
NORMA CUBANA

NC

34: 2015

**CALIDAD DEL SUELO — FÓSFORO Y POTASIO TOTALES —
MÉTODOS DE ENSAYOS**

Soil quality — Total phosphorus and potassium — Test methods

ICS: 13.080.10

2. 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 34: 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	

- Sustituye a la NC 34:1999 Calidad del suelo. Determinación de fósforo y potasio totales.
- Esta edición actualiza los términos y definiciones, la bibliografía, el sistema de unidades y el formato normativo.

© 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 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

CALIDAD DEL SUELO — FÓSFORO Y POTASIO TOTALES — MÉTODOS DE ENSAYOS

1 Objeto

Esta Norma Cubana especifica los métodos para la determinación de los contenidos totales de fósforo y potasio en muestras de suelo.

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 3696 Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificación y método de ensayo.
- NC-ISO 11464 Calidad de Suelo. Pre-tratamiento de muestras para análisis físico y químico.

3 Términos y definiciones

A los fines de este documento, se aplican los términos y definiciones siguientes:

3.1 Fósforo

macro nutriente primario esencial para la nutrición y el crecimiento de las plantas, que interviene fundamentalmente en el desarrollo radicular, respiración, síntesis de proteínas, grasas e hidratos de carbono de los vegetales.

3.2 Fósforo total

incluye todos los contenidos fosforados presentes en el suelo como fósforo (P) y pentóxido de di fósforo (P_2O_5).

3.3 Potasio

macro nutriente primario esencial para la nutrición y el crecimiento de las plantas, que forma parte de todas las células vivas, interviene en el crecimiento, reproducción y síntesis del protoplasma de los vegetales.

3.4 Potasio total

comprende las formas de potasio del suelo provenientes de los minerales primarios, secundarios y el ligado a la materia orgánica.

4 Determinación del contenido total de fósforo por el método del color amarillo del vanado- molibdo-fosfórico

4.1 Principio

Se basa en la determinación del contenido de fósforo por formación de un compuesto cromógeno del sistema vanado-molibdo-fosfórico en la solución obtenida de la digestión del suelo tamizado por malla de 0,25 mm, con una mezcla de ácido sulfúrico y ácido perclórico.

4.2 Equipos y utensilios

- Balanza analítica de 0,001 g
- Colorímetro fotoeléctrico
- Plancha de calentamiento
- Campana de extracción de gases
- Vasos de precipitado de 100 mL (termo resistente), 500 mL, 1000 mL
- Matraces aforados de 50 mL, 100 mL, 1000 mL
- Pipetas graduadas de 10 mL, 15 mL, 20 mL
- Pipeta aforada de 20 mL
- Probetas de 1 mL, 10 mL, 25 mL, 250 mL, 500 mL, 1000 mL
- Embudo pequeño de vástago corto
- Frasco cónico de 50 mL, 100 mL
- Papel de filtro
- Estufa
- Desecadora mediana

4.3 Reactivos

Todos los reactivos deben ser de grado analítico reconocido.

4.3.1 Fosfato monobásico de potasio

4.3.2 Ácido Sulfúrico ($\rho = 1,84 \text{ g.mL}^{-1}$)

4.3.3 Ácido Perclórico (57%)

4.3.4 Molibdato de amonio

4.3.5 Metavanadato de amonio

4.3.6 Ácido nítrico ($\rho = 1,40 \text{ g.mL}^{-1}$)

4.4 Soluciones de concentraciones aproximadas

4.4.1 Ácido sulfúrico $1,84 \text{ g.mL}^{-1}$, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 3,5 \text{ mol.L}^{-1}$

Verter 70 mL de agua destilada (NC-ISO 3696) en un vaso de precipitado de cristal termo resistente. Adicionar cuidadosamente 19,6 mL de H_2SO_4 ($\rho = 1,84 \text{ g.mL}^{-1}$) removiendo continuamente. Enfriar el contenido del vaso de precipitado y trasvasar a un matraz de 100 mL. Enrasar con agua destilada (NC-ISO 3696) y agitar.

4.4.2 Solución vanado-molibdato

I. Disolver $25,0 \text{ g} \pm 0,1\text{g}$ de molibdato de amonio en 400 mL de agua destilada (NC-ISO 3696).

II. Disolver $1,25 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ de metavanadato de amonio en 300 mL de agua destilada hirviendo. Enfriar y a continuación añadir sobre esta solución 250 mL de HNO_3 ($\rho = 1,40 \text{ g.mL}^{-1}$) y enfriar a temperatura ambiente.

Mezclar las soluciones I y II en un matraz de 1 L y enrasar con agua destilada (NC-ISO 3696).

4.5 Solución de concentración exacta

4.5.1 Solución de referencia de fósforo $0,05 \text{ mg. L}^{-1}$

Pesar $0,2195 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de fosfato monobásico de potasio previamente secado en estufa por 1 hora a $90 \text{ }^\circ\text{C}$ y enfriar en desecadora. Disolver en 400 mL de agua destilada (NC-ISO 3696), trasvasar a un matraz de 1 L. Añadir 25 mL de solución $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 3,5 \text{ mol.L}^{-1}$. Enfriar.

4.6 Soluciones normalizadas

Preparar los puntos de la curva a partir de la solución de referencia. Pipetear los volúmenes que aparecen en la Tabla 1 en matraces de 50 mL. Añadir 10 mL de la solución vanado-molibdato, enrasar y esperar de 10 min a 15 min. Leer en el espectro fotocolorímetro a 470 nm de longitud de onda.

Tabla 1 — Preparación de las soluciones normalizadas para la curva de calibración

Volumen de la solución de referencia (mL)	Concentración de fósforo (mg P. 50 mL ⁻¹)	Concentración de fósforo (mg P. L ⁻¹)
0	0	0
1,0	0,05	1,0
2,5	0,125	2,5
5,0	0,250	5,0
7,5	0,375	7,5
10,0	0,500	10,0
12,5	0,625	12,5
15,0	0,750	15,0
20,0	1,000	20,0

Confeccionar el gráfico de concentración plotando lectura en el foto colorímetro vs mg P.L⁻¹ (concentración de fósforo).

5 Procedimiento

Colocar 2,0 g de suelo seco al aire y tamizado a través de malla de 0,25 mm (NC-ISO 11464), en un frasco cónico de 100 mL, humedecer con gotas de agua destilada (NC-ISO 3696). Añadir con probeta 8 mL de H₂ SO₄ ($\rho = 1,84 \text{ g.mL}^{-1}$) y 0,8 mL de HClO₄ 57 %, bajo campana de extracción de gases. Dejar en reposo no menos de 1 hora en la campana.

Poner un embudo pequeño de vástago corto sobre la boca del frasco cónico, situar sobre plancha de calentamiento y dejar hervir a temperatura $\geq 200 \text{ }^\circ\text{C}$ hasta completa decoloración. Continuar la ebullición por 5 min a 10 min, bajo campana de extracción de gases.

Enfriar a temperatura ambiente y añadir de 20 mL a 30 mL de agua destilada (NC-ISO 3696). Trasvasar cuidadosamente el contenido a un matraz de 250 mL recogiendo los restos que quedan en el embudo, el cuello y paredes del frasco cónico. