

Manual

de Técnicas
de Análisis Químicos
para el Humus de Lombriz



Colectivo de autores

Manual

de Técnicas de Análisis Químicos para el Humus de Lombriz

Departamento de Biología
Instituto de Suelo
MINAG

Francisco Martínez Rodríguez
Magalys Valdés Pérez
Ana Bahamonde Piñero
Magalys Mena Alfonso
Elizabeth Peña Turruella

© Instituto de Suelos, MINAG, 2004

© Sobre la presente edición:

Agrinfor. 2004

Edición: Prof. Maria Celia Guerra Pérez

Diseño: Eliecer Lozada Casanova

Este Manual ha sido editado por el financiamiento del Proyecto «Apoyo a la producción de abonos orgánicos para las zonas urbanas de las provincias orientales» del PNUD.

ISBN 959-246-084-1

Agrinfor

Ministerio de la Agricultura

Conill y Ave. Independencia, Edificio MINAG, 3er piso,

Plaza de la Revolución, La Habana, Cuba, CP 10 600

Teléfonos: 881 2837 / 884 5473

Fax: 881 2837

E-mail: editor@s@agrifor.cu

INTRODUCCIÓN / 5
TÉCNICAS DE ANÁLISIS QUÍMICO PARA EL HUMUS DE LOMBRIZ / 7
PREPARACIÓN DE LA MUESTRA / 7
HUMEDAD / 8
DETERMINACIÓN DEL pH / 9
MATERIA ORGÁNICA Y CENIZAS / 10
FÓSFORO TOTAL / 12
POTASIO TOTAL / 17
SODIO TOTAL / 19
CALCIO Y MAGNESIO TOTAL / 21
NITRÓGENO TOTAL / 25
CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA, CLORUROS Y SODIO SOLUBLES / 29
MICROELEMENTOS TOTALES / 34

INTRODUCCIÓN

La calidad del humus se ha planteado, de manera general, en términos de la concentración de nutrientes, materia orgánica o sustancias húmicas, pH, contenido de microorganismos y enzimas, granulometría e Índice de contaminación con metales pesados y las distintas categorías, y los rangos de valores que las definen van a variar en dependencia, entre otros factores, de las técnicas analíticas empleadas.

Sin embargo, en la mayoría de las publicaciones o documentos se señalan los parámetros de calidad del humus de lombriz sin mencionar los métodos analíticos empleados para su determinación, lo que hace imposible su comparación.

La confección de este manual se realizó sobre la base de un trabajo fundamentado, con el fin de unificar los resultados analíticos, y de hacerlos comparable entre sí.

Para ello, se compararon las técnicas para la extracción de los elementos nutritivos (vía húmeda, oxidación por ácido crómico y vía seca) y se utilizaron en la realización de los análisis químicos diferentes tamaños de partículas (malla 0.25 mm y 2 mm) y varios tiempos de incineración (3 h y 5 h). Definidos estos parámetros se estudiaron mediante comparación las técnicas analíticas para determinar la concentración de los elementos nutritivos y se incluyó el uso de distintos reactivos para la preparación de las muestras.

Como resultado de este estudio se confeccionó el presente manual, el cual fue avalado satisfactoriamente por los laboratorios del sistema de suelos que existen en las 14 provincias del país, mediante el empleo de muestras patrones de humus de lombriz de diferentes orígenes. El uso de este manual se ha generalizado en estos laboratorios y en los de otros organismos del país.

TÉCNICAS DE ANÁLISIS QUÍMICO PARA EL HUMUS DE LOMBRIZ

Este manual establece los requisitos para efectuar la determinación de los componentes minerales y orgánicos del humus de lombriz.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Equipos y utensilios

- Bandeja plástica esmaltada o de papel.
- Rodillo de madera.
- Tamiz de 2 y 0,25 mm.
- Envases con tapa y cierre hermético.
- Guantes.
- Mortero de ágata o porcelana.

Pasos a seguir

- Extender la muestra de humus de lombriz sobre la bandeja y mantenerla en un local con buena ventilación, hasta que alcance la condición de seca al aire.
- Eliminar los residuos orgánicos groseros, gravas u otros objetos extraños. Triturar la muestra con el rodillo de madera.
- Mezclar la muestra por el método de cuarteo y tamizarla por una malla de 2 mm.
- Colocar en envases con tapa con y cierre hermético la muestra una vez preparada. El contenido de humedad de la muestra seca al aire se determina antes de realizar el análisis del humus.

Para la determinación del nitrógeno total por el método de digestión húmeda, la muestra se preparará de la manera siguiente:

- Una vez alcanzado el paso del cuarteo, la muestra se triturará en mortero, se tamizará por malla de 0,25 mm y se colocará en un envase con tapa y cierre hermético.

HUMEDAD

Equipos y utensilios

- Balanza analítica de 0,1 mg de precisión.
- Estufa termorregulable.
Crisol de porcelana de 50 cc; pesafiltro de vidrio o de metal.
- Desecadora.

Pasos a seguir

- Tomar el crisol o pesafiltro y llevar la estufa a 105 °C hasta alcanzar el peso constante.
- Transferir al crisol o pesafiltro tarados, aproximadamente, 5 g de humus de lombriz seco al aire llevar la estufa a 105 °C, durante toda una noche o por 18 h.
Pasar el crisol o pesafiltro tapado a la desecadora y mantenerlo en ésta durante 30 min.
- Pesar en la balanza analítica el humus de lombriz seco al aire.

Calcular el porcentaje de humedad mediante la fórmula siguiente:

$$H_2O = \frac{B - C}{C - A} \times 100$$

donde:

A: peso constante del crisol o pesafiltro a 105 °C.

B: peso del crisol + muestra seca al aire.

C: peso del crisol + muestra seca a 105 °C.

Calcular el factor para corregir los resultados analíticos en base seca (fch) de la siguiente forma:

$$\text{Factor de corrección de la humedad (fch)} = \frac{100 + \text{Humedad (\%)}}{100}$$

DETERMINACIÓN DEL pH

Equipos y utensilios

- Balanza técnica de 0,01 g de precisión.
- pH metro.
- Beaker de 100 mL forma alta.
- Agitador de vidrio.
- Frasco lavador con agua destilada.
- Probeta de 50 mL.

Reactivos y disoluciones

Agua destilada.

Disolución buffer de pH 4,00; 7,00 y 9,00.

Pasos a seguir

- Pesar 10 g del material seco al aire y colocar en beaker de 100 mL.
- Adicionar 50 mL de agua destilada y agitar a intervalos regulares durante 3 ó 4 ocasiones en el período de 1 h.
- Leer en el pH metro, convenientemente calibrado.

MATERIA ORGÁNICA Y CENIZAS

Equipos y utensilios

- Balanza analítica de 0,1 mg de precisión.
- Mufla.
- Crisoles de porcelana de 25 cc.
- Desecadora.
- Matraz aforado de 100 mL.
- Probetas de 10 y 100 mL.
- Pipeta de 10 mL.
- Frasco lavador con agua destilada.

Reactivos y disoluciones

Ácido clorhídrico concentrado (densidad 1,19, 37 % de pureza).

Disolución de ácido clorhídrico 1+1. Medir 50 mL de ácido clorhídrico concentrado y diluir con agua destilada en matraz aforado de 100 mL.

Pasos a seguir

- Pesar 2 g del material seco al aire en crisoles de 25 cc, previamente tarados a 550 °C.
- Llevar a la mufla, elevando la temperatura paulatinamente (de 50 en 50 °C) para evitar pérdida en la combustión. Una vez alcanzada la temperatura de 550 °C, mantener el crisol en la mufla durante 3 h.
- Apagar la mufla y cuando la temperatura sea inferior a 100 °C, extraer el crisol y si se han formado sustancias carbonizadas de difícil combustión, se dejará enfriar el crisol y se humedecerá su contenido con 6 u 8 gotas de ácido nítrico concentrado y(o) la misma cantidad de peróxido de hidrógeno (H₂O₂).
- Evaporar en mechero y bajo campana la solución añadida hasta desecación e incinerar de nuevo hasta 550 °C, colocarla en la desecadora durante 30 min.
- Pesar en balanza analítica con precisión de 0,1 mg.
- Humedecer las cenizas con agua destilada y disolverlas con 5 mL de ácido clorhídrico 1+1 (repartidas en 2 adiciones de 2,5 mL) y pasar cuantitativamente a matraz aforado de 100 mL. Enrasar con agua destilada, agitar y dejar en reposo durante 18 h (solución A).
- Tomar 10 mL de la solución A y llevar a matraz aforado de 100 mL. Enrasar con agua destilada y agitar (solución B).

Calcular el porcentaje de cenizas utilizando la fórmula:

$$\text{Cenizas (abs. seca)} = \frac{(B - A)}{M} \times 100 \times fch$$

donde:

A: peso constante del crisol a 550 °C.

B: peso constante del crisol + ceniza.

M: peso de muestra seca al aire.

fch: factor de corrección de la humedad.

Por vía indirecta el porcentaje de la materia orgánica (MO) se calcula mediante la fórmula:

$$\text{MO (abs. seca)} = 100 - \text{cenizas (\%)}$$

Note:

Las soluciones A y B obtenidas en la incineración de la muestra se deben conservar para determinaciones posteriores.

En las cenizas del humus de lombriz, normalmente aparecen residuos de partículas minerales de suelo de diferente coloración, que no son fundidas a la temperatura de trabajo. Éstas se deben al manejo realizado durante la producción del abono

FÓSFORO TOTAL

Equipos y utensilios

- Balanza analítica 0,1 mg de precisión.
- Balanza técnica 0,01 g de precisión.
- Espectrofotómetro con longitud de onda de 410 nm.
- Fotocolorímetro con filtro azul.
- Matraces aforados de 50 mL.
- Matraces aforados de 1 000 mL.
- Erlenmeyers de 100 mL.
- Pipetas aforadas con bulbo central de 10 mL.
- Buretas de 25 ó 50 mL.
- Beaker de 400 mL.

Reactivos y disoluciones

Ácido clorhídrico concentrado (densidad 1,19 y 37 % de pureza).

Ácido nítrico concentrado (densidad 1,41 y 70 % de pureza).

Disolución de ácido nítrico. Diluir 70 mL de ácido nítrico concentrado (HNO_3) con agua destilada hasta enrasar en un matraz aforado de 1 000 mL.

Disolución de molibdato de amonio. Pesar 26,0 g de molibdato de amonio ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 6\text{H}_2\text{O}$) en beaker de 400 mL, añadir agua hasta $\frac{2}{3}$ partes y calentar a temperatura de 60-80 °C, agitando, periódicamente, hasta completar su disolución. Trasvasar a matraz aforado de 1 000 mL, enfriar a temperatura ambiente y enrasar.

Disolución de vanadato de amonio. Pesar 1,4 g de vanadato de amonio (NH_4VO_3) en un beaker de 400 mL, añadir agua destilada hasta las $\frac{2}{3}$ partes, calentar a 60-80 °C. agitar periódicamente, hasta la disolución de la sal. trasvasar a matraz aforado de 1 000 mL, enfriar a temperatura ambiente y enrasar con agua destilada.

Solución colorante. Mezclar las 3 soluciones anteriores en una proporción 1:1:1 en el orden de preparación expuesto. Conservar en frasco ámbar en lugar oscuro y seco.

Solución patrón de fósforo. Pesar 0,4388 g de fosfato monobásico de potasio (KH_2PO_4) q.p. previamente secado durante 2 h a 80 °C, disolver en un poco de agua destilada y

trasvasar a un matraz aforado de 1000 mL. Enrasar. Esta solución contiene 0,1 mgP/mL.

Ácido clorhídrico (1+9): Medir 100 mL de HCl concentrado y diluir con agua destilada en matraz aforado de 1 000 mL. Enrasar.

Disoluciones para el gráfico de calibración. En matraces aforados de 100 mL añadir de 1 hasta 10 mL de la solución patrón de 0,1 mgP/mL y para igualarlas a la reacción de las muestras, adicionar 2,5 mL de solución de HCl(1+9). Enrasar con agua destilada y mezclar. (Patrones intermedios) En 10 matraces aforados de 50 mL o en erlenmeyers de 100 mL, pipetear 10 mL de cada uno de los patrones intermedios. Añadir 25 mL de la solución colorante y completar a 50 mL con agua destilada (enrasando, si se utilizó matraces aforados o adicionando 15 mL de agua destilada, si se usaron erlenmeyers). Agitar y dejar en reposo durante 15 min para lograr el máximo desarrollo de color.

Leer en espectrofotocolorímetro a 410 nm de longitud de onda o en fotocolorímetro con filtro azul.

Cuando se ploteen las absorciones contra las concentraciones, el gráfico resultante debe ser una recta.

Pasos a seguir

- Tomar una alícuota de 5-10 mL de la muestra mineralizada (solución B) y colocar en matraz aforado de 50 mL o erlenmeyer de 100 mL.

- Añadir 25 mL de solución colorante y enrasar con agua destilada (si se trabaja en matraz aforado) ó 20 ó 15 mL de agua destilada (en dependencia de la alícuota tomada) para completar a 50 mL el volumen final del erlenmeyer. Agitar y dejar en reposo durante 15 min para lograr el máximo desarrollo del color (ver Nota).
- Leer en espectrofotocolorímetro a 410 nm de longitud de onda o en fotocolorímetro con filtro azul.

Calcular el porcentaje de P total de la forma siguiente:

$$P \text{ (abs. seco)} = \text{mgP/L} \times \frac{100}{M} \times \frac{100}{10} \times \frac{100}{a} \times fch \times 10^{-4}$$

(gráfico)

donde:

M: peso de muestra seca al aire llevada a incineración en gramos.

100/10: factor de dilución de la solución B.

50: volumen final de la colorimetría.

a: mililitros de la alícuota para la colorimetría.

fch: factor de corrección de la humedad.

10⁻⁴: factor para llevar a porcentaje.

Número de matraz	Cantidad de mililitros patrón de P 0,1 mg/mL	Conc. de patrones intermedios (mg/L)	Cantidad de mililitros de cada patrón intern.	Conc. de los puntos de la curva mg/L	Porcentaje P para alícuotas de:		
					2 mL	5 mL	10 mL
1	0	-	-	-	-	-	-
2	1	1	10	0,2	0.25	0.10	0,05
3	2	2	10	0,4	0.50	0.20	0.10
4	3	3	10	0,6	0.75	0.30	0.15
5	4	4	10	0,8	1,00	0.40	0,20
6	5	5	10	1,0	1,25	0,50	0,25
7	6	6	10	1,2	1,50	0,60	0,30
8	7	7	10	1,4	1,75	0,70	0,35
9	8	8	10	1,6	2,00	0,80	0,40
10	9	9	10	1,8	2,25	0,90	0,45
11	10	10	10	2,0	2,50	1,00	0,50

Nota:

Si el laboratorio posee espectrofotocolorímetro Spekol con aditamento EK-10, la colorimetría se puede realizar con ahorro de reactivos, siempre que se adecuen las curvas de calibración de la manera siguiente:

Solución patrón de fósforo de 1 mg/mL. Pesar 4.388 g de fosfato monobásico de potasio (KH_2PO_4) previamente secado a 80 °C durante 2 h, disolver en un poco de agua destilada y trasvasar a matraz aforado de 1 000 mL. Enrasar. Esta solución contiene 1 mgP/mL.

Disoluciones para el gráfico de calibración. En matraces aforados de 500 mL, añadir de 0 a 10 mL de solución patrón de fósforo de

1 mg/mL. Adicionar 2.5 mL de solución de HCL 1+9. Enrasar con agua destilada y agitar (patrones intermedios).

De cada patrón intermedio pipetear 5 mL y añadir 5 mL de la solución colorante. Agitar y dejar en reposo durante 15 min. Leer en espectrofotocolorímetro a 410 nm. Estas soluciones equivalen de 0 a 10 mgP/L.

Tomar 5 mL de la solución B y añadir 5 mL de la solución colorante. Agitar y dejar en reposo durante 15 min para el desarrollo del color. Leer a 410 nm.

POTASIO TOTAL

Equipos y utensilios

- Balanza analítica 0,1 mg de precisión.
- Fotómetro de llama.
- Matraz aforado de 1 000 mL.
- Matraces aforados de 250 mL.
- Bureta de 50 mL.
- Frasco lavador con agua destilada.
- Estufa.

Reactivos y disoluciones

Disolución patrón de potasio de 1 mg/mL. Pesar 1,9068 g de cloruro de potasio previamente secado en estufa durante 2 h a 100 °C. Disolver en un poco de agua destilada y llevar a un matraz aforado de 1 000 mL. Enrasar y agitar. Esta solución contiene 1 mg de K/mL.

