ejemplo se podría incluir la avería total de un instrumento, la caída ó el derramamiento accidental de una muestra muy importante, ó descubrir durante el desarrollo de un experimento que un reactivo que se suponía puro, en realidad estaba contaminado. En consecuencia, en nuestro análisis solo tenemos que distinguir con detenimiento entre los Errores **Aleatorios** y los **Sistemáticos**. Resulta evidente que han surgido dos tipos de errores completamente distintos, en primer lugar los **Errores Aleatorios**, provocan que los resultados individuales caigan a ambos lados del valor medio. Los estadísticos afirman que los Errores Aleatorios afectan la **Precisión, ó Reproducibilidad** de un experimento. Mientras que los **Errores Sistemáticos** afectan la **Exactitud**, es decir, la proximidad al valor verdadero. En muchos experimentos, los Errores Aleatorios y Sistemáticos no se detectan fácilmente con solo observar los resultados, sino que también tienen orígenes muy distintos en cuanto a la técnica experimental y el equipo que se utiliza.

### **1.10.2 Errores Sistemáticos y Aleatorios en los Análisis Volumétricos**

Los Errores Sistemáticos y Aleatorios pueden ocurrir independientemente unos de otros y surgir en diferentes etapas del experimento. Ya que la Volumétrica es un procedimiento relativamente simple y todavía ampliamente usado, es importante examinarlo con todo detalle, un Análisis Volumétrico es completo cuando involucra los siguientes pasos:

#### **Preparación de una solución estándar de uno de los reactivos:**

- (1) Pesar en un pesa sustancia o recipiente similar que contenga algún material sólido.
- (2) Transferir el material sólido a un matraz aforado y pesar de nuevo el pesa sustancias con el fin de obtener por diferencia el peso del sólido transferido, y

(3) Llenar el matraz con agua destilada hasta el enrase (suponiendo que se completa una titulación acuosa).

**Transferir una alícuota del material estándar a un matraz de titulación con ayuda de una pipeta:**

(4) Llenar la pipeta hasta el enrase adecuado, y

(5) Vaciar el contenido de una manera específica en el matraz de titulación.

**Titulación del líquido en el matraz con una solución del otro reactivo añadido de una bureta:**

(6) Llenar la bureta y permitir que el líquido contenido en ella escurra hasta que el menisco alcance un nivel constante.

(7) Añadir unas cuantas gotas de solución de indicador al matraz de titulación.

(8) Leer el volumen inicial de la bureta.

(9) Añadir poco a poco el líquido de la bureta al matraz de titulación hasta que se juzgue que se ha alcanzado el punto final, y

(10) Medir el nivel final del líquido en la bureta.

Si bien un análisis elemental de este tipo implica diez pasos diferentes, por lo general los siete últimos se repiten, varias veces. En principio, podríamos examinar cada paso para evaluar los Errores Aleatorios y Sistemáticos que pudieren ocurrir. Por lo regular los procedimientos de pesada se encuentran asociados con Errores **Aleatorios** muy pequeños. Es muy común que en tareas de laboratorio rutinarias se utilicen balanzas de cuatro cifras. Los Errores **Sistemáticos** en las pesadas pueden ser apreciables y proceder de una serie de fuentes establecidas, las cuales incluyen la adsorción de la humedad en la superficie del recipiente de pesada.

**Manejo de Errores Sistemáticos.** Los Errores Aleatorios, pueden estudiarse mediante un amplio conjunto de Métodos Estadísticos, en muchos casos supone, por conveniencia, que están ausentes los Errores Sistemáticos. Es necesario analizar en este momento los Errores Sistemáticos con más detalle, cómo surgen y cómo pueden abordarse. Un ejemplo claro es cuando el valor medio de una serie mediciones repetitivas se desvía del verdadero valor. Se deduce que, (1) a diferencia de los Errores Aleatorios, los Sistemáticos no se pueden apreciar con la simple repetición de mediciones y (2) a menos que se conozca de antemano el resultado verdadero de un análisis pueden existir Errores Sistemáticos muy grandes, que pasen inadvertidos si no se toman las debidas precauciones.



### 1.10.3 Media y Desviación Estándar

En los análisis clásicos se realizan mediciones repetidas de la misma cantidad por lo que se exponen a diversos tipos de errores. Para comparar estos resultados se utilizan dos criterios, el valor promedio y el grado de variabilidad. El valor promedio es la media aritmética  $\bar{X}$  (en forma abreviada, Media) que es la suma de todas las mediciones dividida por el número de mediciones:

$$\bar{X} = \sum_i \frac{X_i}{n} \quad (1.2)$$

$X_i$ : mediciones individuales.

$n$ : numero de mediciones individuales

La medida más utilizada de la variabilidad es la **Desviación estándar**,  $S$ . Esta se define por medio de la siguiente ecuación.

$$S = \sqrt{\sum_i (X_i - \bar{X})^2 / (n - 1)} \quad (1.3)$$

### 1.10.4 Límites de Confianza de la Media

Ahora que conocemos la forma de la distribución muestral de la media, podemos definir el intervalo dentro del cual podemos suponer de manera razonable que se encuentra el valor verdadero. Este intervalo se conoce como el **Intervalo de Confianza** y los valores extremos del intervalo se llaman Límites de Confianza.

El término “confianza” implica que podemos afirmar con un grado de confianza dado, es decir con una cierta probabilidad, que el intervalo de confianza si incluye el valor verdadero, por supuesto el tamaño del intervalo de confianza dependerá de la certeza que queremos tener de que se incluya el valor verdadero, la manera para determinar el Límite de Confianza se calcula utilizando la fórmula:

$$\mu = \bar{X} \pm t(S / \sqrt{n}) \quad (1.4)$$

$t$ : Valor Crítico del Intervalo de Confianza.

$n$ : numero de mediciones individuales

### 1.10.5 La Prueba de Levene's

Las pruebas de significación descritas hasta ahora, se utilizan para comparar medias y por lo tanto, para detectar Errores Sistemáticos. La prueba de Levene's fue aceptada en 1960 como prueba estadística para calcular varianzas y la homogeneidad de las mismas. En muchos casos, también es importante comparar las desviaciones estándar, es decir, los Errores Aleatorios de dos conjuntos de datos. Esta comparación, como en el caso de las pruebas de Medias puede tener dos formas, ó bien probar si el Método A es más preciso que el Método B (Prueba de una cola) ó si los Métodos A y B difieren en su precisión (Prueba de dos colas).

### 1.10.6 La Prueba T

La prueba T compara el valor de las medias tomados de dos grupos de resultados. Es decir que los resultados de un método analítico nuevo puedan comprobarse por comparación de los resultados obtenidos utilizando un segundo método (quizás un método de referencia). En este caso tenemos dos medias muestrales  $\bar{X}_1$  y  $\bar{X}_2$ . Si tomamos como hipótesis nula que los dos métodos dan el mismo resultado, necesitamos comprobar si  $(\bar{X}_1 - \bar{X}_2)$  difiere en forma significativa de cero. Si las dos muestras tienen desviaciones estándar que no sean significativamente diferentes, se puede realizar una estimación **conjunta** de la desviación estándar a partir de las dos desviaciones estándares individuales  $S_1$  y  $S_2$  utilizando la siguiente ecuación.

(11)

$$S^2 = \{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2\} / (n_1 + n_2 - 2) \quad (1.5)$$

Se puede demostrar que entonces  $t$  está dado por:

$$t = (\bar{X}_1 - \bar{X}_2) / S \sqrt{(1/n_1 + 1/n_2)} \quad (1.6)$$

Donde  $t$  tiene  $(n_1 + n_2 - 2)$  grados de libertad.

Si no es válido suponer que las desviaciones estándar de la población son iguales, un método aproximando consiste en modificar la **Ecuación 1.7** por la siguiente **Ecuación 1.8**.

$$t = (\bar{X}_1 - \bar{X}_2) / \sqrt{(S_1^2/n_1 + S_2^2/n_2)} \quad (1.7)$$

y calcular el número de grados de libertad a partir de la siguiente ecuación:

$$gl = \left\{ \frac{(S_1^2/n_1 + S_2^2/n_2)^2}{\frac{(S_1^2/n_1)^2}{n_1 + 1} + \frac{(S_2^2/n_2)^2}{n_2 + 1}} \right\} - 2 \quad (1.8)$$

$n_1$ : Número de datos del Método 1.

$n_2$ : Número de datos del Método 2.

## 2. Parte Experimental

### 2.1 Cristalería, Materiales y Equipos

#### a) Cristalería

Tabla 5. Cristalería Utilizada en el Análisis de la Muestra de Suelo.

Tipo	Capacidad	Marca	Clase
Balones	50, 250 y 500ml	Pyrex	A
Beaker	10, 100 y 250ml	Pyrex	A
Bureta	10ml	Pyrex	A
Erlenmeyer	100 y 300ml	Pyrex	A
Pipeta Volumétrica	5 y 25ml	Kimax	A
Probeta	10ml	Pyrex	A
Tubos de Ensayos	50ml	Pyrex	A

#### b) Materiales

- Balde plástico con tapa
- Cápsula ó Crisol de Porcelana
- Cilindro y Tubo Muestreador de 100ml
- Cinta Métrica
- Desecador
- Espátula
- Gotero
- Pala
- Papel Aluminio
- Papel Toalla
- Pinza
- Pissetas
- Porta Cilindro
- Termómetro
- Vidrio de Reloj

#### c) Equipos

Tabla 6. Equipos Utilizados en el Análisis de la Muestra de Suelo.

Equipo	Marca	Modelo
Balanza Analítica	Sartorius	1801
Balanza Analógica	Sartorius	20634
pH – metro	Crison	Basic 20
Conductímetro	Crison	GLP 32
EAA	Perkin Elmer	AAAnalyst 700
Horno	Perkin Elmer	699091084

## 2.2 Preparación de las Soluciones

- **Acetato de Amonio ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ) 1M, pH 7.00:** Pesar 77.08g de  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  en aproximadamente 500ml de agua. Agregar Hidróxido de Amonio o Ácido Acético para ajustar el pH a 7.00 y completar el volumen con agua. El  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  puede ser reemplazado por 57.3ml de Ácido Acético concentrado y 67.5ml de Hidróxido de Amonio al 30% los cuales se disuelven en agua destilada y se completa a volumen de un litro incluyendo el ácido o la base que sea necesario agregar para ajustar el pH a 7.00.
- **Ácido Clorhídrico (HCl) 6N:** Mezclar partes de HCl concentrado y agua.
- **Ácido Nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) 20%:** Tomar 200ml de Ácido Nítrico concentrado y diluir a un litro con agua.
- **Cloruro de Calcio ( $\text{CaCl}_2$ ) 0.01N:** Disolver 0.500g de Carbonato de Calcio puro en 10ml de HCl 6N y completarlo a volumen de un litro con agua.
- **Hidróxido de Potasio Etanólico ( $\text{KOH}/\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) 20%:** Pesar 200g de Hidróxido de Potasio y aforarlo a un litro con Etanol.
- **Hidróxido de Sodio (NaOH) 6M:** Disolver 240g de NaOH en aproximadamente 500ml de agua y completar a volumen de un litro con agua.
- **Indicador Negro de Eriocromo T ( $\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}$ ):** Pesar 0.5g de indicador y 4.5g de Clorhidrato de Hidracina, disolver en 100ml de Alcohol Etilico del 95%.
- **Inhibidor de Carbamato ( $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{NNaS}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ):** Disolver 1.5g de la sal disociada del Ácido Dietilditiocarbámico trihidratado en agua y llevar a volumen de 100ml ó utilizar en la titulación los cristales de sal disociada.
- **Lantano 1%:** Pesar 2.674g de  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  en 100ml de agua desionizada.
- **Murexida ( $\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_6\text{O}_6$ ):** En un mortero triturar y mezclar 0.5g de Murexida con 100g de Sulfato de Potasio y 100g de Cloruro de Sodio.
- **Peroxido de Hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 6%:** Tomar 85.7ml de  $\text{H}_2\text{O}_2$  y aforar a 500ml de agua.
- **Sal Sódica del Ácido Etilendiaminotetracético (EDTA) ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8$ ) 0.01N:** Disolver en agua 2.00g de EDTA junto con 0.05g de  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , completar a volumen de un litro con agua. Establecer la normalidad respecto al Murexida y al Negro Eriocromo T con el Patrón de Calcio siguiendo el procedimiento indicado para la titulación de las muestras.
- **Solución Buffer de Hidróxido de Amonio-Cloruro de Amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}-\text{NH}_4\text{Cl}$ ):** Disolver 67.5g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  en 570ml de  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentrado y completar a volumen de un litro con agua.

- **Solución estándar de Ca<sup>2+</sup> 10 ppm:** Tomar 1ml Ca<sup>2+</sup> de la solución estándar de 1000ppm y aforarlo a 100ml con solución extractarte, luego de la solución de 10ppm se prepararon los estándares de 1, 2, 3, 4 y 5 ppm.
- **Solución estándar de Mg<sup>2+</sup> 10 ppm:** Tomar 0.5ml Mg<sup>2+</sup> de la solución estándar de 1000ppm y aforarlo a 100ml con solución extractarte, luego de la solución de 5ppm se prepararon los estándares de 0.1, 0.5 y 1 ppm. (7)

## 2.3 Reactivos

**Tabla 7. Reactivos Utilizados en el Análisis de la Muestra de Suelo.**

Nombre del Reactivo	Marca Comercial	Peso Mol. g / mol	Nivel de Pureza %	Fórmula Química
Acetato de Amonio	Fisher Chem Alert Guide	77.08	98.2	CH <sub>3</sub> COONH <sub>4</sub>
Ácido Clorhídrico	Fisher Chem Alert Guide	36.46	36.5-38	HCl
Ácido Nítrico	Fisher Chem Alert Guide	63.01	68-70	HNO <sub>3</sub>
Cloruro de Amonio	Fisher Chem Alert Guide	53.49	99.91	NH <sub>4</sub> Cl
Cloruro de Calcio Dihidratado	Fisher Chem Alert Guide	147.02	101.1	CaCl <sub>2</sub> · 2H <sub>2</sub> O
Cloruro de Magnesio Hexahidratado	Fisher Chem Alert Guide	203.31	99.1	MgCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O
Etanol	Fisher Chem Alert Guide	52.12	90.7	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH
Etilendiaminotetracético, Sal disódica dihidratada (EDTA)	Fisher Chem Alert Guide	372.24	99.3	Na <sub>2</sub> C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O <sub>8</sub> N <sub>2</sub> · 2H <sub>2</sub> O
Hidróxido de Amonio	Fisher Chem Alert Guide	35.05	29.8	NH <sub>4</sub> OH
Hidróxido de Potasio	Fisher Chem Alert Guide	56.11	86.5	KOH
Hidróxido de Sodio	Fisher Chem Alert Guide	40.00	98.1	NaOH
Murexida (Amonio purpurato ácido)	Acros	284.19	100	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> N <sub>6</sub> O <sub>6</sub>
Negro de Eriocromo T (NET)	Fisher Chem Alert Guide	461.38	100	C <sub>20</sub> H <sub>12</sub> N <sub>3</sub> NaO <sub>7</sub> S
Peroxido de Hidrógeno	Fisher Chem Alert Guide	34.00	35.0	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
Sal sódica del Acido Dietilditiocarbámico trihidratado	Acros	225.31	99.0	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> NNaS <sub>2</sub> · 3H <sub>2</sub> O
Solución de Ref. de Calcio	Fisher Chem Alert Guide	EAA	1000 ppm	CaCO <sub>3</sub>
Solución de Ref. de Magnesio	Fisher Chem Alert Guide	EAA	1000 ppm	Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
Tricloruro de Lantano heptahidratada	Fisher Chem Alert Guide	371.38	100	LaCl <sub>3</sub> · 7H <sub>2</sub> O

