
NORMA CUBANA

NC

1091: 2015

**CALIDAD DEL SUELO — DETERMINACIÓN DE LOS
CATIONES INTERCAMBIABLES EN SUELOS AFECTADOS
POR SALINIDAD — MÉTODO DE ENSAYO**

**Soil quality — Determination of exchangeable cations in saline affected soils.
Test method**

ICS: 13.080.10

1. Edición Junio 2015
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 El Vedado, La Habana. Cuba.
Teléfono: 7830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio
Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC 1091: 2015

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Órgano Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización NC/CTN 3 de Gestión Ambiental, integrado por especialistas de las siguientes entidades:

Ministerio de Ciencia, Tecnología y Medio Ambiente	Ministerio de Industrias
Ministerio de la Agricultura	Ministerio del Interior
Agencia de Medio Ambiente	Ministerio de Salud Pública
Centro de Información, Gestión y Educación Ambiental	Unión de Empresas de Recuperación de Materias Primas
Instituto de Suelos	Instituto Nacional de Higiene, Epidemiología y Microbiología
Centro de Inspección y Control Ambiental	Instituto de Meteorología
Instituto Nacional de Recursos Hidráulicos	Ministerio de la Construcción
Centro de Gestión y Desarrollo de la Calidad	Ministerio del Turismo
Instituto de Planificación Física	CUPET
Ministerio de la Industria Alimentaria	Oficina Nacional de Normalización
Ministerio de la Agricultura	
Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias	

© NC, 2015

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, El Vedado, La Habana, Habana 3, Cuba.

Impreso en Cuba.

CALIDAD DEL SUELO — DETERMINACIÓN DE LOS CATIONES INTERCAMBIABLES EN SUELOS AFECTADOS POR SALINIDAD — MÉTODO DE ENSAYO

1 Objeto

Esta Norma Cubana especifica el método para la determinación del contenido de cationes intercambiables en muestras de suelos con salinidad, utilizando al acetato de amonio 1 M, pH 8,5 como extraente, posterior a la eliminación de las sales solubles mediante disolución etílica al 50 %. La concentración del Na^+ y K^+ son determinados por fotometría de emisión, el Mg^{2+} por absorción atómica y el Ca^{2+} alternativamente por fotometría de emisión o por absorción atómica.

2 Referencias normativas

Los documentos que se mencionan seguidamente son indispensables para la aplicación de esta Norma Cubana. Para las referencias fechadas, sólo se toma en consideración la edición citada. Para las no fechadas, se toma en cuenta la última edición del documento de referencia (incluyendo todas las enmiendas).

- NC-ISO 11464:1999.Calidad del suelo. Pre tratamiento de las muestras para los análisis físico – químicos.
- NC 962: 2014 Soluciones reactivo de concentración exacta para uso general.
- NC-ISO 3696: 2004. Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificación y método de ensayo.(ISO 3696:1987,IDT).
- NC 728: 2009. Soluciones reactivo de concentración aproximada para uso general.
- NC 65: 2000.Calidad del suelo. Determinación de la capacidad de intercambio catiónico y de los cationes intercambiables del suelo.

3 Términos y definiciones

Para los fines de esta norma se aplican los siguientes términos y definiciones:

3.1 Tubo Schatchabell

tubo de vidrio para la disolución y percolación de los iones disueltos en la muestra de suelo, por las soluciones extraentes.

3.2 Conductividad eléctrica

unidad de medición de la conductancia de las soluciones, la cual se mide en $\text{dS}\cdot\text{m}^{-1}$.

3.3 Lavados sucesivos

percolaciones continuas con una solución, para eliminar sustancias solubles de la muestra de suelo.

3.4 Bases absorbidas

concentraciones de Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ y K^+ , que se encuentran neutralizando las cargas negativas de la superficie de los coloides.

3.5 Cationes intercambiables

concentraciones de Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ e H^+ , que ocupan las posiciones de intercambio en los coloides del suelo.

3.6 Iones solubles

iones que se encuentran disueltos en la solución del suelo.

3.7 Solución etílica

solución a determinada concentración de alcohol etílico o etanol.

3.8 Hidrólisis

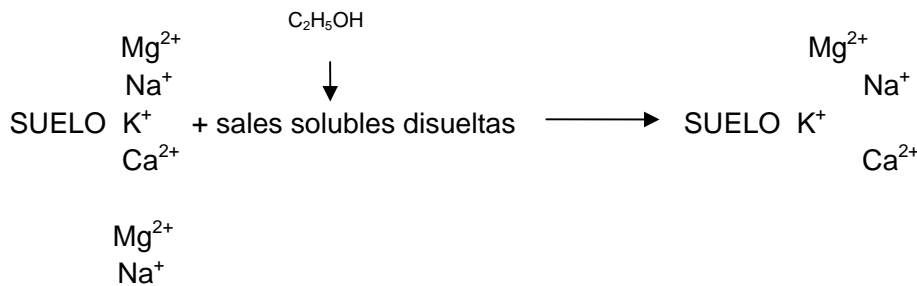
reacción química mediante la cual, parte de la concentración de un ion adsorbido se transforma en un compuesto soluble que interviene en la reacción del medio.

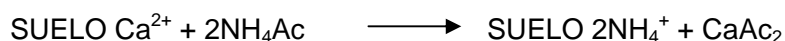
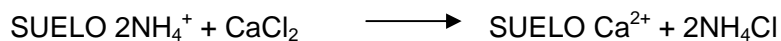
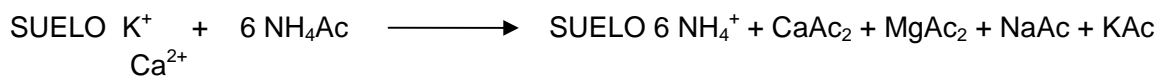
4 Principio

Se basa en tres pasos fundamentales:

- la eliminación previa de las sales solubles disueltas en la solución del suelo, mediante lavados sucesivos con solución etílica al 50 %.
- la cuantificación de las bases absorbidas, extraídas con acetato de amonio 1 M, pH 8,5 en la masa de suelo.
- la estimación de las cargas neutralizadas con las aplicaciones de $CaCl_2$ 0,5 M en la masa de suelo.

Las reacciones pueden esquematizarse de la siguiente manera:





5 Preparación de las muestras de suelo

Se utilizan muestras de suelos homogenizadas, secadas y pasadas por tamiz de malla 1 mm (NC-ISO 11464).

6 Equipos, materiales y utensilios

6.1 Equipos

- Balanza analítica de 0,01g de precisión
- Balanza técnica de 0,1g de precisión
- Potenciómetro
- Conductímetro
- Espectrofotómetro de emisión (llama)
- Espectrofotómetro de absorción atómica

6.2 Materiales

- Algodón
- Papel de filtro (filtración lenta)
- Arena de cuarzo

6.3 Utensilios

- Tubos Schatchabell
- Vidrio reloj
- Frasco lavador
- Matraz aforados de 100 mL, 250 mL, 500 mL, 1 000 mL y 2 000 mL
- Cápsulas de Porcelana de 100 mL, 150 mL
- Erlenmeyer de 150 mL
- Vasos de precipitado de 25 mL, 100 mL, 500 mL, 200 mL
- Agitadores de cristal
- Probetas de 10 mL, 50 mL, 1 000mL
- Buretas aforadas de 2,5 mL, 5 mL, 10 mL, 15 mL y 20 mL

7 Reactivos y disoluciones

7.1 Reactivos

Todos los reactivos deben ser de grado analítico recomendado (NC 21- 03). El agua destilada a utilizar es según la especificada en la NC-ISO 3696.

7.2 Soluciones de concentración aproximada

Las soluciones deben ser preparadas según NC 728.

7.2.1 Acetato de amonio c ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{NH}_4$) 1 mol.L⁻¹ pH 8,5

7.2.1.1 Pesar (77,0 ± 0,01) g de acetato de amonio trasvasar a frasco volumétrico de 1 000 mL, llevar a volumen con agua destilada y agitar.