Disolución patrón de potasio de 0,25 mg/mL. Tomar con pipeta o bureta 50 mL de disolución patrón de 1 mgK/mL y llevar a matraz aforado de 200 mL. Enrasar con agua destilada y agitar.

Disolución de ácido clorhídrico (1+9). Medir 100 mL de HCl concentrado y diluir con agua destilada en matraz aforado de 1 000 mL. Enrasar y agitar.

Disolución para el gráfico de calibración. Tomar con bureta 0,5; 10; 15; 20 y 25 mL de la disolución de K de 0,25 mg/mL y llevar a matraces aforados de 250 mL. Añadir 6,3 mL de HCL (1+9) y agua destilada hasta el enrase. Agitar. Estas soluciones contienen 0; 2,5; 5; 10; 15; 20 y 25 mgK/L. Leer en el fotómetro de llama y trazar el gráfico de calibración.

Pasos a seguir

- Tomar una porción de la muestra mineralizada (solución B) y leer en el fotómetro de llama.
- Determinar la concentración de K en el gráfico de calibración.

Calcular el porcentaje de K total:

$$K \text{ (abs. seco)} = \text{mgK/L} \times \frac{100}{M} \times \frac{100}{10} \times fch \times 10^{-4}$$

(gráfico)

donde:

M: peso de muestra seca al aire llevada a incineración en gramos.

100/10: factor de dilución de la solución B.

fch: factor de corrección de la humedad.

10⁻¹: para expresar en porcentaje.

Para el método de extracción y determinación señalado, el gráfico de calibración representa:

Número de matraz	Cantidad de mililitros patrón de 0,25 mgK/mL	Concentración puntos curva mgK/L	K (%)
1	0	0,00	0,00
2	2,5	0,25	0,125
3	5,0	5,00	0,25
4	10,0	10,00	0,50
5	15,0	15,00	0,75
6	20,0	20,00	1,00
7	25,0	25,00	1,25

SODIO TOTAL

Equipos y utensilios

- Balanza analítica 0,1 mg de precisión.
- Fotómetro de llama.
- Matraz aforado de 1 000 mL.
- Bureta de 50 mL.
- Matraces aforados de 250 mL.
- Frasco lavador con agua destilada.
- Estufa.

Reactivos y disoluciones

Disolución patrón de sodio de 0,25 mg/mL. Pesar 0,6355 g de cloruro de sodio previamente secado en estufa durante 2 h a 105 °C. Disolver en un poco de agua destilada y llevar a un matraz aforado de 1 000 mL. Enrasar y agitar.

Disolución de ácido clorhídrico (1+9). Medir 100 mL de HCl concentrado y diluir con agua destilada en matraz aforado de 1 000 mL. Enrasar y agitar.

Disoluciones para el gráfico de calibración. Tomar con bureta 0; 2,5; 5; 10; 15; 20 y 25 mL de la disolución patrón de sodio de 0,25 mg/mL y llevar a matraces aforados de 250 mL. Añadir 6,3 mL de disolución de HCl (1+9) y agua destilada hasta el enrase. Agitar. Estas soluciones contienen 0; 2,5; 5; 10; 15; 20 y 25 mgNa/L. Leer en el fotómetro de llama y trazar el gráfico de calibración.

Pasos a seguir

- Tomar una porción de la muestra mineralizada (solución B) y leer en el fotómetro de llama.
- Determinar la concentración de Na en el gráfico de calibración.

Calcular el porcentaje de Na total utilizando la fórmula:

$$\text{Na (abs. seco)} = \frac{\text{mgNa/L}}{\text{(gráfico)}} \times \frac{100}{M} \times \frac{100}{10} \times fch \times 10^{-1}$$

donde:

M: peso de muestra seca al aire llevada a incineración en gramos.

100/10: factor de disolución de la solución B.

fch: factor de corrección de la humedad.

10⁴: para expresar en porcentaje.

Para el método de extracción y determinación señalado, el gráfico de calibración representa:

Número de matraz	Cantidad de mililitros patrón de 0,25 mgNa/ml	Concentración puntos curva mgNa/L	Na (%)
1	0	0,00	0,00
2	2,5	0,25	0,125
3	5,0	5,00	0,25
4	10,0	10,00	0,50
5	15,0	15,00	0,75
6	20,0	20,00	1,00
7	25,0	25,00	1,25

CALCIO Y MAGNESIO TOTAL

Equipos y utensilios

- Balanza analítica 0,1 mg de precisión.
- Estufa termorregulable.
- Pipetas aforadas de 3; 5; 10; 20 y 25 mL.

- Matraz aforado de 1 000 mL.
Beaker de 100 mL.
- Erlenmeyer de 200 mL.
Bureta graduada de 25 mL.
- Mortero y mano de porcelana de 100 cc.
Espátula.

Reactivos y disoluciones

Disolución 0,02 N de EDTA. Pesar 3,72 g de la sal disódica del ácido etilendiaminotetracético (EDTA), disolver con agua destilada y enrasar a 1 L en matraz aforado. Añadir 0,1 g de cloruro de magnesio hexahidratado por cada litro de disolución.

Indicador Murexida. Mezclar una porción de 0,2 g de Murexida con 40 g de sulfato de potasio finamente pulverizado. Conservar en recipiente ámbar.

Indicador negro T. Pesar 0,1 g de Eriocromo negro T en un beaker de 100 mL. añadir 50 mL de trietanolamina y 50 mL de alcohol etílico y agitar hasta su total disolución, Este indicador se debe preparar semanalmente y guardar en frío para evitar su deterioro.