## 2.4 Limpieza de Cristalería

Toda la cristalería que se usó se limpió de la siguiente manera:

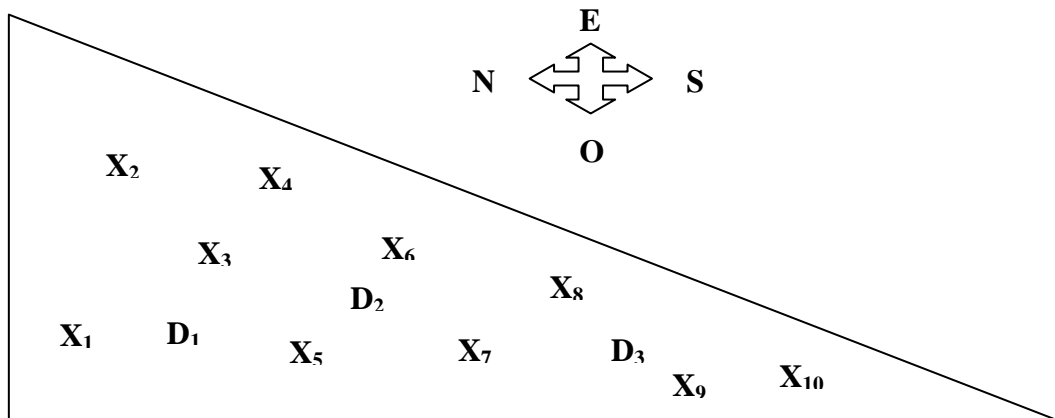
Se lavó con suficiente detergente y agua, después de lo cual se dejó unos minutos colocados sobre papel toalla. Luego se sumergió en un baño de Hidróxido de Potasio Etanólico al 20% durante 24 horas, luego se enjuago con suficiente agua destilada. Se dejó escurriendo sobre papel toalla. Posteriormente todo el material se sumergió en un baño al 20% de Ácido Nítrico y a temperatura ambiente se mantuvo el material en un balde plástico con tapa por lo menos durante siete días. Se sacó el material del baño ácido, se dejó escurrir y se enjuago con suficiente agua destilada y se dejó escurrir nuevamente sobre papel toalla. Una vez seco se cubrió con papel aluminio.

## 2.5 Muestreo

En el Campus Agropecuario de la UNAN - LEON, considerando las áreas de experimentación de cultivos se seleccionó al azar un área de 2 Manzanas y de topografía plana para llevar a cabo el muestreo. Al escoger el área (Esquema 2), determinada para la toma de muestra se realizó una limpieza previa de los sitios de muestreo para eliminar restos de materia vegetal, luego se toma una pala y se saca una rebanada delgada de tierra. Se tomaron un total de 10 submuestras (Ver Esquema 2), cada una fue tomada a 30cm de profundidad de la superficie del suelo y posteriormente se homogenizaron todas las submuestras para formar una Muestra Compuesta; la cual fue trasladada de inmediato al laboratorio para su registro y tratamiento previo al análisis.

### Esquema 2. Muestreo.

- Fecha de Muestreo: Septiembre 24 de 2005.
- Sitios de Muestreo: X y D muestras (D, lugar de recolectó para medir Densidad Aparente).



## 2.6 Análisis Físico para la Muestra de Suelo

### 2.6.1 Contenido de Humedad

Pesar 10 g de suelo (Muestra Compuesta) y colocarlos en una cápsula ó crisol de porcelana, el cual se ha pesado previamente. Secar en horno a 105 °C durante 24 horas. Dejar enfriar en un desecador y pesar nuevamente. Repetir la operación hasta peso constante.

### 2.6.2 Densidad

Para encontrar el valor de la Densidad la muestra se extrajo a una profundidad de 10cm de la superficie del suelo, se coloca el cilindro dentro del tubo muestreador y se introduce en las paredes del sitio de muestreo de acuerdo al Esquema 2, donde D<sub>1</sub>, D<sub>2</sub> y D<sub>3</sub> fueron los sitios seleccionados para esta medición. Enrase con espátula ó navaja el suelo que sobresalga del cilindro muestreador. El volumen del suelo se calcula de las dimensiones interiores de éste. En algunos modelos, el filo cortante del cilindro tiene un diámetro ligeramente inferior al del resto del cilindro para así reducir la fricción que se produce al entrar el cilindro en el suelo. En este caso, se utilizará el diámetro del borde cortante del cilindro para calcular el volumen del suelo. Transfiera el suelo a un recipiente para determinación del peso seco. Expresa la densidad aparente en gramos de suelo seco por centímetro cúbico. Aunque la determinación de la densidad aparente no requiere que las muestras se mantengan en los cilindros para su transporte del campo al laboratorio, será conveniente mantenerlas inalteradas y conservar su contenido en agua cuando se quiere determinar la humedad de las mismas. Los cilindros porta muestra se introducen en cajas de cartón encerado o en latas con tapaderas para evitar la pérdida de agua durante el transporte.

### 2.6.3 Textura

Para la determinación de Textura se usó el **Método Universal** que consiste en pesar 10g de suelo en un Beaker de 250ml, agregar 50ml de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 6 % y cubrir con un vidrio de reloj. Colocar el Beaker en un baño de agua caliente, lavar las paredes del Beaker.

**Observar que el color de la solución sea claro** si no cambia al color claro agregar más H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> y repetir hasta que se dé el cambio de color. Dejar en reposo 1 hora. Retirar de la superficie del líquido todo **material orgánico presente con una pinza**. Pasar la



muestra a un erlenmeyer de 300ml y diluir a 200ml y agregar 4ml de NaOH 1 N. Agitar durante 4 horas con ayuda de un agitador magnético y una barra magnética. Pasar la muestra a una probeta de 1000ml y enrasar, agitar mecánicamente la probeta por 1min, tomar una pipeta volumétrica de 25ml y medirla con una regla desde la punta hacia arriba aproximadamente 5cm y marcarla, introducir la pipeta hasta la línea de enrase de la probeta la que debe coincidir con la marca en la pipeta, medir la temperatura del agua con un termómetro.

De acuerdo con la Tabla 8, se extraen las porciones de líquido de la probeta para determinar la fracción Arcilla + Limo, luego la fracción Arcilla y finalmente la fracción Arena se calcula por diferencia. Dejar en reposo el tiempo necesario según la temperatura del agua y colocar en un Beaker la muestra de agua introducirla al horno a 110 °C y luego pesarla.

**Tabla 8. Velocidad de Caída de Partículas (a 5 cm de la superficie).**

Temperatura	Arcilla + Limo	Arcilla	Temperatura	Arcilla + Limo	Arcilla
4 °C	3 min. 37 seg	6 h. 01min.	21 °C	2 min. 21 seg	3 h. 54min.
5 °C	3 min. 30 seg	5 h. 50min.	22 °C	2 min. 17 seg	3 h. 49min.
6 °C	3 min. 24 seg	5 h. 40min.	23 °C	2 min. 14 seg	3 h. 43min.
7 °C	3 min. 18 seg	5 h. 30min.	24 °C	2 min. 11 seg	3 h. 38min.
8 °C	3 min. 13 seg	5 h. 21min.	25 °C	2 min. 07 seg	3 h. 33min.
9 °C	3 min. 07 seg	5 h. 12min.	26 °C	2 min. 05 seg	3 h. 28min.
10 °C	3 min. 02 seg	5 h. 03min.	27 °C	2 min. 02 seg	3 h. 24min.
11 °C	2 min. 57 seg	4 h. 55min.	28 °C	2 min. 00 seg	3 h. 19min.
12 °C	2 min. 52 seg	4 h. 47min.	29 °C	1 min. 57 seg	3 h. 15min.
13 °C	2 min. 48 seg	4 h. 40min.	30 °C	1 min. 54 seg	3 h. 11min.
14 °C	2 min. 44 seg	4 h. 33min.	31 °C	1 min. 51 seg	3 h. 06min.
15 °C	2 min. 40 seg	4 h. 26min.	32 °C	1 min. 49 seg	3 h. 02min.
16 °C	2 min. 35 seg	4 h. 19min.	33 °C	1 min. 47 seg	2 h. 58min.
18 °C	2 min. 32 seg	4 h. 12min.	34 °C	1 min. 45 seg	2 h. 55min.
19 °C	2 min. 28 seg	4 h. 06min.	35 °C	1 min. 43 seg	2 h. 52min.
20 °C	2 min. 24 seg	4 h. 00min.	36 °C	1 min. 44 seg	2 h. 55min.

**Tabla 9. Clasificación Textural Designada al tipo de Suelo.**

SISTEMA INTERNACIONAL		
FRACCION		DIAMETRO (mm)
<b>I</b>	<b>Arena gruesa</b>	2.0 – 0.2
<b>II</b>	<b>Arena fina</b>	0.2 – 0.02
<b>III</b>	<b>Limo</b>	0.02 – 0.002

IV	Arcilla	< 0.002
----	---------	---------

## 2.7 Análisis Químico para la Muestra de Suelo

### 2.7.1 Medición de pH

#### Calibración del Equipo

Calibrar correctamente el aparato, siguiendo las instrucciones del fabricante. :

- Encender el pH-metro
- Medir el tampón pH 7.00
- Luego, medir el tampón pH 4.01
- Si esta todo correcto el equipo manda el mensaje "Equipo Calibrado".
- Con el equipo calibrado, haga las mediciones de las muestras de interés.

**Medición:** Pese 10 gramos de suelo secado al aire en un erlenmeyer de 100ml. Añada 50ml de agua y agite mecánicamente durante 15 minutos. Deje en reposo durante 30-60 minutos de manera que el suelo se sedimente suficientemente bien. Lea el valor de pH, anote el resultado.

### 2.7.2 Medición de la Conductividad Eléctrica

#### Calibración del Equipo

Calibrar correctamente el aparato, siguiendo las instrucciones del fabricante.

- Encender el Conductímetro.
- Medir el 1<sup>ro</sup> patrón recomendado de 1513  $\mu$  S/cm.
- Luego el 2<sup>do</sup> patrón recomendado de 1288ms/cm.
- Si esta todo correcto el equipo manda el mensaje "Equipo Calibrado".
- Con el equipo calibrado, haga las mediciones de las muestras de interés.

**Medición:** Pese 10g de suelo en un erlenmeyer de 100ml. Añada 50ml de agua y agite mecánicamente durante 15min. Lea el valor de la Conductividad Eléctrica, anote el resultado.

### 2.7.3 Determinaciones de Calcio y Magnesio por el Método Complejométrico

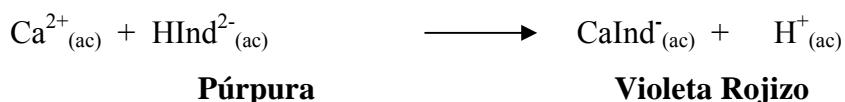
Para proceder a la determinación cuantitativa de  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$  por el Método de Complejometría en una muestra de suelo es necesario hacer del procedimiento de extracción.

### 2.7.4 Método de Extracción con Acetato de Amonio Normal y Neutro

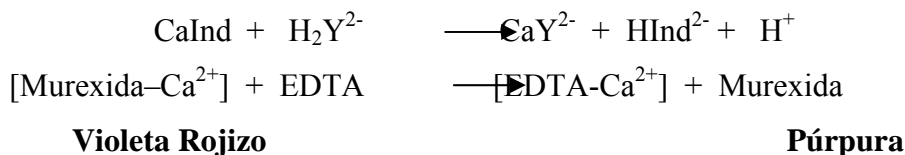
Pesar 4.0g de suelo seco a temperatura ambiente y tamizado a través de una malla N° 16 (1mm). Colocarlos dentro de un Erlenmeyer de 100ml y adicionar 20ml de Acetato de Amonio (CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>NH<sub>4</sub>) 1M, pH 7.00 Agitar por 30min. y filtrar.

### 2.7.5 Titulación de Calcio por el Método Complejométrico

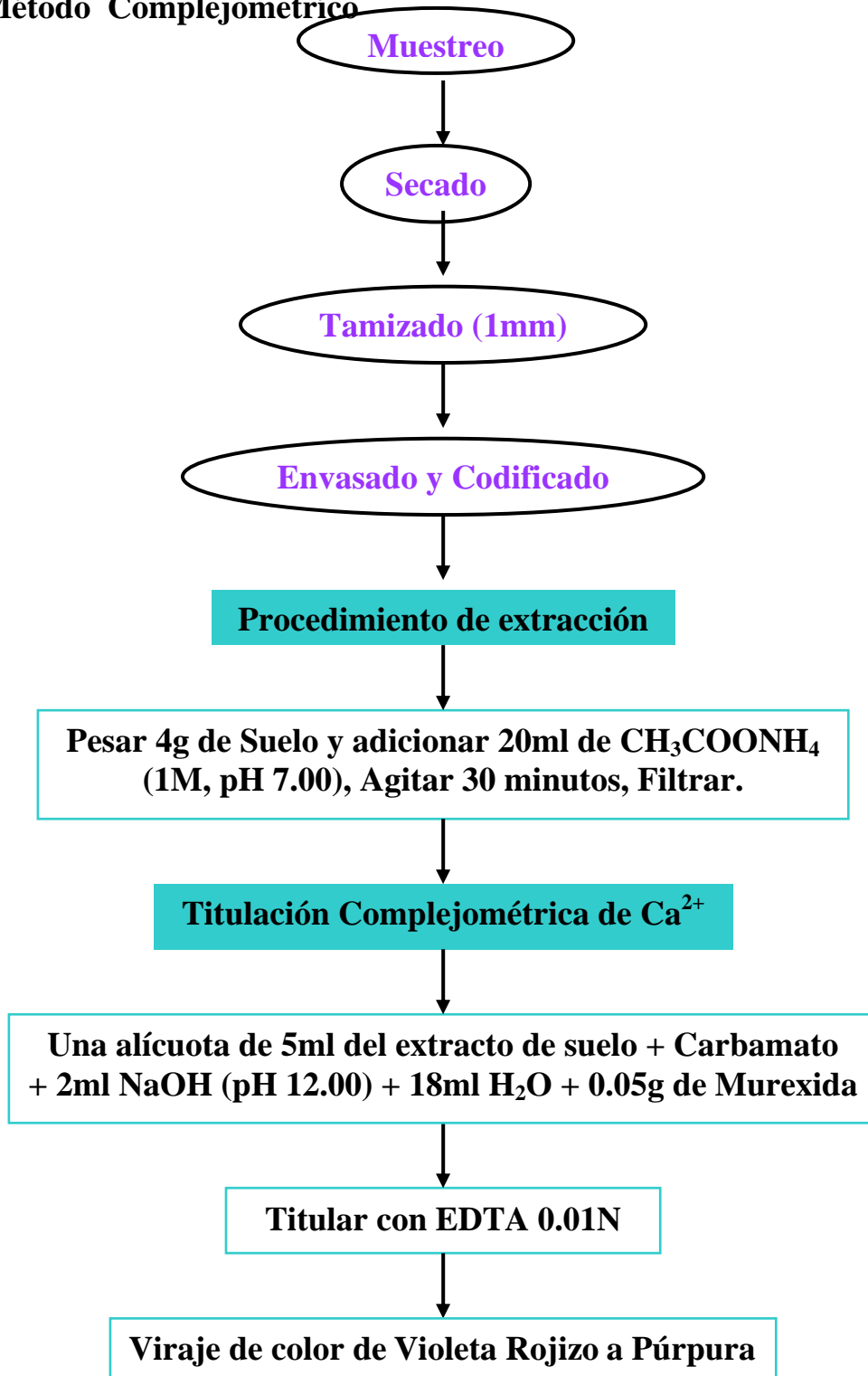
Del extracto de Acetato de Amonio tomar una alícuota de 5ml, agregar 5 gotas de solución Carbamatos (Compleja metales que interfieren en la reacción) ó dos cristales de esta sal, 2ml de NaOH 6M, agregar 18ml de agua destilada y mezclar. Agregar aproximadamente 0.05g de Murexida y titular con solución de EDTA utilizando una bureta de 10ml, con Murexida el punto final de la titulación cambia de color violeta rojizo a púrpura. Cuando se aproxima al punto final de valoración el reactivo debe agregarse gota a gota, el viraje es algo difuso para Murexida.



Al añadir el EDTA a la muestra alcalinizada en presencia de Murexida, el Valorante reacciona en primer lugar con el Ca<sup>2+</sup> libre y finalmente desplaza al Ca<sup>2+</sup> de su complejo con el Murexida, produciéndose el viraje del color Violeta Rojizo al color Púrpura.



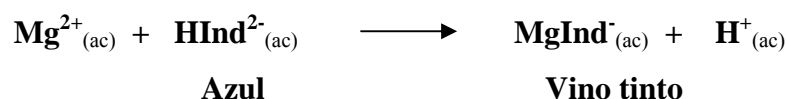
**2.7.6 Diagrama Experimental para la Determinación de Calcio por el Método Complejométrico**



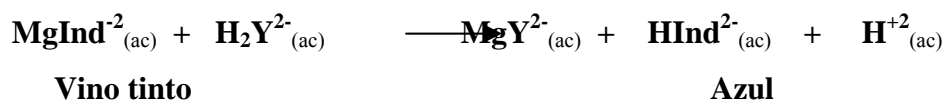
### 2.7.7 Titulación de Calcio más Magnesio por el Método Complejométrico

Este método esta basado en la cuantificación de los iones calcio y magnesio por titulación con el EDTA.

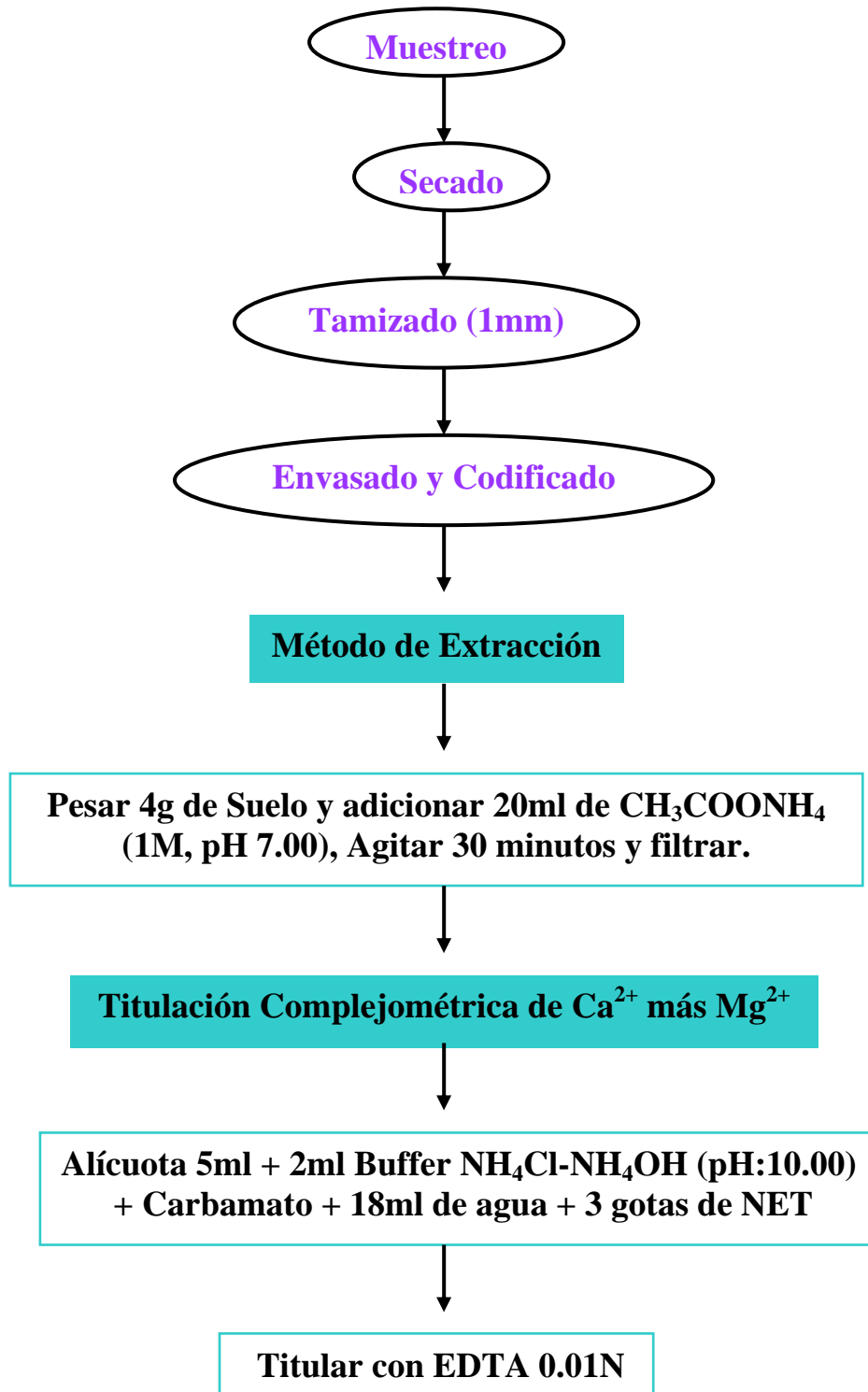
Del extracto de Acetato de Amonio tomar 5ml de alícuota, agregar 2ml de solución buffer de NH<sub>4</sub>Cl - NH<sub>4</sub>OH (pH 10.00), luego 18ml de agua destilada con 5 gotas de Carbamatos de sodio (Compleja metales que interfieren en la reacción) y 3 gotas del Indicador Negro de Eriocromo T. Titular con EDTA, el cambio de color es de Vino Tinto a Azul.



Por último, el EDTA desplazará al Ca<sup>2+</sup> y al Mg<sup>2+</sup> del complejo formado con el indicador NET respectivamente, formando un nuevo complejo Metal-EDTA con una mayor estabilidad, cambiando el color de la disolución en el punto final de la titulación del Vino Tinto al azul del indicador libre. (7)



**2.7.8 Diagrama Experimental para la Determinación de Calcio más Magnesio por el Método Complejométrico**





### **Viraje de color es de Vino tinto a Azul**

#### **2.7.9 Determinación de Calcio y Magnesio por el Método de Espectrometría de Absorción Atómica**

Para el Análisis Espectrofotométrico de los iones Calcio y Magnesio se requiere de un equipo de Espectroscopía de Absorción Atómica (EAA). El equipo de medición Espectroscópica disponible en el Laboratorio de Suelo es marca Perkin Elmer modelo AA-700. Las mediciones de Calcio y Magnesio se realizarán por procedimientos individuales haciendo uso del proceso de Absorción Atómica, esto es cuando el átomo que está en su estado basal absorbe luz a una determinada longitud de onda específica, luego este pasa a un estado excitado lo que provoca que el número de átomos que reciben luz se incrementan y así se pueda determinar la concentración que tenga la solución problema. El uso de esta luz seleccionada a una determinada longitud de onda es específico para cada elemento. El equipo EAA modelo AA-700 es automatizado y brinda los resultados impresos. (12)

##### **A) Para determinar la concentración Calcio se siguen los siguientes pasos:**

Para las condiciones recomendadas por el equipo, en la determinación de Calcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ), se seleccionó la técnica de Absorción, en el Programa del equipo (WinLab 32), se escoge una longitud de onda específica de 422.7nm. El tipo de combustible es aire-acetileno. Se prepara una Curva de Calibración usando soluciones estándares de Calcio a las concentraciones de 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 y 5.0ppm, utilizando como solvente Acetato de Amonio (1M, pH 7.00). Se selecciona la Ecuación Lineal para el modo de trabajo. Se procede con las lecturas de las soluciones estándares y soluciones problemas y luego se imprimen los resultados:

La muestra problema fue preparada de la siguiente forma: se peso 4.00g de suelo se adicionaron 20ml de solución extractarte Acetato de Amonio (1M, pH 7.00), se agito por 30min y se filtro.

Se tomó una alícuota de 0.5ml del extracto de Acetato de Amonio conteniendo muestra, 22ml de solución de Acetato de Amonio (1M, pH 7.00) y 2.5ml de solución de

Tricloruro de Lantano 1%, (Tricloruro de Lantano al 1% para eliminar las interferencias químicas del Al, P y Si), se agitó y se midió en el equipo Perkin Elmer, Modelo AA-700. El Blanco es preparado con solución de Acetato de Amonio (1M, pH 7.00) y solución de Tricloruro de Lantano 1%. Para la muestra de suelo se utilizó un factor de dilución de 50.

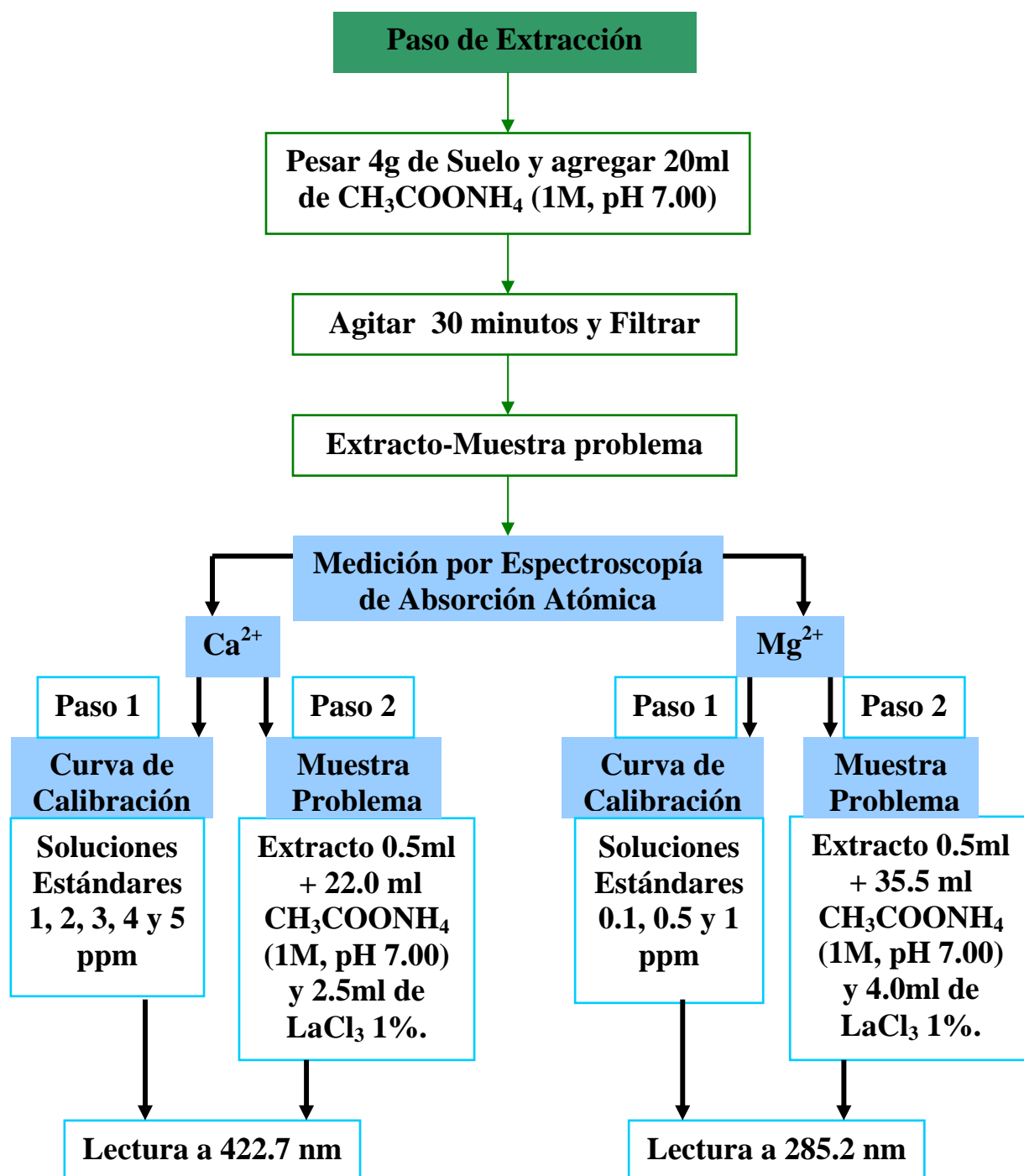
**B) Para determinar la concentración Magnesio se siguen los siguientes pasos:**

Para las condiciones recomendadas por el equipo, en la determinación de Magnesio ( $Mg^{2+}$ ) se seleccionó la técnica de Absorción Atómica, en el programa del equipo (WinLab 32), se escoge una longitud de onda específica de 285.2nm. El tipo de combustible es aire-acetileno. Se prepara una Curva de Calibración usando soluciones estándares de Magnesio ( $Mg^{2+}$ ) a las concentraciones de 0.1, 0.5 y 1.0ppm, utilizando como solvente Acetato de Amonio (1M, pH 7.00). Se selecciona la Ecuación Lineal para el modo de trabajo. Se procede con las lecturas de las soluciones estándares y soluciones problemas y luego se imprimen los resultados.