7.2.1.2 Verter 115 mL de ácido acético y adicionar de 400 mL a 600 mL de agua destilada, en un frasco volumétrico de 2 000 mL. Añadir 150 mL de amoníaco, agitar, enfriar y adicionar agua destilada hasta la mitad del volumen. Adicionar 7 mL de amoníaco, 2 gotas de fenolftaleína y enrasar hasta completar el volumen.

7.2.2 Cloruro de Calcio c (CaCl_2) 0,5 M

Pesar 27,75g de Cloruro de calcio y llevar a matraz aforado de 1000 mL. Enrasar con agua destilada.

7.2.3 Nitrato de Plata c(AgNO_3) 10 %

Pesar 10 g de nitrato de plata y llevar a matraz aforado de 100 mL. Enrasar con agua destilada

7.2.4 Ácido clorhídrico c(HCl) 10 %

Medir con probeta 10 mL de ácido clorhídrico concentrado, trasvasar a balón de 100 mL y enrasar.

7.2.5 Cloruro de Estroncio c(SrCl_2) 10 %

Pesar 10 g de cloruro de estroncio y llevar a matraz aforado de 100 mL. Enrasar con agua destilada.

NOTA 1 La solución toma una coloración rosada que nos indica que la misma tiene un pH de 8,5.

7.2.6 Cloruro de Lantano c(LaCl₃) 10 %

Pesar 10 g de cloruro de lantano y llevar a matraz aforado de 100 mL. Enrasar con agua destilada.

7.2.7 Etanol c(C₂H₅OH) 50 %

Medir con probeta el equivalente a 50 mL de Etanol, trasvasar a balón de 100 mL y enrasar.

7.3 Soluciones de concentraciones exactas**7.3.1 Cloruro de sodio c (NaCl) 0,020 mol.L⁻¹**

Pesar 1,1689 g ± 0,000 1g de NaCl previamente secado en estufa a 105 °C durante 2 h. Trasvasar cuantitativamente a frasco volumétrico de 1 000 mL. Disolver, enrasar con agua destilada y agitar.

7.3.2 Cloruro de potasio c (KCl) 0,020 mol.L⁻¹

Pesar 1,4911 g ± 0,0001 g de KCl previamente secado en estufa a 105 °C durante 2 h. Trasvasar cuantitativamente a frasco volumétrico de 1 000 mL. Disolver, enrasar con agua destilada y agitar.

7.3.3 Cloruro de calcio c (CaCl₂) 0,02 mol.L⁻¹ para lectura por fotometría de emisión

Pesar 27,75 g ± 0,0001 g de CaCl₂ anhidro o la cantidad equivalente de la sal hidratada. Disolver, enrasar con agua destilada y agitar.

7.3.4 Cloruro de calcio c (CaCl₂) 0,1 mol.L⁻¹ para lectura por fotometría de emisión

Pesar 138.75 g ± 0,0001 g de CaCl₂ anhidro o la cantidad equivalente de la sal hidratada. Disolver, enrasar con agua destilada y agitar.

7.3.5 Solución estándar de calcio 1000 mg.L⁻¹ para lectura por absorción atómica

Seguir las instrucciones del fabricante para preparar el fixanal.

7.3.6 Solución patrón de calcio 25 mg.L⁻¹ para lectura por absorción atómica

Pipetear 25 mL de la solución estándar de magnesio 1000 mg.L⁻¹. Trasvasar cuantitativamente a frasco volumétrico de 1 000 mL. Disolver, enrasar con agua destilada y agitar.

7.3.7 Solución estándar de magnesio 1000 mg.L⁻¹

Seguir las instrucciones del fabricante para preparar el fixanal.

7.3.8 Solución patrón de magnesio 25 mg.L⁻¹

Pipetear 25 mL de la solución estándar de magnesio 1000 mg.L⁻¹. Trasvasar cuantitativamente a frasco volumétrico de 1000 mL. Disolver, enrasar con agua destilada y agitar.