Disolución de citrato de sodio 1 N. Pesar 98,03 g de citrato trisódico dihidratado ($C_5H_5O_7Na_3 \cdot 2H_2O$) y disolver en agua destilada. Enrasar en matraz aforado de 1 000 mL.

Disolución de KOH a 10 %. Pesar 100 g de KOH y disolver en agua destilada, primero con una pequeña porción. Enfriar y enva-

sar en matraz aforado de 1 000 mL.

Disolución de ácido clorhídrico 3 N. Diluir 253.0 mL de ácido clorhídrico concentrado de densidad 1,19 en agua destilada. Enrasar a 1 L. Hidróxido de amonio concentrado.

Disolución de cloruro de calcio 0,02 N. Pesar 1 g de carbonato de calcio puro, previamente secado en estufa a 105 °C durante 2 h. Disolver en una pequeña cantidad de ácido clorhídrico 0,2 N y hervir la disolución para expulsar el CO₂ y seguidamente, diluir con agua destilada a 1 L. Esta solución es la empleada en la valoración del EDTA para conocer su normalidad real.

Pasos a seguir

Calcio

- Pipetear una alícuota de 20 mL de la muestra incinerada (solución B) y colocarla en erlenmeyer de 200 mL.
- Diluir con agua destilada hasta aproximadamente 100 mL.
- Añadir 3 mL de solución de citrato de sodio 1 N y 10 mL de una solución de KOH a 10 % (para llevar a pH 12,3-12,5).
- Agregar una pizca de indicador Murexida con la punta de una espátula y valorar con solución 0,02 N de EDTA en presencia de un testigo hasta el cambio de color de rosado a lila.

Calcular el porcentaje de Ca total mediante la fórmula:

$$\text{Ca (abs. seco)} = a \times N \times 0,02 \times \frac{100}{M} \times \frac{100}{10} \times \frac{100}{b} \times fch$$

donde:

a: volumen de EDTA consumidos en la valoración en mL.

N: normalidad del EDTA.

0,02: peso del me de Ca expresado en gramos.

M: peso de muestra seca al aire llevada a incineración en gramos.

100/10: factor de dilución de la solución B.

100: para expresar en porcentaje.

b: milímetros de la solución B tomados para valorar.

fch: factor de corrección de la humedad.

Magnesio

- Añadir 10 mL de ácido clorhídrico 3 N a la solución ya valorada de calcio que produce un cambio de la solución a incolora.
- Añadir 5 mL de hidróxido de amonio concentrado para elevar el pH del extracto aproximadamente a 9.
- Añadir una pizca de Eriocromo negro T o de 7 a 9 gotas de solución del indicador.
- Valorar con EDTA 0,02 N hasta el cambio de color de rosa malva a azul.

$$\text{Mg (abs. seco)} = a \times N \times 0,012 \times \frac{100}{M} \times \frac{100}{10} \times \frac{100}{b} \times fch$$

Calcular el porcentaje de Mg total empleando la fórmula:
donde:

α : volumen de EDTA consumidos en la valoración en mL.

N : normalidad del EDTA.

0,012: peso del me de Mg expresado en gramos.

M : peso de muestra seca al aire llevada a incineración en gramos.

100/10: factor de dilución de la solución B.

100: para expresar en porcentaje.

b : mililitros de la solución B tomados para valorar.

fch : factor de corrección de la humedad.

NITRÓGENO TOTAL

Equipos y utensilios

- Balanza analítica de 0,01 y 0,0001 g de precisión.
- Digestor Kjeldahl y(o) plancha de calor con capacidad de temperatura de 400 a 420 °C.
- Digestor múltiple (DS-40 Tecator) o digestor de gas manufacturado.
- Campana de extracción de gases.
- Matraces aforados de 100 y 1 000 mL.
- Embudo de cristal de 6 a 8 cm de diámetro.
- Bombillas refrigerantes.
- Balones Kjeldahl de 500 mL.
- Tubos de ensayo termorresistentes de 100 mL.
- Erlenmeyers termorresistentes de 100 mL.
- Beaker termorresistentes de 500 mL.

Reactivos y disoluciones

Hidróxido de potasio.

Ácido sulfúrico concentrado $d = 1.84-1.85 \text{ g/mL}$.

Selenio en polvo o perlas.

Mezcla selenio-ácido sulfúrico. Disolver bajo campana 12,5 g de selenio en polvo o perlas en beaker de 500 mL con una pequeña porción de ácido sulfúrico concentrado, calentar con cuidado (evitar la ebullición) hasta completar disolución del selenio. Diluir a 1 L con ácido sulfúrico.

Reactivo Nessler. Pesar 4,5 g de yoduro de mercurio y 34,9 g de yoduro de potasio, Disolver en una pequeña porción de agua destilada. Pasar la disolución a un matraz aforado de 1 000 mL, agregar 112 g de hidróxido de potasio y disolver a un volumen de 800 mL. Mezclar bien, enfriar y diluir con agua destilada a 1 L. Dejar varios días en reposo. Decantar el líquido claro que sobrenada y guardar en frasco ámbar.

Disolución de hidróxido de sodio a 10 %. Disolver con cuidado 100 g de hidróxido de sodio en agua destilada. Enfriar y llevar a matraz aforado 1 000 mL. Enrasar.

Disolución de tartrato de sodio y potasio. Disolver 53,7 g en una porción de agua, llevar a matraz aforado de 1 L y enrasar.