La muestra problema fue preparada de la siguiente forma: Del extracto de Acetato de Amonio conteniendo muestra tomar 0.5ml, agregar 35.5ml de solución de extractarte Acetato de Amonio (1M, pH 7.00), y 4ml de la solución de Tricloruro de Lantano 1% (Tricloruro de lantano al 1% para eliminar la interferentes químicos como Al, P y Si). Se midió en el equipo Perkin Elmer, Modelo AA-700. El Blanco contenía la solución de Acetato de Amonio (1M, pH 7.00). y solución de Tricloruro de Lantano 1%. Para la muestra de suelo se utilizó un factor de dilución de 80.



**2.8.1 Diagrama Experimental para la Determinación de Calcio y Magnesio por el Método de Espectrometría de Absorción Atómica**



### 3. Resultados

#### 3.1 Análisis Físicos para la Muestra de Suelo

##### 3.1.1 Humedad

El contenido de humedad en la muestra se calcula a través de las siguientes ecuaciones:

$$P_{shr} = (P_{sh} - P_c) \quad (3.1)$$

$$P_{ssr} = (P_{ss} - P_c) \quad (3.2)$$

$$H \% = [(P_{shr} - P_{ssr}) / (P_{ssr})] \times 100 \quad (3.3)$$

$P_{shr}$  = Peso de suelo húmedo real seco a 40 °C.

$P_{sh}$  = Peso de suelo húmedo a 40 °C.

$P_c$  = Peso del cilindro porta muestra, el valor de  $P_c$  es un valor especificado por el fabricante.

Las pesadas de los cilindros con las muestras de suelo se realizaron en una balanza analógica.

$P_{ssr}$  = Peso de suelo seco real a 105 °C.

$P_{ss}$  = Peso de suelo seco a 105 °C.

$H \%$  = Contenido Porcentual de Humedad en la Muestra Problema.

**Tabla 10. Resultados del Análisis de H % en la Muestra de Suelo.**

Repetición N°	Psh (g)	Pc (g)	Pshr (g)	Pss (g)	Pssr (g)	H %
Repetición 1	204.0	84.40	119.6	185.3	100.9	18.53
Repetición 2	218.8	81.5	137.3	196.5	115.0	19.39
Repetición 3	206.9	81.5	125.4	183.7	102.2	22.70
<b>Media: <math>\bar{X}</math></b>						<b>20.21</b>
<b>Desviación Estándar: S</b>						<b>2.20</b>
<b>Intervalo de Confianza: <math>\mu = \bar{X} \pm t(S / \sqrt{n})</math></b>						<b>20.21 ± 5.5</b>

**Nota:** El valor de t se corresponde a un nivel del 99% de confianza.

##### 3.1.2 Densidad

**La densidad Aparente en una muestra de suelo se calcula a través de las siguientes ecuaciones:**

$$P_{sm} = (P_s - P_c) \quad (3.4)$$

$$V_c = \pi (r^2) (h) \quad (3.5)$$

$$D_a = P_{sm} / V_c \quad (3.6)$$

$V_c$  = Volumen del cilindro.

$\pi$  = Valor constante 3.1416.

$r^2$  = Valor del radio del cilindro en centímetros.

$h$  = Altura del cilindro en centímetros.

$D_a$  = Densidad aparente en  $g/cm^3$ .

**Tabla 11. Resultados del Análisis de Densidad Aparente en la Muestra de Suelo.**

Repetición N°	Ps (g)	Pc (g)	Psm (g)	r (cm)	h (cm)	Vc (cm <sup>3</sup> )	Da (g/cm <sup>3</sup> )
Repetición 1	185.3	84.4	100.9	2.45	5.2	98.06	1.03
Repetición 2	196.5	81.5	115.0	2.45	5.2	98.06	1.17
Repetición 3	183.7	81.5	102.2	2.45	5.2	98.06	1.04
<b>Media: <math>\bar{X}</math></b>							<b>1.08</b>
<b>Desviación Estándar: S</b>							<b>0.08</b>
<b>Intervalo de Confianza: <math>\mu = \bar{X} \pm t(S / \sqrt{n})</math></b>							<b>1.08 ± 0.2</b>

**Nota:** El valor de t se corresponde a un nivel del 99% de confianza.

### 3.1.3 Textura

**La textura en una muestra de suelo se calcula a través de las siguientes ecuaciones:**

$$\% \text{ Arcilla} = (\text{arcilla g}) (1000/25) (100/10) \quad (3.7)$$

$$\% \text{ Limo} = [(\text{arcilla} + \text{limo}) \text{ g} - \text{arcilla g}] (1000/25) (100/10) \quad (3.8)$$

$$\% \text{ Arena} = 100 \% - (\text{Limo} + \text{Arcilla}) \% \quad (3.9)$$

$$\text{arcilla (g)} = (P_{cm} - T_c)$$

$$\text{limo (g)} = (P_{cm} - T_c)$$

$$\text{arena (g)} = (P_{cm} - T_c)$$

$P_{cm}$  = Peso del Crisol más muestra en gramos.

$T_c$  = Tara del crisol en gramos.

1000 = Volumen de la probeta en mL.

25 = Volumen tomado de muestra en mL.

100 = Factor para referir a porcentaje.

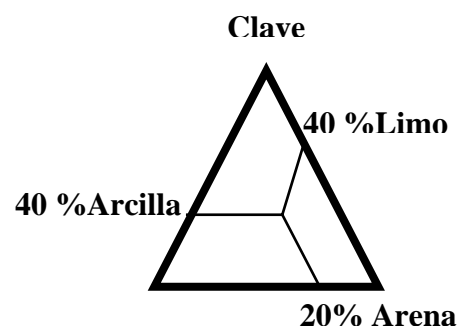
10 = Cantidad de muestra en gramos empleada para el análisis.

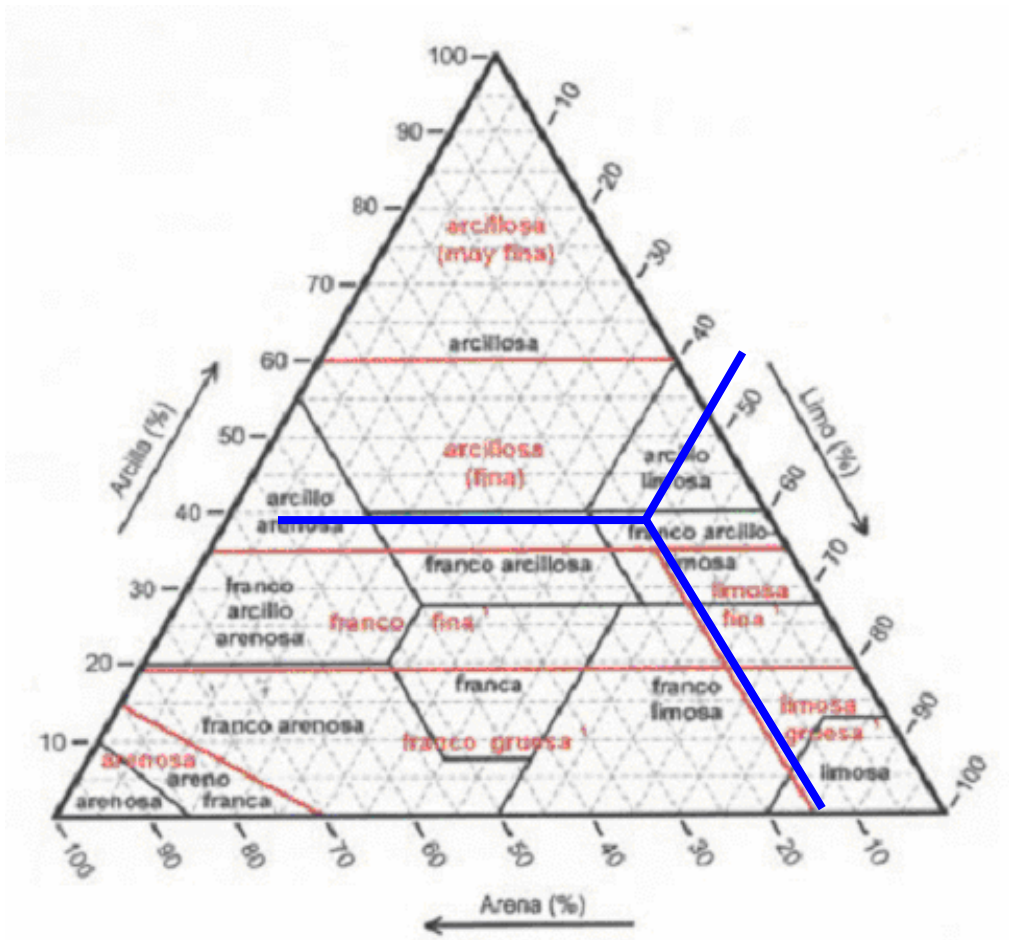
Considerando las tres fracciones del Suelo y la Composición Porcentual calculada en cada caso hacemos uso del **Triángulo de Textura** para identificar la Textura de la Muestra-Problema.

**Tabla 12. Resultados del Análisis de Textura en la Muestra de Suelo.**

Análisis	arcilla (g)	(arcilla+limo) (g)	% Arcilla	% Limo	% Arena
Repetición 1	0.0298	0.0705	11.92	16.28	71.80
Repetición 2	0.0372	0.0814	14.88	17.68	67.44
Repetición 3	0.0152	0.0567	16.08	16.60	77.32
Promedio	0.0274	0.0695	14.29	16.85	72.19
Tipo de Textura de las tres muestra es:			Franco Arenoso		

**El Triángulo de Textura.**





### 3.1 Análisis Químico para la Muestra de Suelo

#### 3.2.1 Medición del pH

Tabla 13. Resultados de la Medición de pH en la Muestra de Suelo.

Repetición Nº	Mediciones de pH		
	A	B	C
1	6.73	6.38	6.59
2	6.69	6.34	6.55
3	6.63	6.32	6.52
4	6.60	6.29	6.48
5	6.58	6.29	6.46
<b>Media: <math>\bar{X}</math></b>	<b>6.65</b>	<b>6.32</b>	<b>6.52</b>
<b>Media Global: <math>\bar{X}</math></b>			<b>6.50</b>
<b>Desviación Estándar: S</b>			<b>0.05</b>
<b>Intervalo de confianza: <math>\mu = \bar{X} \pm t(S / \sqrt{n})</math></b>			<b><math>6.50 \pm 0.12</math></b>

**Nota 1:** El valor de t se corresponde a un nivel del 99% de confianza.

**Nota 2:** Funcionamiento del equipo, ver Anexos.

#### 3.2.2 Medición de la Conductividad Eléctrica

Tabla 14. Medición de la Conductividad Eléctrica en la Muestra de Suelo.

Número de Lecturas	$\mu\text{S/cm}$ (Microsiemens por centímetro)		
	A	B	C
1	48.0	40.7	41.4
2	47.7	41.5	41.9
3	47.5	41.8	42.3
4	47.3	42.0	42.4
5	47.2	42.1	42.5
<b>Media <math>\bar{X}</math></b>	<b>47.5</b>	<b>41.6</b>	<b>42.1</b>
<b>Media Global: <math>\bar{X}</math></b>			<b>43.75</b>
<b>Desviación Estándar: S</b>			<b>0.45</b>
<b>Intervalo de Confianza: <math>\mu = \bar{X} \pm t(S / \sqrt{n})</math></b>			<b><math>43.75 \pm 1.12</math></b>

**Nota 1:** El valor de t se corresponde a un nivel del 99% de confianza.

**Nota 2:** Funcionamiento del equipo, ver Anexos.

### 3.2.3 Determinación de Calcio por el Método Complejométrico

Se realizaron 50 titulaciones volumétricas, por Valoración Complejométrica, utilizando como titulante una solución de EDTA, para determinar del contenido de  $\text{Ca}^{2+}$  presente en la muestra estudio de suelo,  $[\text{Ca}(s)]$ , en las condiciones de pH 14 con una solución de Hidróxido de sodio. Análogamente se tituló una solución constituida por solución extractante, Hidróxido de Sodio ó solución buffer pH 14, agua desionizada y el indicador Murexida, esta solución la identificaremos como el Blanco,  $[\text{Ca}(b)]$ , la que se midió una vez por cada 5 titulaciones en la determinación  $\text{Ca}^{2+}$  con EDTA en la muestra-problema. Cada muestra de suelo fue tratada con solución extractante, Acetato de Amonio (1M, pH 7.00).

Para expresar los resultados obtenidos en la Medición Titulométrica de  $\text{Ca}^{2+}$  se utiliza la siguiente ecuación:

$$E = (Vt) (N) (Ve / Va) (100 / pm) \quad (3.10)$$

**E** = Cantidad de meq / 100g de suelo del elemento determinado.

**Vt** = Volumen total en mL de EDTA gastado en la titulación.

**N** = Normalidad del EDTA.

**Ve** = Volumen en mL del extractante agregado.

**Va** = Alícuota tomada en mL.

**pm** = Peso en gramos de la muestra.

**100** = Factor para referirlo 100 gramos de suelo.

**Tabla 15. Resultados de la Titulación del Blanco.**

Medición No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Blanco (mL)	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
EDTA (mL)	0.15	0.15	0.10	0.10	0.15	0.10	0.15	0.10	0.10	0.10

a) Procedimiento para calcular la cantidad de Calcio en la Titulación 1

**La determinación del valor de Vt en la ecuación (3.10) se calcula de la siguiente manera:**

**Medición 1**

$$Vt = \text{Ca}(s) - \text{Ca}(b) \quad (3.11)$$

$$Vt = 4.65\text{mL} - 0.15\text{mL} = \mathbf{4.50\text{ml}}$$

Ca(s): Volumen gastado de EDTA en la titulación de  $\text{Ca}^{2+}$ .

Ca(b): Volumen gastado de EDTA al medir el Blanco.