8 Preparación de las curvas de calibración

8.1 Curvas de calibración del Ca²⁺, Na⁺ y K⁺ para el espectrofotómetro de llama.

Preparar una solución patrón mezclada, a partir de las soluciones estándar de calcio, sodio y potasio (7.3.1, 7.3.2 y 7.3.3). Pipetear los volúmenes de las soluciones de referencia de calcio, sodio y potasio indicados en la Tabla 1, en 7 matraces aforados de 250 mL y enrasar con agua destilada.

Tabla 1 — Preparación de la curva de calibración de Ca²⁺, Na⁺ y K⁺ por fotometría de llama

No de serie	Volúmenes de las soluciones estándar (mL)				Concentraciones en cmol (+).kg ⁻¹ de suelo		
	CaCl ₂ 0,1 M	CaCl ₂ 0,02 M	KCl 0,02 M	NaCl 0,02 M	Ca ²⁺	K ⁺	Na ⁺
1	0	0	0	0	0	0	0
2	0	12,5	1,25	1,25	5	0,5	0,5
3	0	25	2,5	5	10	1	2
4	0	50	5,0	10	20	2	4
5	0	75	7,5	15	30	3	6
6	0	100	10	20	40	4	8
7	25	0	12,5	25	50	5	10

8.2 Curva de calibración del Ca²⁺ para lectura por absorción atómica

Añadir con bureta 0 mL, 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL y 50 mL de la solución patrón de calcio 25 mg.L⁻¹ (7.3.6), en matraces aforados de 250 mL. Añadir 5 mL de solución NH₄Ac 1M, pH 8.5; 5 mL de solución de SrCl₂ 10 % o de La Cl₃ y enrasar con agua destilada. Estas soluciones constituyen los puntos de la curva de calibración, contienen 0 mg.L⁻¹; 1,0 mg.L⁻¹; 2,0 mg.L⁻¹; 3,0 mg.L⁻¹; 4,0 mg.L⁻¹ y 5,0 mg.L⁻¹ de Ca²⁺.

8.3 Curva de calibración del Mg²⁺

Añadir con bureta 0 mL, 2,5 mL, 5 mL, 10 mL, 15 mL y 20 mL de la solución patrón de magnesio 25 mg.L⁻¹ (7.3.8), en matraces aforados de 250 mL. Añadir 5 mL de solución NH₄Ac 1 M, pH 8.5; 5 mL de solución de SrCl₂ 10 % o de LaCl₃ 10 % y enrasar con agua destilada. Estas soluciones constituyen los puntos de la curva de calibración, contienen 0 mg.L⁻¹; 0,25 mg.L⁻¹; 0,5 mg.L⁻¹; 1 mg.L⁻¹; 1,5 mg.L⁻¹ y 2 mg.L⁻¹ de Mg²⁺.

9 Determinación de las Bases Intercambiables

9.1 Separación de las muestras en base a la presencia de carbonatos.

Poner una cantidad pequeña de la muestra en vidrio reloj y echar unas goticas de HCL al 10 %. Las muestras que hagan alguna efervescencia tienen carbonatos.

9.2 Preparación del tubo Schatchabell

Colocar de abajo hacia arriba:

- Un tapón de algodón de 0,5 g de peso
- Papel de filtro
- 5 g de arena de cuarzo
- 5 g de la muestra de suelo, mezclada íntimamente con 20 g de arena de cuarzo
- 5 g de arena de cuarzo
- Papel de filtro

Preparar un ensayo en blanco con el tubo de Schatchabell, como se indicó anteriormente pero sin suelo para las muestras sin carbonatos y un ensayo en blanco para las muestras con carbonatos, añadiendo 0,5 g de carbonato de calcio p. p. a., mezclado íntimamente con 20 g de arena de cuarzo.