Disolución de patrón de nitrógeno de 0,1 mgN/mL Pesar 0.4717 g

de sulfato de amonio previamente secado en estufa a 105 °C durante 2 h. Disolver en una pequeña porción de agua, llevarlo a matraz aforado de 1 000 mL, enrasar con agua destilada. Esta disolución es de 100 mg N/L.

Disolución de N de 0,01 mg/L. Tomar 10 mL de la solución patrón de nitrógeno de 0,1 mg/mL y diluir en matraz aforado de 100 mL. Enrasar.

Disoluciones para el gráfico de calibración. En 11 matraces aforados de 50 mL añadir, respectivamente, de 0 hasta 10 mL de la solución de 10 mgN/L. Añadir a cada matraz 2 mL de disolución de tartrato de sodio y potasio y 2 mL de disolución de hidróxido de sodio. Agitar en cada adición y enrasar finalmente con agua destilada. Agregar 20 gotas del reactivo Nessler. Agitar y leer en el fotocolorímetro con filtro azul, o en espectrofotocolorímetro con longitud de onda de 410-420 nm. Estas disoluciones equivalen a 0,2; 0,4; 0,6; hasta 2,0 mgN/L.

Pasos a seguir

- Pesar en balanza analítica de 0,20 a 0,25 g de la muestra seca al aire finamente molida y pasada por tamiz de 0,25 mm.
- Introducir en el recipiente que se posea para la digestión, y añadir de 5-6 mL de la mezcla de selenio-ácido sulfúrico o de 5 a 6 mL de ácido sulfúrico concentrado con una perla de selenio.
- Poner en la fuente de calor (para digestión) a temperatura de 360-410 °C, hasta que la solución quede transparente o con un color ligeramente amarillo, el cual se hará transparente al enfriarse el extracto. (Si no se emplean balones para

la digestión, a los recipientes utilizados se les colocará bombillas refrigerantes para propiciar el reflujo y evitar la sequedad en las muestras.)

- Enfriar el extracto y trasvasar a matraces aforados de 100 mL. Enrasar con agua destilada. Agitar y dejar en reposo hasta el día siguiente.
- Tomar 1 mL de extracto y llevar a matraz aforado de 50 mL, adicionándole todas las disoluciones en el mismo orden que en el gráfico de calibración, excepto la disolución patrón. Enrasar y leer en el fotocolorímetro con filtro azul o en el espectrofotocolorímetro a 410-420 nm.

Calcular el porcentaje de N total de la forma siguiente:

$$N \text{ (abs. seco)} = \frac{\text{mgN/L}}{\text{(gráfico)}} \times \frac{100}{M} \times \frac{50}{a} \times fch \times 10^4$$

donde:

100: volumen final a que se lleva la muestra digerida.

M: peso de muestra seca al aire llevada a digestión en gramos.

50: volumen final de la colorimetría.

a: mililitros tomados para la colorimetría.

fch: factor de corrección de la humedad.

10^4 : factor para llevar a porcentaje.

Para el método de extracción y determinación señalado, el gráfico de calibración representa:

Número de matraz	Cantidad de mililitros solución de 0,01 mgN/mL	Volumen final mL	Concentración puntos curva mgN/L	N (%)	
				Para 0,2 g	Para 0,25 g
1	0	50	0	0	0
2	1	50	0,2	0,50	0,40
3	2	50	0,4	1,00	0,80
4	3	50	0,6	1,50	1,20
5	4	50	0,8	2,00	1,60
6	5	50	1,0	2,50	2,00
7	6	50	1,2	3,00	2,40
8	7	50	1,4	3,50	2,80
9	8	50	1,6	4,00	3,20
10	9	50	1,8	4,50	3,60
11	10	50	2,0	5,00	4,00

CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA, CLORUROS Y SODIO SOLUBLES

Equipos y utensilios

- Balanza analítica de 0,01 y 0,0001 g de precisión.
- Agitador mecánico.
- Fotómetro de llama
- Erlenmeyers de 250 mL.
- Probeta de 250 mL.
- Embudos de cristal de 12.5 cm de diámetro.
- Tapones de goma.
- Papel de filtro de filtración media.
- Bureta ámbar de 25 mL.
- Matraz aforado de 250, 500 y 1 000 mL.

Reactivos y disoluciones

Agua destilada hervida. Hervir agua destilada, aproximadamente, por 20 min. Tapar el recipiente y dejarlo refrescar a temperatura ambiente.

Disolución 0,02 N de nitrato de plata. Pesar 3.3978 g de AgNO_3 y disolver en agua destilada en matraz aforado de 1 L. Enrasar y conservar en frasco ámbar.

Disolución 0,02 N de ácido clorhídrico. Preparar esta disolución a partir de fixanal de HCl 0,1 N. Esta disolución se utiliza para conocer la normalidad real del nitrato de plata.

Disolución de cromato de potasio a 5 %. Pesar 25 g de cromato de potasio (K_2CrO_4) y disolver con agua destilada en matraz aforado de 500 mL.

Disolución patrón de sodio de 0,1 mg/mL. Pesar 0,2542 g de cloruro de sodio previamente secado en estufa durante 2 h a 105°C . Disolver en un poco de agua destilada y llevar a un matraz aforado de 1 000 mL. Enrasar y agitar. Esta solución contiene 0,1 mg Na/mL.

Disoluciones para el gráfico de calibración de sodio. En 11 matraces aforados de 250 mL que contienen, aproximadamente, 100 mL de agua destilada adicionar 0; 5; 10; 20; 25; 30; 35; 40; 45; y 50 mL de solución patrón de sodio de 0,1 mg Na/mL. Enrasar con agua destilada. Las soluciones así preparadas contienen 0; 2; 4; 6; 8; 10; 12; 14; 16; 18; y 20 mg Na/L.