**Tabla 16. Condiciones establecidas para llevar a cabo la Titulación 1.**

<b>Muestra-suelo de estudio</b>	<b>1</b>
<b>Peso del suelo en gramos</b>	<b>4.0013</b>
<b>ml de Acetato de Amonio 1M, pH 7.00</b>	<b>20</b>
<b>Fracción ml, para titular</b>	<b>5</b>
<b>Normalidad de EDTA</b>	<b>0.0125</b>
<b>Indicador Metalocrómico</b>	<b>Murexida</b>
<b>Solución de NaOH 6M</b>	<b>pH 14</b>
<b>Ca(s), mL de EDTA gastados en la titulación</b>	<b>4.65</b>
<b>Blanco, mL de Acetato de Amonio 1M, pH 7.00</b>	<b>5</b>
<b>Ca(b), mL de EDTA gastados en la titulación</b>	<b>0.15</b>

Al introducir los valores en la ecuación (3.10) obtenemos el resultado de la Titulación 1:

$$E = (Vt) (N) (Ve / Va) (100 / pm)$$

$$E = (4.50\text{mL}) (0.0125\text{N}) (20.00\text{mL} / 5.00\text{mL}) (100 / 4.0013\text{g})$$

$$E = 5.62 \text{ meqCa}^{2+} / 100\text{g suelo}$$

### **3.2.3.1 Conversión de Unidades meq Ca<sup>2+</sup>/100g suelo a mg CaO/100g suelo**

El resultado numérico de la Titulación 1 se expresa en meq Ca<sup>2+</sup>/100g suelo, este valor hay que convertirlo a miligramos de Oxido de Calcio (mg CaO) y reportarlo por cada 100g suelo, esto va en acuerdo a los reportes de la Literatura Científica particular en este tipo de Mediciones. Para la conversión de unidades se aplica la siguiente ecuación:

$$[\text{mg CaO}/100\text{g}] = (E)(20.039\text{mg Ca}^{2+}/1\text{meq Ca}^{2+})(56.0774\text{g CaO}/40.078\text{g Ca}) \quad (3.12)$$

Al introducir el valor de **E** y los respectivos factores de conversión en la ecuación (3.12), obtenemos el valor de mg CaO/100g en la muestra de suelo.

$$[\text{mgCaO}/100\text{g}] = (5.62\text{meqCa}^{2+}/100\text{g})(20.039\text{mgCa}^{2+}/1\text{meqCa}^{2+})(56.0774\text{gCaO}/40.078\text{gCa})$$

$$[\text{mgCaO}/100\text{g}] = \mathbf{157.67} \text{ mg CaO}/100\text{g suelo}$$

Los resultados que se encuentran plasmados en la Tabla 17, se obtuvieron en cinco días consecutivos, es decir por cada día se hicieron diez repeticiones para la determinación del Calcio y así mismo se hizo una medición del blanco en la muestra de suelo.



**Tabla 17. Resultados en la Determinación de Calcio por el Método Complejométrico.**  
**(Recordemos que  $V_t = Ca(s) - Ca(b)$  y  $E = (V_t)(N) (V_e / V_a) (100 / P_m)$ )**

Titulación	Pm	EDTA 0.0125 N		E	mg CaO / 100g
		Ca(s) mL	Vt (mL)		
<b>Día 1</b>					
1	4.0013	4.65	4.50	5.62	<b>157.67</b>
2	4.0013	4.65	4.50	5.62	<b>157.67</b>
3	4.0011	4.60	4.45	5.56	<b>155.92</b>
4	4.0015	4.65	4.50	5.62	<b>157.66</b>
5	4.0013	4.60	4.45	5.56	<b>155.91</b>
6	4.0009	4.65	4.50	5.62	<b>157.68</b>
7	4.0009	4.60	4.45	5.56	<b>155.93</b>
8	4.0004	4.65	4.50	5.62	<b>157.70</b>
9	4.0002	4.65	4.50	5.62	<b>157.71</b>
10	4.0009	4.60	4.45	5.56	<b>155.93</b>
<b>Día 2</b>					
11	4.0004	4.65	4.55	5.68	<b>159.45</b>
12	4.0008	4.65	4.55	5.68	<b>159.44</b>
13	4.0006	4.60	4.50	5.62	<b>157.69</b>
14	4.0005	4.65	4.55	5.68	<b>159.45</b>
15	4.0005	4.65	4.55	5.68	<b>159.45</b>
16	4.0007	4.60	4.50	5.62	<b>157.69</b>
17	4.0007	4.65	4.55	5.68	<b>159.44</b>
18	4.0005	4.65	4.55	5.68	<b>159.45</b>
19	4.0005	4.65	4.55	5.68	<b>159.45</b>
20	4.0003	4.60	4.50	5.62	<b>157.71</b>
<b>Día 3</b>					
21	4.0008	4.55	4.40	5.49	<b>154.18</b>
22	4.0002	4.55	4.40	5.49	<b>154.21</b>
23	4.0004	4.50	4.35	5.43	<b>152.45</b>
24	4.0006	4.40	4.25	5.31	<b>148.93</b>
25	4.0003	4.45	4.30	5.37	<b>150.70</b>
26	4.0006	4.55	4.45	5.56	<b>155.94</b>
27	4.0005	4.40	4.30	5.37	<b>150.69</b>
28	4.0004	4.45	4.35	5.43	<b>152.45</b>
29	4.0004	4.45	4.35	5.43	<b>152.45</b>
30	4.0002	4.55	4.45	5.56	<b>155.96</b>
<b>Día 4</b>					
31	4.0006	4.55	4.40	5.49	<b>154.19</b>
32	4.0004	4.45	4.30	5.37	<b>150.69</b>
33	4.0004	4.55	4.40	5.49	<b>154.20</b>
34	4.0004	4.55	4.40	5.49	<b>154.20</b>
35	4.0005	4.55	4.40	5.49	<b>154.19</b>
36	4.0003	4.45	4.35	5.43	<b>152.45</b>
37	4.0004	4.55	4.45	5.56	<b>155.95</b>
38	4.0005	4.55	4.45	5.56	<b>155.95</b>
39	4.0005	4.45	4.35	5.43	<b>152.44</b>
40	4.0003	4.45	4.35	5.43	<b>152.45</b>
<b>Día 5</b>					
41	4.0008	4.45	4.35	5.43	<b>152.43</b>
42	4.0007	4.55	4.45	5.56	<b>155.94</b>
43	4.0004	4.55	4.45	5.56	<b>155.95</b>
44	4.0004	4.55	4.45	5.56	<b>155.95</b>
45	4.0004	4.55	4.45	5.56	<b>155.95</b>
46	4.0005	4.55	4.45	5.56	<b>155.95</b>
47	4.0008	4.50	4.40	5.49	<b>154.18</b>
48	4.0004	4.50	4.40	5.49	<b>154.20</b>
49	4.0005	4.50	4.40	5.49	<b>154.19</b>
50	4.0005	4.50	4.40	5.49	<b>154.19</b>

### 3.2.4 Determinación de Calcio más Magnesio por el Método Complejométrico

Se realizaron 50 titulaciones volumétricas, por Valoración Complejométrica, utilizando como titulante una solución de EDTA para la determinación del contenido de  $\text{Ca}^{2+}$  más  $\text{Mg}^{2+}$  presente en la muestra estudio de suelo,  $[\text{Ca}+\text{Mg}(s)]$ , en las condiciones de pH 10 con una solución buffer  $\text{NH}_4\text{Cl}-\text{NH}_4\text{OH}$ . Análogamente se tituló una solución blanco que la llamaremos  $[\text{Ca}+\text{Mg}(b)]$ , la que se midió una vez por cada 5 titulaciones en la determinación  $\text{Ca}^{2+}$  más  $\text{Mg}^{2+}$  con EDTA en la muestra-problema. Las muestras de suelo, individualmente fueron tratadas con solución extractante, Acetato de Amonio 1M, pH 7.00, al que identificaremos como el Blanco.

La Tabla 18 plasma los resultados de las Condiciones de Pre-Titulación del Blanco, esto es titulando 5 mL de Acetato de Amonio (1M, pH 7.00), con EDTA 0.0125N como titulante en presencia del Indicador NET.

**Tabla 18. Resultados de la Titulación del Blanco  $[(\text{Ca}+\text{Mg})b]$ .**

Medición No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
EDTA (mL)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

El objetivo de hacer la medición Titulométrica del blanco es para determinar si existe la presencia de iones  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$  en la solución de Acetato de Amonio 1M, pH 7.00. Los resultados plasmados en la Tabla 21, demuestran que tales iones no están presentes en la solución-blanco.

Se debe considerar, sin embargo, que lo que se determina experimentalmente es el contenido total de Calcio más Magnesio  $[(\text{Ca} + \text{Mg})s]$  en la muestra de estudio, así como en su correspondiente blanco  $[(\text{Ca} + \text{Mg})b]$ .

Por tanto habiendo realizado el procedimiento experimental los cálculos numéricos para la determinación de Calcio en la muestra de estudio, así como en su correspondiente blanco, lo que resta por hacer es calcular numéricamente, en este caso se hace por simple sustracción, el contenido de Magnesio en la muestra de estudio, así como en su correspondiente blanco, para calcular el valor del volumen total utilizado en la reacción se calcula usando la ecuación:

$$V_t = \text{mL}(\text{Ca} + \text{Mg})(s) - \text{mL}(\text{Ca} + \text{Mg})(b) \quad (3.13)$$

Para expresar los resultados obtenidos en la determinación de Calcio más Magnesio usando el Método de Titulación por Complejometría se aplica la siguiente ecuación (3.10). Finalmente para calcular la cantidad de  $\text{meqMg}^{2+}/100\text{g}$  suelo en la muestra de suelo, se hace de forma indirecta haciendo uso de la siguiente ecuación:

$$[\text{meqMg}^{2+}/100\text{g suelo}] = [(\text{meq Ca}+\text{Mg}/100\text{g suelo}) - (\text{meq Ca}/100\text{g suelo})] \quad (3.14)$$

a) Procedimiento para calcular la cantidad de Magnesio en la Titulación 1.

**Tabla 19. Condiciones establecidas para llevar a cabo la Titulación 1.**

<b>Muestra-suelo de estudio</b>	<b>1</b>
<b>Peso del suelo en gramos</b>	<b>4.0013</b>
<b>ml de Acetato de Amonio 1M, pH 7.00</b>	<b>20</b>
<b>Fracción ml, para titular</b>	<b>5</b>
<b>Normalidad de EDTA</b>	<b>0.0125</b>
<b>Indicador Metalocrómico</b>	<b>NET</b>
<b>2ml Solución <math>\text{NH}_4\text{Cl} - \text{NH}_4\text{OH}</math></b>	<b>pH: 10</b>
<b>(Ca+Mg), mL de EDTA gastados en la titulación</b>	<b>5.90</b>
<b>Blanco, ml de Acetato de Amonio 1M, pH 7.00</b>	<b>5</b>
<b>(Ca+Mg)b, mL de EDTA gastados en la titulación</b>	<b>0.00</b>

Para determinar  $V_t$  se utiliza la ecuación (3.13):

$$V_t = \text{mL (Ca + Mg)(s)} - \text{mL (Ca + Mg)(b)}$$

$$V_t = 5.90 \text{ mL} - 0.00 \text{ mL} = 5.90 \text{ mL}$$

**mL (Ca + Mg)(s):** Volumen gastado en la titulación de  $(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+})$  en la solución-problema.

**mL (Ca + Mg)(b):** Volumen gastado al medir  $(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+})$  en el Blanco.

Al introducir los valores en la ecuación (3.10) obtenemos el resultado de la Titulación 1:

$$E = (V_t) (N) (V_e/V_a) (100/\text{pm}) \quad (3.10)$$

$$E = (5.90\text{mL}) (0.0125\text{N}) (20 / 5) (100 / 4.0013)$$

$$E = 7.37 \text{ meq (Ca}^{2+}+\text{Mg}^{2+})/ 100\text{g suelo}$$

Para determinar la cantidad de  $\text{meqMg}^{2+}/100\text{g}$  suelo, aplicamos la ecuación (3.14).

$$[\text{meqMg}^{2+}/100\text{g suelo}] = [(\text{meq (Ca}^{2+}+\text{Mg}^{2+})/ 100\text{g suelo}) - (\text{meq Ca}^{2+}/100\text{g suelo})]$$

$$[\text{meqMg}^{2+}/100\text{g suelo}] = (7.37 - 5.62) = 1.75 \text{ meq Mg}^{2+} / 100\text{g suelo}$$

$$[\text{meqMg}^{2+}/100\text{g suelo}] = 1.75 \text{ meq Mg}^{2+} / 100\text{g suelo}$$

### 3.2.4.1 Conversión de Unidades meqMg<sup>2+</sup>/100g suelo a mgMgO/100g suelo

El resultado numérico de la Titulación 1 se expresa en meq Mg<sup>2+</sup>/100g suelo, este valor hay que convertirlo a miligramos de Oxido de magnesio (mg MgO) y reportarlo por cada 100g suelo, esto va en acuerdo a los reportes de la Literatura Científica particular en este tipo de Mediciones. Para la conversión de unidades se aplica la ecuación (3.15). Considerando los pesos atómicos para Magnesio y Oxígeno dados por IUPAC y el valor encontrado por E para el caso de la Titulación 1 y se aplica la ecuación (3.15):

$$[\text{mgMgO}/100\text{g}] = E (12.152\text{mgMg}^{2+} / 1\text{meqMg}^{2+}) (40.304\text{mgMgO} / 24.305\text{mgMg}^{2+}) \quad (3.15)$$

$$[\text{mgMgO}/100\text{g}] = (1.749\text{meqMg}^{2+})(12.15\text{mgMg}^{2+}/1\text{meqMg}^{2+})(40.30\text{mgMgO}/24.30\text{mgMg}^{2+})$$

$$[\text{mg MgO}/100\text{g}] = 35.25$$

**Tabla 20. Resultados de la Determinación de Magnesio por el Método Complejométrico.**

Los resultados se realizaron en cinco días, es decir diez repeticiones por cada día para la determinación de Magnesio.