9.3 Extracción de las sales solubles disueltas

Colocar vasos de precipitado de 25 mL debajo de cada tubo Schatchabell. Añadir al tubo, 15 mL de la solución etílica 50 %, esperar 30 min. Repetir la operación, empleando 25 mL de la solución etílica al 50 % cada vez por intervalos de 30 min. Repetir los lavados sucesivos, hasta que el líquido filtrado tenga una conductividad eléctrica $\leq 0,4 \text{ dS. m}^{-1}$. Desechar cada filtrado recogido después de la medición de la eléctrica y colocar nuevamente el beaker debajo del tubo Schatchabell, hasta que el extracto posea el umbral de conductividad eléctrica prefijada.

9.4 Extracción de las bases intercambiables

Colocar un matraz aforado de 250 mL, debajo de cada tubo Schatchabell. Añadir al tubo 15 mL de la solución extractiva de acetato de amonio 1 M, pH 8,5 y esperar 30 min. Repetir la operación 4 veces, empleando 25 mL de acetato de amonio cada vez por intervalos de 30 min. Enrazar el filtrado a 250 mL con agua destilada. De este filtrado determinar los cationes intercambiables Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ y K^+ . Determinar Na^+ y K^+ por fotometría de llama, al Ca^{2+} y Mg^{2+} por espectrofotometría de absorción atómica o al Ca^{2+} por fotometría de llama. En caso de determinarse las concentraciones del Ca^{2+} y el Mg^{2+} por valoración, seguir el procedimiento contenido en la NC 65:2000.

NOTA 2 En el caso de que se haya determinado la presencia de carbonatos en la muestra, se mezclará también con 0,5 g de CaCO_3 precipitado p.p.a.

9.5 Determinación de Calcio y Magnesio intercambiable por absorción atómica

Pipetear 5 mL del extracto de cada muestra. Trasvasarlo a un matraz aforado de 100 mL. Añadir 2 mL de SrCl_2 al 10 % o de LaCl_3 al 10 %. Enrasar con agua destilada y agitar. Determinar el contenido de calcio y de magnesio en el equipo de absorción atómica utilizando las curvas correspondientes, obtenidas a 422,7 nm y 285,2 nm, respectivamente.

9.6 Determinación de la Capacidad de Intercambio Catiónico

Colocar debajo de los tubos cualquier tipo de recipiente. Añadir 15 mL de solución 0,5 M de CaCl_2 y esperar 30 min. Repetir la operación 4 veces empleando 25 mL cada vez con un total de 4 intervalos de 30 min cada uno. Lavar el contenido del tubo con agua destilada uno a continuación del otro, hasta la desaparición de los cloruros. Probar en una plaquita o tubo de ensayo la presencia de cloruros, tomando unas gotas del filtrado y añadir unas gotas de AgNO_3 al 10 %. Dar por terminado el lavado, cuando al hacer la prueba de cloruros al filtrado, éste no se enturbia.

Lavar las puntas de los tubos después de retirar la vasija. Colocar matraces aforados de 250 mL, debajo de los tubos Schatchabell. Añadir al tubo 15 mL de acetato de amonio 1 M, pH 8,5 y esperar 30 min. Repetir la operación 4 veces empleando 25 mL cada vez con un total de 4 intervalos de 30 min cada uno. Enrasar el contenido de los matraces con agua destilada. Leer en el espectrofotómetro de llama el contenido del Ca^{2+} intercambiable, el cual representa la capacidad de intercambio catiónico (CIC).

10 Cálculos

Los contenidos de Ca^{2+} , K^+ y Na^+ , se leen directamente en la curva de calibración respectiva, ploteando en las ordenadas las lecturas fotométricas y tomando en las abscisas la concentración de la solución patrón convertida en cmol (+).kg^{-1} de suelo.