Pasos a seguir

Extracción

- Pesar 30 g de muestra seca al aire y llevar a erlenmeyers de 250 a 300 mL.
- Adicionar 150 mL de agua destilada hervida y tapar con tapón de goma.
- Llevar al agitador mecánico, agitar por 5 min. Filtrar.
- Si el filtrado se presenta turbio, refiltrar hasta que del líquido desaparezca la turbidez. Esta solución se conserva para la realización de los análisis de CE; cloruros y sodio solubles (solución C).

Conductividad eléctrica

- Tomar una porción del extracto acuoso (solución C) y leer en el conductímetro.

Calcular la conductividad eléctrica específica a 25 °C por:

$$CE_{25\text{ °C}} \text{ mS/cm} = CE \text{ en equipo mS/cm} \times k \times ft$$

donde:

k: constante de la celda del equipo, que se debe verificar cada 2 ó 3 meses.

ft: factor para corregir la temperatura de la solución a 25 °C.

La temperatura de la disolución en el cálculo de los resultados es importante tenerla en cuenta, ya que la conductividad de una

disolución aumenta aproximadamente 2 % por cada grado que se eleve la temperatura.

Tabla de corrección de temperaturas

C°	n	C°	n	C°	n	C°	n	C°	n
16,0	1,163	20,4	1,102	22,0	1,047	23,2	0,996	27,6	0,950
16,2	1,157	20,6	1,097	23,0	1,043	23,4	0,992	27,8	0,947
16,4	1,152	20,8	1,092	23,2	1,038	23,6	0,988	28,0	0,943
16,6	1,147	21,0	1,087	23,4	1,034	23,8	0,984	28,2	0,940
16,8	1,142	21,2	1,082	23,6	1,029	24,0	0,979	28,4	0,936
17,0	1,136	21,4	1,078	23,8	1,025	24,2	0,975	28,6	0,932
17,2	1,131	21,6	1,073	24,0	1,020	24,4	0,971	28,8	0,929
17,4	1,127	21,8	1,068	24,2	1,016	24,6	0,967	29,0	0,925
17,6	1,122	22,0	1,064	24,4	1,012	24,8	0,963	29,2	0,921
17,8	1,117	22,2	1,060	24,6	1,008	25,0	0,959	29,4	0,916
18,0	1,112	22,4	1,055	24,8	1,004	25,2	0,955	29,6	0,914
18,2	1,107	22,6	1,051	25,0	1,000	25,4	0,951	29,8	0,911
								30,0	0,907

Cloruros solubles

- Tomar una alícuota entre 5-20 mL de la solución C y llevar a erlenmeyers de 250-300 mL.
- En dependencia de la alícuota tomada completar el volumen a 50 mL con agua destilada (45-30 mL).
- Añadir 1 mL de disolución de K_2CrO_2 a 5 % y valorar con disolución $AgNO_3$ 0,02 N. El punto final de la valoración se obtiene con la formación de un precipitado amarillo rojizo que persiste.

Calcular el contenido de Cl⁻ soluble por:

$$\text{Cl}^- \text{ mg/kg} = a \times N \times 35,35 \times \frac{V}{M} \times \frac{1\,000}{b} \times fch$$

(abs. seco)

donde:

a: mililitros de AgNO₃ consumidos en la valoración.

N: normalidad del nitrato de plata.

35,5: peso de 1 me de Cl⁻ en miligramos.

V: mililitros de agua hervida adicionados en la extracción.

M: peso de muestra seca al aire en gramos.

1 000: para expresar los resultados en 1 000 gramos.

b: alícuota tomada para la valoración.

fch: factor de corrección de la humedad.

Sodio soluble

- Tomar con la pipeta una alícuota de 5 mL del extracto acuoso (solución C) y llevar a un matraz aforado de 100 mL. Enrasar con agua destilada.
- Leer la concentración de Na en el fotómetro de llama.

Calcular el contenido de Na⁺ soluble por:

$$\text{Na}^+ \text{ mg/kg} = \frac{\text{mgNa/L}}{(\text{gráfico})} \times \frac{V}{M} \times \frac{100}{5} \times fch$$

(abs. seco)

donde:

V : volumen de extracción en mL.

M : peso de muestra seca al aire en gramos.

100/5: factor de dilución de la solución C.

fch : factor de corrección de la humedad.

Para el método de extracción y determinación señalado, el gráfico de calibración representa:

Número de matraz	Cantidad de mililitros patrón de Na 0,1 mg/mL	Enrasar con agua destilada a	Concentración puntos curva mgNa/L	mgNa/kg
1	0	250 mL	0	0
2	5	250 mL	2	200
3	10	250 mL	4	400
4	15	250 mL	6	500
5	20	250 mL	8	500
6	25	250 mL	10	1 000
7	30	250 mL	12	1 200
8	35	250 mL	14	1 400
9	40	250 mL	16	1 600
10	45	250 mL	18	1 800
11	50	250 mL	20	2 000

MICROELEMENTOS TOTALES

Equipos y utensilios

- Espectrofotómetro de absorción atómica.
- Matraces aforados de 100 y 250 mL.

- Pipetas aforadas de 1; 2; 3; 4; 5; 10 y 25 mL.
- Microbureta de 10 mL.
- Bureta con llave de 25 mL.

Reactivos y disoluciones

Las disoluciones patrón de cloruro de hierro, cloruro de manganeso, acetato de zinc y cloruro cúprico de concentración 1 mg/mL del elemento son generalmente suministradas por la firma BDH o Merck.