Titulación No.	Pm	EDTA 0.0125 N		E	meq Mg/100g	mg MgO/100g
		mL(Ca+Mg)s	Vt			
<b>Día 1</b>						
1	4.0013	5.90	5.90	7.372	1.749	<b>35.25</b>
2	4.0013	5.90	5.90	7.372	1.749	<b>35.25</b>
3	4.0011	5.85	5.85	7.310	1.749	<b>35.26</b>
4	4.0015	5.80	5.80	7.247	1.624	<b>32.74</b>
5	4.0013	5.85	5.85	7.310	1.749	<b>35.25</b>
6	4.0009	5.90	5.90	7.373	1.749	<b>35.26</b>
7	4.0009	5.80	5.80	7.248	1.687	<b>34.00</b>
8	4.0004	5.90	5.90	7.374	1.749	<b>35.26</b>
9	4.0002	5.85	5.85	7.312	1.687	<b>34.01</b>
10	4.0009	5.90	5.90	7.373	1.812	<b>36.52</b>
<b>Día 2</b>						
11	4.0004	5.90	5.90	7.374	1.687	<b>34.00</b>
12	4.0008	5.80	5.80	7.248	1.562	<b>31.48</b>
13	4.0006	5.85	5.85	7.311	1.687	<b>34.00</b>
14	4.0005	5.85	5.85	7.311	1.624	<b>32.74</b>
15	4.0005	5.85	5.85	7.311	1.624	<b>32.74</b>
16	4.0007	5.90	5.90	7.373	1.749	<b>35.26</b>
17	4.0007	5.85	5.85	7.311	1.624	<b>32.74</b>
18	4.0005	5.90	5.90	7.374	1.687	<b>34.00</b>
19	4.0005	5.90	5.90	7.374	1.687	<b>34.00</b>
20	4.0003	5.85	5.85	7.311	1.687	<b>34.00</b>
<b>Día 3</b>						
21	4.0008	5.80	5.80	7.248	1.749	<b>35.26</b>
22	4.0002	5.85	5.85	7.312	1.812	<b>36.52</b>
23	4.0004	5.85	5.85	7.311	1.874	<b>37.78</b>
24	4.0006	5.80	5.80	7.248	1.937	<b>39.04</b>
25	4.0003	5.85	5.85	7.311	1.937	<b>39.04</b>
26	4.0006	5.80	5.80	7.248	1.687	<b>34.00</b>
27	4.0005	5.80	5.80	7.249	1.874	<b>37.78</b>
28	4.0004	5.85	5.85	7.311	1.874	<b>37.78</b>
29	4.0004	5.85	5.85	7.311	1.874	<b>37.78</b>
30	4.0002	5.85	5.85	7.312	1.749	<b>35.26</b>

<b>Día 4</b>						
31	4.0006	5.85	5.85	7.311	1.812	<b>36.52</b>
32	4.0004	5.85	5.85	7.311	1.937	<b>39.04</b>
33	4.0004	5.85	5.85	7.311	1.812	<b>36.52</b>
34	4.0004	5.85	5.85	7.311	1.812	<b>36.52</b>
35	4.0005	5.80	5.80	7.249	1.749	<b>35.26</b>
36	4.0003	5.85	5.85	7.311	1.874	<b>37.78</b>
37	4.0004	5.85	5.85	7.311	1.749	<b>35.26</b>
38	4.0005	5.85	5.85	7.311	1.749	<b>35.26</b>
39	4.0005	5.80	5.80	7.249	1.812	<b>36.52</b>
40	4.0003	5.85	5.85	7.311	1.874	<b>37.78</b>
<b>Día 5</b>						
41	4.0008	5.85	5.85	7.311	1.874	<b>37.78</b>
42	4.0007	5.85	5.85	7.311	1.749	<b>35.26</b>
43	4.0004	5.85	5.85	7.311	1.749	<b>35.26</b>
44	4.0004	5.85	5.85	7.311	1.749	<b>35.26</b>
45	4.0004	5.85	5.85	7.311	1.749	<b>35.26</b>
46	4.0005	5.80	5.80	7.249	1.687	<b>34.00</b>
47	4.0008	5.85	5.85	7.311	1.812	<b>36.52</b>
48	4.0004	5.85	5.85	7.311	1.812	<b>36.52</b>
49	4.0005	5.85	5.85	7.311	1.812	<b>36.52</b>
50	4.0005	5.80	5.80	7.249	1.749	<b>35.26</b>

### 3.2.5 Determinación de Calcio y Magnesio por el Método de Espectrometría de Absorción Atómica

Se realizaron 15 determinaciones individuales para encontrar las concentraciones de los cationes Calcio en la muestra problema y 15 Determinaciones individuales para encontrar las concentraciones de los cationes Magnesio en la muestra problema, se hizo uso del equipo Perkin Elmer, Modelo AA-700, se trabajó con la técnica de Absorción, ver Anexo.

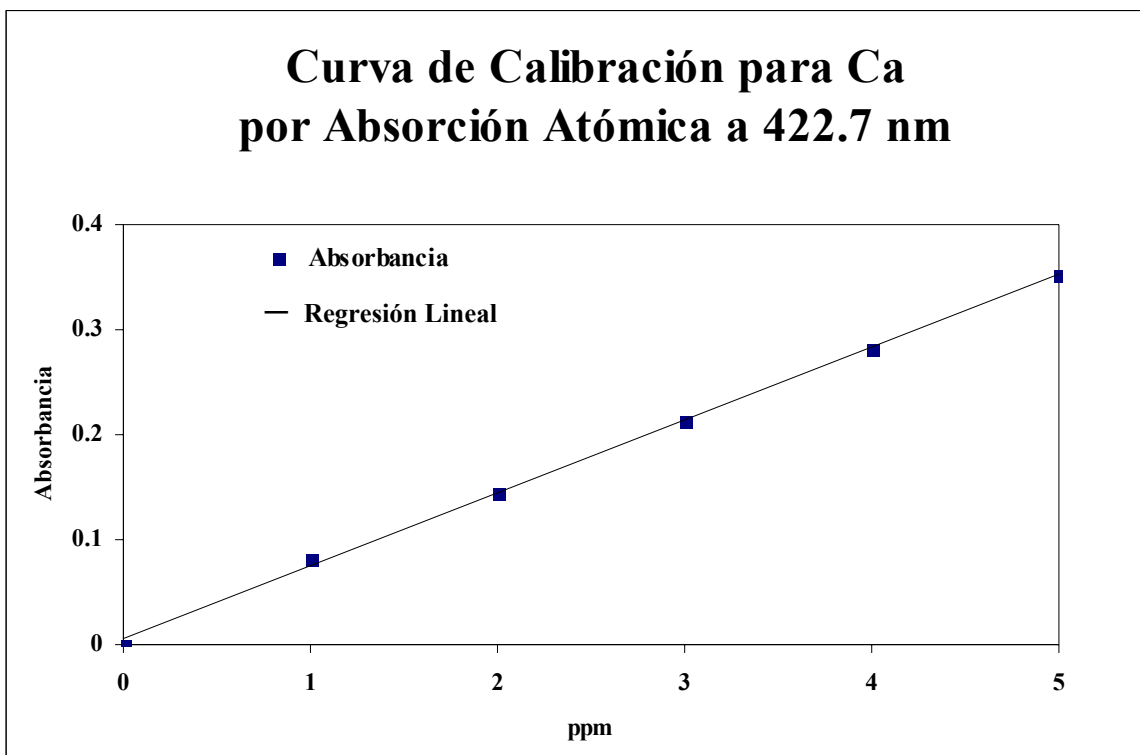
Análogamente se midió una solución blanco para cada catión respectivamente en la muestra-problema. Las muestras de suelo, fueron tratadas con solución Extractante, Acetato de Amonio 1M, pH 7.00.

Se agregó al blanco, a los estándares y a las muestras solución de Tricloruro de Lantano al 1%, para eliminar interferencias y mejorar la ionización de los iones Calcio y Magnesio en la muestra de estudio. Las concentraciones de Ca y Mg son expresadas en mg/L, estas son calculadas automáticamente por el equipo haciendo uso de los resultados de las Curvas de Calibración de Ca y Mg medidas con anticipación, estas son tareas realizadas por el programa WinLab32, ver Anexos.

**Tabla 21. Resultados de las Mediciones de Calcio y Magnesio por el Método de Espectrometría de Absorción Atómica usando la Técnica de Absorción.**

Análisis No.	Pm	mg Ca <sup>2+</sup> / L	mg Mg <sup>2+</sup> / L
1	4.0007	4.602	0.546
2	4.0006	4.548	0.540
3	4.0009	4.603	0.534
4	4.0003	4.448	0.537
5	4.0006	4.561	0.498
6	4.0004	4.451	0.525
7	4.0006	4.517	0.514
8	4.0008	4.536	0.518
9	4.0007	4.597	0.502
10	4.0003	4.453	0.485
11	4.0005	4.435	0.535
12	4.0006	4.522	0.516
13	4.0005	4.505	0.509
14	4.0006	4.679	0.523
15	4.0005	4.495	0.511

**3.2.5.1 Curva de Calibración para Calcio obtenida por el equipo PE-AA-700**  
 Resultados obtenidos al preparar la Curva de Calibración Normal para Calcio medida en un Espectrómetro de Absorción Atómica PE-AA-700 a una longitud de onda de 422.7 nm. Editado por el programa WinLab32 en el modo de Edit Calibration ejecutando una regresión lineal.

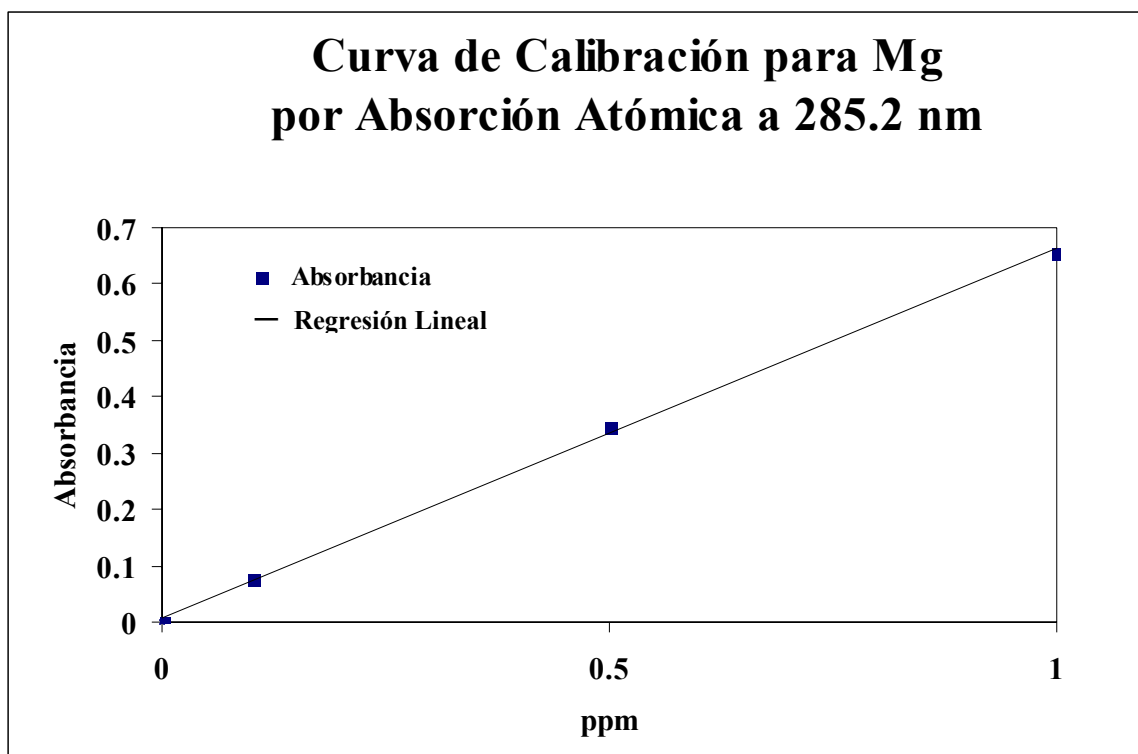


Calibration Curve Slope: **0.07105**  
 Calibration Curve Intercept: **0.00000**  
 Calibration Curve Correlation Coefficient (r): **0.998549**  
 Calibration Curve Type: **Linear Through Zero**

Std #	Standard ID	Entered Conc.	Calculated Conc.	Action
Blank	Extractante	0	0.000	Include
1	Patrón 1	1.0	1.159	Include
2	Patrón 2	2.0	2.036	Include
3	Patrón 3	3.0	3.013	Include
4	Patrón 4	4.0	3.976	Include
5	Patrón 5	5.0	4.959	include

### 3.2.5.2 Curva de Calibración para Magnesio obtenida por el equipo PE-AA-700

Resultados obtenidos al preparar la Curva de Calibración Normal para Magnesio medida en un Espectrómetro de Absorción Atómica PE-AA700 a una longitud de onda de 285.2 nm. Editado por el programa WinLab32 en el modo de Edit Calibration ejecutando una regresión lineal.



**Calibration Curve Slope:** 0.66627  
**Calibration Curve Intercept:** 0.00000  
**Calibration Curve Correlation Coefficient (r):** 0.998844  
**Calibration Curve Type:** Linear Through Zero

Std #	Standard ID	Entered Conc.	Calculated Conc.	Action
Blank	Extractante	0	0.000	Include
1	Patrón 0.1	0.1	0.116	Include
2	Patrón 0.5	0.5	0.522	Include
3	Patrón 1.0	1.0	0.986	Include



### 3.2.5.3 Conversión de Unidades $\text{mgCa}^{2+}/\text{L}$ a $\text{mgCaO}/100\text{g}$ suelo y de $\text{mgMg}^{2+}/\text{L}$ a $\text{mgMgO}/100\text{g}$ suelo

Los datos que se encuentran en la Tabla 25 tienen que ser convertidos de unidades de  $\text{mg/L}$  a unidades de  $\text{mg}/100\text{g}$  suelo, porque así se reportan los resultados en la literatura científica, para ello aplicamos la ecuación siguiente:

$$E = (\text{Lc}) (\text{Ve}) (\text{Fd}) (100 / \text{pm}) (1\text{L} / 1000) (1.399) \quad (3.18)$$

**E** = Cantidad de  $\text{mg}/100\text{g}$  de suelo del elemento determinado ( $\text{Ca}^{2+}$  o  $\text{Mg}^{2+}$ ).

**Lc** = Lectura en  $\text{mg}/\text{L}$ .

**Ve** = Volumen en  $\text{mL}$  de extractarte agregado.

**pm** = Peso de la muestra en gramos.

**100** = Factor para referirlo a 100 gramos.

**1L/1000mL** = Factor para convertir litros a mililitros.

**1.399** = Factor para convertir  $\text{Ca}^{2+}$  a  $\text{CaO}$ .

**1.658** = Factor para convertir  $\text{Mg}^{2+}$  a  $\text{MgO}$ .

**Fd** = Factor de dilución:  $V_{fd} / V_a$ .

**Vfd** = Volumen en  $\text{mL}$  de dilución final.

**Va** = Volumen en  $\text{mL}$  de alícuota tomada.

#### a) Para el caso Análisis No. 1 de Calcio (Ca):

$$E = (\text{Lc}) (\text{Ve}) (\text{Fd}) (100 / \text{pm}) (1\text{L} / 1000) (1.399)$$

$$E = (4.602 \text{ mg/L}) (20\text{mL}) (25 \text{ mL} / 0.5\text{mL}) (100\text{g}/4.0007 \text{ g}) (1\text{L}/1000 \text{ mL}) (1.399)$$

$$E = 160.93 \text{ mg CaO}/100\text{g suelo}$$

#### b) Para el caso Análisis No. 1 de Magnesio (Mg):

$$E = (\text{Lc}) (\text{Ve}) (\text{Fd}) (100 / \text{pm}) (1\text{L} / 1000) (1.658)$$

$$E = (0.546 \text{ mg/L}) (20\text{mL}) (40 \text{ mL} / 0.5\text{mL}) (100\text{g}/4.0007 \text{ g}) (1\text{L}/1000\text{mL}) (1.658)$$

$$E = 36.20 \text{ mg MgO}/100\text{g suelo}$$

**Tabla 22. Resultados Finales expresados en mg CaO/100g suelo y mg MgO/100g suelo.**

<b>Análisis No.</b>	<b>pm</b>	<b>mg Ca<sup>2+</sup> / L</b>	<b>mg CaO/100g</b>	<b>mg Mg<sup>2+</sup> /L</b>	<b>mg MgO/100g</b>
<b>1</b>	4.0007	4.602	160.93	0.546	36.20
<b>2</b>	4.0006	4.548	159.04	0.540	35.81
<b>3</b>	4.0009	4.603	160.95	0.534	35.41
<b>4</b>	4.0003	4.448	155.56	0.537	35.61
<b>5</b>	4.0006	4.561	159.50	0.498	33.02
<b>6</b>	4.0004	4.451	155.66	0.525	34.81
<b>7</b>	4.0006	4.517	157.96	0.514	34.08
<b>8</b>	4.0008	4.536	158.61	0.518	34.35
<b>9</b>	4.0007	4.597	160.75	0.502	33.29
<b>10</b>	4.0003	4.453	155.73	0.485	32.16
<b>11</b>	4.0005	4.435	155.09	0.535	35.48
<b>12</b>	4.0006	4.522	158.13	0.516	34.22
<b>13</b>	4.0005	4.505	157.54	0.509	33.75
<b>14</b>	4.0006	4.679	163.62	0.523	34.68
<b>15</b>	4.0005	4.495	157.19	0.511	33.89

### 3.3 Comparación de los Métodos Analíticos Aplicados a la Determinación de Calcio en la Muestra de Análisis

Tabla 23. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Calcio empleando los Métodos Complejométrico-EDTA (Día 1) y EAA.