La concentración de Ca^{2+} en mg. L^{-1} del extracto determinado por absorción atómica se convierte a cmol (+). kg^{-1} mediante la Ecuación 1:

$$\text{cmol (+).kg}^{-1} = (\text{lectura en la curva en mg. L}^{-1} \times 250 \times \text{dilución}) / (10 \times 20 \times 5) \quad (1)$$

donde:

250	es el volumen de la solución extractora en mL
10	es el factor para convertir los mmol (+) a cmol (+)
20	es el peso del mmol (+) del Calcio en mg
5	es la masa del suelo en g
dilución	es generalmente 100/5, o sea 20

o directamente por la Ecuación 2:

$$\text{cmol (+).kg}^{-1} = (\text{mg. L}^{-1} \text{ en curva X dilución}) / 4 \quad (2)$$

La concentración de Mg^{2+} en mg. L^{-1} del extracto determinado por absorción atómica se convierte a cmol (+). kg^{-1} mediante la Ecuación 3:

$$\text{cmol (+).kg}^{-1} = (\text{lectura en la curva en mg. L}^{-1} \times 250 \times \text{dilución}) / (10 \times 12 \times 5) \quad (3)$$

donde:

250 es el volumen de la solución extractora en mL
 10 es el factor para convertir los mmol (+) a cmol (+)
 12 es el peso del mmol (+) del Magnesio en mg
 5 es la masa del suelo en g
 dilución es generalmente 100/5, o sea 20

o directamente por la Ecuación 4:

$$\text{cmol (+).kg}^{-1} = \text{mg. L}^{-1} \text{ en curva X dilución X } 0,416667 \quad (4)$$

11 Repetibilidad

Las variaciones permisibles para réplicas de una misma muestra en Calcio, Magnesio, Sodio, Potasio y Capacidad de Intercambio Catiónico son las siguientes:

- Para valores menores de $5 \text{ cmol(+).kg}^{-1}$ de suelo se permitirá una variación de hasta $\pm 0,75 \text{ cmol(+).kg}^{-1}$
- Para valores comprendidos entre $5 \text{ cmol(+).kg}^{-1}$ y $20 \text{ cmol(+).kg}^{-1}$ de suelo, será de hasta $\pm 1,00 \text{ cmol(+).kg}^{-1}$
- Para valores de $20 \text{ cmol(+).kg}^{-1}$ hasta $40 \text{ cmol(+).kg}^{-1}$ de suelo se permitirá hasta $\pm 1,5 \text{ cmol(+).kg}^{-1}$.
- Para valores mayores de $40 \text{ cmol(+).kg}^{-1}$ de suelo las variaciones permisibles serán de hasta $\pm 2 \text{ cmol(+).kg}^{-1}$ de suelo.

12 Informe del ensayo

Este informe deber contener:

- Información necesaria para la identificación de la muestra siguiendo los requerimientos de los principios del buen control de la calidad.
- Fechas de recepción de la muestra y de emisión del resultado.
- Técnico analista que realizó las determinaciones.
- Citas que hacen referencia a esta norma.
- Cualquier detalle no especificado en esta Norma Cubana que resultan opcionales, así como cualquier factor que pueda haber afectado los resultados.

.

Bibliografía

- [1] Otero, L., Valdés, M., Morales, M., Ortega, F., Vázquez, I. Delgado, Z. Modificación al método Schatchabell para la determinación de las bases intercambiables en suelos con salinidad. *Rev. Cultivos Tropicales*, 34 (4): 20 – 23. 2013.
- [2] Otero, L., Gálvez, V., Navarro, N., Rivero, L., Pérez, J., La Guardia, T. Influencia de electrolitos, especies iónicas y sodio cambiabile en la dispersión del suelo. *Rev. Agronomía Mesoamericana*, 23(1): 189 – 200. 2012.
- [3] Flores, A., Gálvez, V., Hernández, O., López, G., Obregón, A., Orellana, R., Otero, L., Valdés, M. Salinidad un nuevo concepto. Edit Colima, México; 137 pp. 1996.
- [4] Pizarro, F. Drenaje Agrícola y recuperación de suelos salinos. II Edición. Editorial Agrícola Española, S.A. Madrid; 542 pp.1985.
- [5] PerkinElmer,INC. Methods for atomic Absorption Spectroscopy. Shelton Connecticut. USA; 300 pp.2006.