Disoluciones para los gráficos de calibración de los microelementos totales siguientes:

Hierro

Disoluciones de hierro de 0,1 mgFe/mL. Al matraz aforado de 250 mL llevar con pipeta 25 mL de la solución de 1 mgFe/mL y enrasar con agua destilada.

Disoluciones de hierro para el gráfico de calibración. En 8 matraces aforados de 100 mL añadir con bureta 2,5; 5; 7,5; 10; 12,5; 15; 17,5 y 20 mL de solución de hierro de 0,1 mgFe/mL. Enrasar con agua destilada, Estas soluciones equivalen a 2,5; 5; 7,5; 10; 12,5; 15; 17,5; y 20 mg Fe/L.

Manganeso

Disolución de manganeso de 0,1 mgMn/mL. Al matraz aforado de 100 mL llevar con pipeta 10 mL de la disolución patrón de Mn de 1 mg/mL y completar el enrase con agua destilada.

Disoluciones de manganeso para el gráfico de calibración. En 5 matraces aforados de 100 mL añadir con microbureta, 1; 2; 3; 4; y 5 mL de la solución de 0,1 mgMn/mL. Enrasar con agua destilada. Estas soluciones equivalen a 1; 2; 3; 4; y 5 mg de Mn/L.

Cobre

Disolución de cobre de 0,02 mgCu/mL. Al matraz aforado de 100 mL, llevar con pipeta 2 mL de la disolución patrón de cobre de 1 mg/mL y enrase con agua destilada.

Disoluciones de cobre para el gráfico de calibración. En 6 matraces aforados de 100 mL llevar con microbureta 2; 4; 6; 8; 10; y 12 mL de la solución de cobre de 0,02 mgCu/mL. Enrasar con agua destilada, Estas soluciones equivalen a 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2,0; y 2,4 mgCu/L.

Zinc

Disolución de zinc de 0,05 mgZn/mL. A matraz aforado de 100 mL llevar con pipeta 5 mL de la disolución patrón de zinc de 1 mg/mL y completar hasta enrasar con agua destilada.

Disolución de zinc para el gráfico de calibración. En 5 matraces aforados de 100 mL añadir con microbureta 1; 2; 3; 4; y 5 mL de la disolución patrón de Zn de 0,05 mgZn/mL y llevar a enrase con agua destilada. Estas soluciones equivalen a 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; y 2,5 mgZn/L.

Pasos a seguir

Manganeso, Hierro, Cobre y Zinc totales

- Tomar una porción de la muestra mineralizada (solución B) y determinar la concentración del elemento correspondiente en el equipo de absorción atómica, mediante su gráfico de calibración.

Calcular el contenido total de los elementos por:

$$\text{Elemento total mg/kg} = \frac{\text{mg elemento/L}}{\text{(abs. seco)}} \times \frac{100}{M} \times \frac{100}{10} \times fch$$

donde:

M: peso de muestra seca al aire llevada a incineración en gramos.

100/10: factor de dilución de la solución B.

fch: factor de corrección de la humedad.

Para el método de extracción y determinación señalado los gráficos de calibración representan:

Manganeso total

Número de matraz	Cantidad de mililitros patrón de Mn 0,1 mg/mL	Enrasar con agua destilada	Concentración de Mn mg/L	mg/Mn/kg
1	1	100 mL	1	500
2	2	100 mL	2	1 000
3	3	100 mL	3	1 500
4	4	100 mL	4	2 000
5	5	100 mL	5	2 500

Hierro total

Número de matraz	Cantidad de mililitros patrón de Fe de 0.1 mg/mL	Envasar con agua destilada	Concentración de Fe mg/L	mgFe/kg
1	2.5	100 mL	2.5	1 250
2	5.0	100 mL	5.0	2 500
3	7.5	100 mL	7.5	3 750
4	10.0	100 mL	10.0	5 000
5	12.5	100 mL	12.5	6 250
6	15.0	100 mL	15.0	7 500
7	17.5	100 mL	17.5	8 750
8	20.0	100 mL	20.0	10 000

Cobre total

Número de matraz	Cantidad de mililitros patrón de Cu de 0.02 mg/mL	Envasar con agua destilada	Concentración de Cu mg/L	mgCu/kg
1	2	100 mL	0.4	200
2	4	100 mL	0.8	400
3	6	100 mL	1.2	600
4	8	100 mL	1.6	800
5	10	100 mL	2.0	1 000
6	12	100 mL	2.4	1 200

Zinc total

Número de matraz	Cantidad de mililitros patrón de Zn de 0.05 mg/mL	Envasar con agua destilada	Concentración de Zn mg/L	mgZn/kg
1	1	100 mL	0.5	250
2	2	100 mL	1.0	500
3	3	100 mL	1.5	750
4	4	100 mL	2.0	1 000
5	5	100 mL	2.5	1 250

La necesidad de obtener altos y estables rendimientos en los cultivos agrícolas, ha provocado, en los últimos años, que la producción de humus de lombriz aumente sensiblemente en Cuba. No obstante, este aumento, para lograr mejorar cada vez más las áreas agrícolas, es imprescindible el uso eficiente de este producto, o que depende, entre otros, del conocimiento de sus características químicas.

El Manual de técnicas de análisis químicos para el humus de lombriz se edita para dar respuesta a esta necesidad y a la vez lograr que sean comparables los resultados analíticos de los estudios que acerca de este material se realicen en el país.

En sus páginas, los especialistas, técnicos y profesionales encontrarán los conocimientos básicos que se deben tener presentes para desarrollar las diferentes marchas analíticas que se emplearán en la determinación de los contenidos nutricionales del humus de lombriz.



ISBN 959-246-084-1



9 789592 460843