#### Group Statistics

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
Ca	Complejométrico-EDTA	10	156.9780	0.90856	0.28731	156.9780 ± 6.49
Ca	EAA	15	158.4173	2.44163	0.63043	158.4173 ± 20.24

Tabla 23.1 Independent Sample Test

Ca	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
Equal variances assumed	5.843	<b>0.024</b>	-1.774	23	<b>0.089</b>	1.43933	-3.11818	0.23951

Tabla 24. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Calcio empleando los Métodos Complejométrico-EDTA (Día 2) y EAA.

#### Group Statistics

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
Ca	Complejométrico-EDTA	10	158.9220	0.84559	0.26740	158.9220 ± 6.04
Ca	EAA	15	158.4173	2.44163	0.63043	158.4173 ± 20.24

Tabla 24.1 Independent Sample Test

Ca	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
Equal variances assumed	6.896	<b>0.015</b>	0.625	23	<b>0.538</b>	0.50467	-1.16497	2.17430

**Tabla 25. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Calcio empleando los Métodos Complejométrico-EDTA (Día 3) y EAA.**

**Group Statistics**

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
Ca	Complejométrico-EDTA	10	152.7961	2.30795	0.72984	152.7961 ± 16.49
Ca	EAA	15	158.4173	2.44163	0.63043	158.4173 ± 20.24

**Tabla 25.1 Independent Sample Test**

Ca	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
<b>Equal variances assumed</b>	0.039	<b>0.845</b>	-5.761	23	<b>0.000</b>	5.62123	-7.63983	-3.60264

**Tabla 26. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Calcio empleando los Métodos Complejométrico-EDTA (Día 4) y EAA.**

**Group Statistics**

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
Ca	Complejométrico-EDTA	10	153.6710	1.66231	0.52567	153.6710 ± 11.88
Ca	EAA	15	158.4173	2.44163	0.63043	158.4173 ± 20.24

**Tabla 26.1 Independent Sample Test**

Ca	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
<b>Equal variances assumed</b>	1.429	<b>0.244</b>	-5.357	23	<b>0.000</b>	4.74633	-6.57918	-2.91349

**Tabla 27. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Calcio empleando los Métodos Complejométrico-EDTA (Día 5) y EAA.**

**Group Statistics**

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
Ca	Complejométrico-EDTA	10	154.7180	1.18792	0.37565	154.7180 ± 8.49
Ca	EAA	15	158.4173	2.44163	0.63043	158.4173 ± 20.24

**Tabla 27.1 Independent Sample Test**

Ca	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
<b>Equal variances assumed</b>	4.033	<b>0.056</b>	-4.432	23	<b>0.000</b>	3.69933	-5.42617	-1.97250

**Tabla 28. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Calcio empleando los Métodos Complejométrico-EDTA (Días 1-5) y EAA.**

**Group Statistics**

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
Ca	Complejométrico-EDTA	50	155.4170	2.67511	0.37832	155.4170 ± 38.59
Ca	EAA	15	158.4173	2.44163	0.63043	158.4173 ± 20.24

**Tabla 28.1 Independent Sample Test**

Ca	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
<b>Equal variances assumed</b>	0.377	<b>0.541</b>	-3.882	63	<b>0.000</b>	3.00031	-4.54460	-1.45603

### 3.4 Comparación de los Métodos Analíticos Aplicados a la Determinación de Magnesio en la Muestra de Análisis

Tabla 29. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Magnesio empleando los Métodos Complejométrico-EDTA (Día 1) y EAA.

#### Group Statistics

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
Mg	Complejométrico-EDTA	10	34.8770	1.03801	0.32825	34.8770 ± 7.42
Mg	EAA	15	34.4507	1.13580	0.29326	34.4507 ± 9.41

Tabla 29.1 Independent Sample Test

Mg	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
Equal variances assumed	0.264	<b>0.612</b>	0.951	23	<b>0.352</b>	0.42633	-0.50144	1.35411

Tabla 30. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Magnesio empleando los Métodos Complejométrico-EDTA (Día 2) y EAA.

#### Group Statistics

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
Mg	Complejométrico-EDTA	10	33.4960	1.06253	0.33600	33.4960 ± 7.59
Mg	EAA	15	34.4507	1.13580	0.29326	34.4507 ± 9.41

Tabla 30.1 Independent Sample Test

Mg	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
Equal variances assumed	0.051	<b>0.823</b>	-2.111	23	<b>0.046</b>	-0.95467	-1.89015	-0.01918

**Tabla 31. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Magnesio empleando los Métodos Complejométrico -EDTA (Día 3) y EAA.**

**Group Statistics**

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
<b>Mg</b>	Complejométrico-EDTA	10	37.0240	1.70087	0.53786	37.0240 ±12.16
<b>Mg</b>	EAA	15	34.4507	1.13580	0.29326	34.4507 ± 9.41

**Tabla 31.1 Independent Sample Test**

Mg	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
<b>Equal variances assumed</b>	2.934	<b>0.100</b>	4.552	23	<b>0.000</b>	2.57333	1.40395	3.74271

**Tabla 32. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Magnesio empleando los Métodos Complejométrico -EDTA (Día 4) y EAA.**

**Group Statistics**

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
<b>Mg</b>	Complejométrico-EDTA	10	36.6460	1.25298	0.39623	36.6460 ± 8.95
<b>Mg</b>	EAA	15	34.4507	1.13580	0.29326	34.4507 ± 9.41

**Tabla 32.1 Independent Sample Test**

Mg	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
<b>Equal variances assumed</b>	0.005	<b>0.945</b>	4.545	23	<b>0.000</b>	2.19533	1.19623	3.19444

**Tabla 33. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Magnesio empleando los Métodos Complejométrico -EDTA (Día 5) y EAA.**

**Group Statistics**

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
Mg	Complejométrico-EDTA	10	35.8900	1.07079	0.33861	35.8900 ± 7.65
Mg	EAA	15	34.4507	1.13580	0.29326	34.4507 ± 9.41

**Tabla 33.1 Independent Sample Test**

Mg	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
<b>Equal variances assumed</b>	0.016	<b>0.900</b>	3.174	23	<b>0.004</b>	1.43933	0.50122	2.37745

**Tabla 34. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Magnesio empleando los Métodos Complejométrico -EDTA (Días 1-5) y EAA.**

**Group Statistics**

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
Mg	Complejométrico-EDTA	50	35.5866	1.76062	0.24899	35.5866 ± 25.40
Mg	EAA	15	34.4507	1.13580	0.29326	34.4507 ± 9.41

**Tabla 34.1 Independent Sample Test**

Mg	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
<b>Equal variances assumed</b>	2.939	<b>0.091</b>	2.349	63	<b>0.022</b>	1.13593	0.16969	2.10218



#### **4. ANALISIS DE LOS RESULTADOS**

Los complejos Murexida (EDTA-Ca) y NET (EDTA-Ca+Mg) exigen condiciones específicas de pH, para disminuir al máximo la pérdida de coloración del indicador con respecto al tiempo.

Los resultados de Calcio y Magnesio obtenidos por ambos métodos, fueron convertidos a mgCaO/100g y mgMgO/100g de suelo y luego sometidos a la prueba de Leven's para la igualdad de varianzas y la prueba t para la igualdad de medias con el programa SPSS versión 14.0. Esta prueba se llevo a cabo primero, para cada uno de los días y después conjuntamente para los cinco días.

Con forme a los resultados de Calcio obtenidos experimentalmente por ambos Métodos, las pruebas de Levene's y *t*, refieren que para los días 1 y 2 (Tablas 23, 23.1, 24 y 24.1) las varianzas son significativamente diferentes y sus medias significativamente iguales. Mientras que para los días 3, 4 y 5 (Tablas 25, 25.1, 26, 26.1, 27 y 27.1) las varianzas son significativamente iguales y sus medias significativamente diferentes.

Al agrupar los valores de los cinco días (Tabla 28 y 28.1) las pruebas de Levene's y *t*, demuestran que las varianzas son significativamente iguales y sus medias significativamente diferentes.

De igual forma, comparando los resultados de Magnesio (Tablas 29 y 29.1) las pruebas de Levene's y *t*, señalan que para el día 1, las varianzas son significativamente iguales y sus medias significativamente iguales y para los días 2, 3, 4 y 5 (Tablas 30, 30.1, 31, 31.1, 32, 32.1, 33 y 33.1) indican que las varianzas son significativamente iguales y sus medias significativamente diferentes.

Y agrupando los datos de los cinco días (Tabla 34 y 34.1) las pruebas de Levene's y *t*, muestran que las varianzas son significativamente iguales y sus medias significativamente diferentes.

La concentración de Magnesio en ambos Métodos, es siempre menor que la concentración de Calcio, esto se debe a que el catión  $Mg^{2+}$  se atrae con mayor fuerza a las superficies de las arcillas y la materia orgánica, además que se pierde más fácilmente por lixiviación.

## **5. CONCLUSIONES**

**Después de haber sometido la muestra-estudio a los diferentes ensayos físicos y químicos pertinentes, complementarios a las determinaciones cuantitativas de Calcio y Magnesio intercambiables y, luego de realizar el tratamiento y análisis estadístico oportuno a los resultados obtenidos en ambas determinaciones se concluye que:**

- Al comparar los resultados estadísticamente usando el paquete SPSS en ciertas mediciones de Calcio y Magnesio se determinó que existían diferencias significativas en las mediciones, pero esas diferencias significativas a niveles de fertilidad de suelos son insignificantes, es decir no existen diferencias significativas en las determinaciones de Calcio y Magnesio intercambiables entre el Método Complejométrico y el valor de referencia (Método de Espectrometría de Absorción Atómica).**
- Considerando los valores promedios de Calcio (150 a 350 mgCaO/100g) y Magnesio (25 a 40 mgMgO/100g) esperados de suelos franco-arenosos, se puede afirmar que los resultados obtenidos experimentalmente por el Método Complejométrico son aceptables. (13)**
- El Método Complejométrico es apropiado para el análisis de Calcio y Magnesio en muestras de suelos franco arenoso, por emitir resultados con buena precisión.**
- El Método Complejométrico presenta ventajas sobre los Métodos Espectrométricos porque es más fácil y rápido de realizar con bajo costo.**

## **6. RECOMENDACIONES**

- **Se recomienda hacer este mismo estudio en otras clases de suelos con características diferentes y comparar los resultados con un valor de referencia.**
- **Se recomienda emplear Calceína como indicador en la titulación de Calcio y comparar sus resultados con los obtenidos al utilizar Murexida como tal.**
- **Hacer uso de una bureta digital para mejorar la aplicación del Método Complejométrico y minimizar los errores sistemáticos.**
- **De ser posible referir los datos obtenidos a una Muestra Certificada para garantizar la veracidad de los resultados de la muestra-estudio.**

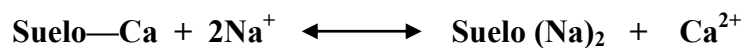
## 7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] <http://www.Yaoooh.com./suelo.24/09/04.ceducapr.com/suelo.htm> (suelo).
- [2] [http://www.Yaoooh.com.Nutrientes importantes para las plantas.24/09/04.ceducapr.com/suelo.htm](http://www.Yaoooh.com.Nutrientes%20importantes%20para%20las%20plantas.24/09/04.ceducapr.com/suelo.htm) (Nutrientes importantes para las plantas).
- [3] <http://www.Yaoooh.com.pH.24/09/04.jardinsjoan.com/articles/pH.htm> (pH).
- [4] Jackson M.L, “ANÁLISIS QUÍMICO DE SUELO”, Edición Revolucionaria, Varado Habana Cuba, abril 1970.
- [5] López Ritas Julio. Químico-Farmacéutico, Dir. Laboratorio Agrinca, Ex Jefe Laboratorio de Suelos del Servicio Shell para el Agricultor Químico Agrícola por la Universidad de Murcia, Dir. Adjunto Laboratorio Agrinca. España. 1989.
- [6] García Ocampo Alvaro. Agr. pH. D. “PROGRAMA DE SUELOS”. Instituto Colombiano Agropecuario. Apartado 233 Palmira. Colombia. 1989.
- [7] Rojas Escobar Liela Amparo, González Luna Gloria Inés, García Ocampo Álvaro, Castillo Panzón Luis Ernesto, Ortiz Ramírez Gloria, Amezquita Colladoz Edgar, Lora Silva Rodrigo, Navas Alvarado Jaime, “EL ANÁLISIS DE SUELO, PLANTAS Y AGUAS PARA RIEGO,” Manual de Asistencia Técnica No. 47, Bogotá, Octubre de 1989.
- [8] Lenore S. Clesceri, WPCF, Presidente, Arnold E. Greenberg, APHA, R. Rhodesd Trussell, APHA, “MÉTODOS NORMALIZADOS PARA EL ANÁLISIS DE AGUAS POTABLES Y RESIDUALES,” Diaz de Santos, S.A, Madrid (España), 1992.
- [9] Ringbom, A. “FORMACIÓN DE COMPLEJOS EN QUÍMICA ANALÍTICA”, Willer John and Sons. New York. 1963.
- [10] Skoog Douglas A., West Donald M., Holler F. James, Crouch Stanley R.; “QUÍMICA ANALÍTICA,” Séptima Edición Mcgraw-Hill Interamericana, Editores, S.A. de C. V, México (2001).
- [11] Miller J.C, Miller J.N, “ESTADÍSTICA PARA QUÍMICA ANALÍTICA”, Addison-Wesley Iberoamericana, 1988. E. U. A.
- [12] Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry, “Atomic Spectrometry”, Singapore, 1964 – 2000.

- [13] **Syunrokurou Hujiwara, Teturou Katou "MÉTODO Y UTILIZACIÓN DE DIAGNOSTICO DE SUELO. Instituto de Agropecuaria, Pesca y Cultura, Japón, 2003.**
- [14] **Fasshender Hans W., Bornemisza Elemer, "QUÍMICA DEL SUELO CON ÉNFASIS EN SUELOS DE AMÉRICA LATINA", Servicio Editorial IICA, Costa Rica. 1987.**

## 8. GLOSARIO

- 1) **Adsorción:** es el fenómeno por el cual una sustancia se une a una superficie, al ser atraída por fuerzas que pueden ser electrostáticas, de Van Der Waals o químicas, por un período más o menos largo.
- 2) **Cambio iónico:** son los procesos de atracción que son más o menos reversibles, se mide en miliequivalentes por gramo de arcilla por cada 100g de suelo y pueden ser:
  - a) **Intercambiadores inorgánicos cristalinos:** son cargas permanentes, debido principalmente a las sustancias isomorfitas en la red cristalina.
  - b) **Intercambiadores inorgánicos:** consiste en óxidos de diferentes grados de hidratación con cargas variables, donde la capacidad de retención del material es fuertemente influida por el medio.
  - c) **Material orgánico independiente:** son cargas dependientes del ámbito por su naturaleza química, como la disociación de los ácidos orgánicos dependiendo del pH, donde la capacidad de cambio catiónico de la materia orgánica en suelos tropicales es con frecuencia considerablemente menor que en condiciones templadas.



- 3) **Distribución de minerales en la naturaleza:** la distribución de los minerales primarios en las rocas depende de la naturaleza química y de las condiciones de formación de estas rocas, la transformación física y química que sufren los minerales y las rocas, asumen el nombre de meteorización. Este proceso lleva a la desintegración de los minerales primarios y a la formación de un nuevo grupo de minerales designados como secundarios, este último generalmente se presenta en partículas muy pequeñas de suelo en la fracción de las arcillas y por esta razón se les conoce con el nombre de minerales de arcillas.

Esto ocurre a través de un conjunto de fenómenos de descomposición y de síntesis, los que causan tipos distintos de compuestos, tales como:

- a) **Los minerales primarios:** Son los que han sufrido cambios químicos desde su formación inicial de la lava fundida o de otros procesos que originan rocas, estos minerales se encuentran principalmente en las fracciones más gruesas del suelo en las arenas, estos pueden ser muy pequeños y pertenecer a las arcillas.
- b) **Los minerales secundarios:** Resultan de la descomposición de los minerales primarios o de la combinación de los productos que son consecuencia de ella.

- 4) **Edafon:** consiste en los organismos vivientes del suelo (flora y fauna).
- 5) **Fuentes de acidez del suelo:** la acidez del suelo esta determinada por la composición del mismo y por las reacciones del intercambio de iones y de hidrólisis que presentan los compuestos inorgánicos y orgánicos existentes. Se ha constatado que niveles muy bajos de pH reducen la adsorción de Calcio (Ca), Magnesio (Mg), Manganeseo (Mn), Zinc (Zn) y Cobre (Cu). Esta reducción se da en conjunto con una disminución en el crecimiento de las raíces y de los pelos radiculares, generalmente conducen a la disminución de las cosechas.
- 6) **Encalado de los suelos:** Se define como materiales para encalado agrícola aquellas sustancias cuyos compuestos de Ca y Mg son capaces de neutralizar la acidez de los suelos, el material más usado para encalar es la Caliza, esta puede acercarse en su composición a la Calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) o la Dolomita ( $\text{CaCO}_3$  o  $\text{MgCO}_3$ ), o puede constituirse en una combinación entre las dos formas para que el suelo aumenta los niveles de Calcio (Ca) y Magnesio (Mg), disponible para las plantas y disminuirán los niveles de Aluminio(Al), Hierro (Fe) y Manganeseo (Mn).
- a) **La caliza:** en forma Calcítica pura el mineral contiene 40% de Ca y un nivel mayor de 1.3% se llama Calizas Dolomitas y cuando contiene más de un 6.5% de Mg se le llama Dolomita Calcítica.
- b) **Oxido de cal:** se prepara calcinando los carbonatos los que se descomponen según la reacción siguiente:
- $$\text{CaCO}_3(\text{s}) \xrightarrow{\Delta} \text{CaO}(\text{s}) + \text{CO}_2(\text{g})$$
- la cal viva de este modo se produce a una temperatura de 850 °C, preparada reacciona con mayor velocidad con el suelo, su uso no está muy difundido por tratarse de una sustancia cáustica y de manejo difícil.
- c) **Hidróxido de calcio:**  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  se denomina cal apagada y se obtiene según la reacción  $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2$ , este material es más manejable que el Oxido de Calcio, CaO, por que es químicamente menos activo.
- d) **Escorias industriales:** son subproductos de fábricas de acero, su contenido de CaO varía aproximadamente entre 7 y 20%.
- e) **Espumas de azúcares:** se obtiene del proceso de fabricación del azúcar, el subproducto resultante contiene entre 14 y 32% de carbonato de calcio y varios componentes de jugo de la

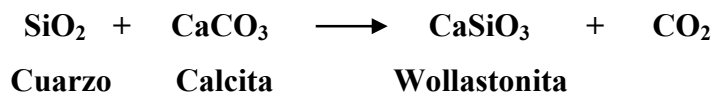
caña, con fosfatos y cationes como Potasio (K) y Magnesio (Mg) y puede usarse como un buen encalador.

- 7) **Humus:** compuesto formado por los restos postmortem de vegetales y animales que son constantemente sometidos a procesos de descomposición, transformación y sinterización. Que al descomponerse producen: **Nitrógeno(N), Fósforo (P), Azufre(S)** y otros productos orgánicos. Los procesos químicos más importantes son:
- a) Suministros de elementos nutritivos por la mineralización en particular la liberación de N, P, S, y micronutrientes disponibles para las plantas.
  - b) Estabilización de la acidez del suelo es decir por su poder amortiguador.
  - c) La capacidad de intercambio catiónico de los suelos.
  - d) Capacidad de intercambio aniónico, donde se acumulan nitritos, fosfatos y sulfatos.
  - e) Reduce la pérdida de agua por evaporación del suelo.
- 8) **Materia Orgánica:** es la constituida por los compuestos de origen biológico que se encuentran en el suelo.
- 9) **Roca madre:** Son rocas parenterales de donde se originan los suelos.
- 10) **Rocas:** Mezclas de compuestos cuya meteorización conduce a los minerales primarios y secundarios formadores del suelo.

Se clasifican en **Ígneas, Metamórficas y Sedimentarias.**

**Rocas Ígneas:** Son el resultado del enfriamiento y solidificación de las masas fundidas de lava o magma, (plutónica o intrusitas), por ejemplo son: granito, mármoles, rocas de carbonato se pueden clasificar de acuerdo a su contenido de silicio que puede ser ácidas, básicas.

**Rocas Metamórficas:** Las formadas por cambios químicos como la wollastonita a partir de calcita y cuarzo en las calizas cuarzotas, según la reacción:



**Rocas Sedimentarias:** Es el resultado de la meteorización y erosión de las rocas indígenas y metamórficas y del depósito de estos minerales y residuos orgánicos, fenómeno que ocurre después de un proceso de transporte el material depositado se llama diagénesis el que incluye cambios físicos y químicos se clasifican en:



Rocas clásicas o detritos: formadas por fragmentos mayores o menores de otras rocas.

Rocas de origen biológico: como las calizas compuestas por esqueletos de animales marinos.

Rocas derivadas de residuos de soluciones: como las tobas, sean calcáreas o sódicas.

**11) Suelo:** A la capa superficial no consolidada de la superficie terrestre, la que está formada predominantemente por compuestos inorgánicos hasta más del 99%, con un porcentaje variable de sustancias Orgánicas.

**12) Suelos salinos y sódicos:** son aquellos que contienen suficiente sal soluble para reducir su productividad y que no son alcalinos, es decir suelos cuyo pH no es igual ni superior de 8.5 y cuya cantidad de sodio presente es tal, que no interfiere en el crecimiento de las plantas. (14)

## **9. ANEXOS**

## ANALISIS DE RESULTADOS

### EQUIPO VOLUMETRICO UTILIZADO

**Cálculo de los límites de confianza al 95 % comparado con la tolerancia que da el fabricante para cada equipo según la clase a la que pertenecen.**

Pipetas/ml	Balón/ml 2	5 # 25	5 # 250	10 100	20 25
<b>Clase</b>	A	A	A		
<b>Fabricante</b>	Pyrex	Pyrex	Brand		
<b>Media</b>	25.0176	49.9759	99.8858		
<b>Desviación</b>	0.01370	0.04466	0.02234		
<b>n</b>	10	10	10		
<b>tn 9,95</b>	2.262	2.262	2.262		
<b>Intervalo al 95%</b>	0.01337	0.03194	0.01598		
<b>Limite inferior</b>	25.0042	49.9540	99.8698		
<b>Limite superior</b>	25.0309	50.0078	99.9017		
<b>Tolerancia del fabricante</b>	0.03	0.05	0.1		
<b>Mínimo fabricante</b>	24.97	49.95	99.9		
<b>Máximo fabricante</b>	25.03	50.05	100.1		
<b>Dentro de la tolerancia?</b>	SI	SI	NO		

Probeta/ml	50	100
<b>Clase</b>	A	A
<b>Fabricante</b>	Brand	Pyrex
<b>Media</b>	49.2654	100.0323
<b>Desviación</b>	0.02484	0.04696
<b>n</b>	10	10
<b>tn 9,95</b>	2.262	2.262
<b>Intervalo al 95%</b>	0.01777	0.03359
<b>Limite inferior</b>	49.2476	99.9987
<b>Limite superior</b>	49.2831	100.0559
<b>Tolerancia del fabricante</b>	0.75	0.50
<b>Mínimo fabricante</b>	49.25	99.5
<b>Máximo fabricante</b>	50.75	100.5
<b>Dentro de la tolerancia?</b>	NO	SI

Clase	A	A	A	B	A	B	B
-------	---	---	---	---	---	---	---

<b>Fabricante</b>	Asistent	KIMAX	KIMAX	Futura	KIMAX	Futura	Futura
<b>Media</b>	0.9939	2.0123	5.0129	5.0243	10.213	20.0128	25.1256
<b>Desviación</b>	0.00749	0.01459	0.01793	0.01350	0.02920	0.05749	0.04969
<b>n</b>	10	10	10	10	10	10	10
<b>tn 9,95</b>	2.262	2.262	2.262	2.262	2.262	2.262	2.262
<b>Intervalo al 95%</b>	0.00535	0.01043	0.01282	0.01685	0.02088	0.04112	0.03554
<b>Limite inferior</b>	0.9885	2.0018	5.0000	5.0074	10.0004	19.9717	25.0900
<b>Limite superior</b>	0.9992	2.0227	5.0257	5.0411	10.0212	20.0539	25.1611
<b>Tolerancia fabricante</b>	0.006	0.02	0.01	0.05	0.02	0.2	0.2
<b>Mín. fabricante</b>	0.994	1.98	4.99	4.95	9.98	19.80	24.80
<b>Máx. fabricante</b>	1.006	2.02	5.01	5.05	10.02	20.2	25.2
<b>Dentro de la tolerancia?</b>	NO	SI	NO	SI	SI	SI	SI

### ANÁLISIS DE RESULTADOS

#### EQUIPO VOLUMÉTRICO UTILIZADO

**Cálculo de los límites de confianza al 95 % comparado con la tolerancia que da el fabricante para cada equipo según la clase a la que pertenecen.**

<b>Bureta/ml</b>	<b>10</b>
<b>Clase</b>	<b>A</b>
<b>Fabricante</b>	Pyrex
<b>Media</b>	10.0278
<b>Desviación</b>	0.01881
<b>n</b>	10
<b>tn 9,95</b>	2.262
<b>Intervalo al 95%</b>	0.01345
<b>Limite inferior</b>	10.0143
<b>Limite superior</b>	10.0412
<b>Tolerancia del fabricante</b>	0.02
<b>Mínimo fabricante</b>	9.98
<b>Máximo fabricante</b>	10.02
<b>Dentro de la tolerancia?</b>	NO

### ANALISIS DE RESULTADOS

## EQUIPO VOLUMETRICO UTILIZADO

### INCERTIDUMBRE DEL VOLUMEN

<b>Equipo</b>	<b>Capacidad/ml</b>	<b>Volumen real vertido o Contenido <math>\pm u</math> (volumen/ml)</b>
<b>Balón</b>	25	25.0176 $\pm$ 0.01913
<b>Balón</b>	50	49.9759 $\pm$ 0.03660
<b>Balón</b>	100	99.8858 $\pm$ 0.06783
<b>Probeta</b>	50	49.2654 $\pm$ 0.3074
<b>Probeta</b>	100	100.0323 $\pm$ 0.03359
<b>Pipeta Serológica</b>	1	0.9939 $\pm$ 0.00344
<b>Pipeta Serológica</b>	2	2.0123 $\pm$ 0.00944
<b>Pipeta Volumétrica</b>	5	5.0129 $\pm$ 0.00748
<b>Pipeta Serológica de Embolo</b>	5	5.0243 $\pm$ 0.02189
<b>Pipeta Volumétrica</b>	10	10.0213 $\pm$ 0.01345
<b>Pipeta Serológica de Embolo</b>	20	20.0128 $\pm$ 0.08433
<b>Pipeta Serológica de Embolo</b>	25	25.1256 $\pm$ 0.08424
<b>Bureta</b>	10	10.0278 $\pm$ 0.01144

**Análisis de las tablas usando el paquete estadístico SPSS 14.0**

**Tabla 23. Pruebas Estadísticas efectuadas a los resultados obtenidos en el Análisis Cuantitativo de Calcio empleando los Métodos Complejométrico-EDTA (Día 1) y EAA.**

**Group Statistics**

Parameter	Method	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95 % Confidence Interval of the Means
Ca	Complejométrico-EDTA	10	156.9780	0.90856	0.28731	156.9780 ± 6.49
Ca	EAA	15	158.4173	2.44163	0.63043	158.4173 ± 20.24

**Tabla 23.1 Independent Sample Test**

Ca	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means					
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95 % Confidence Interval of the Difference	
							Lower	Upper
Equal variances assumed	5.843	<b>0.024</b>	-1.774	23	<b>0.089</b>	1.43933	-3.11818	0.23951

La prueba de Levene's y la prueba  $t$  es para las significancias: Si el valor de la significancia es menor que 0.05, significa que el valor de las varianzas o las medias son significativamente diferentes, en cambio si el valor de la significancia es mayor de 0.05, entonces las varianzas o las medias no son significativamente diferentes, es decir las varianzas o las medias son iguales.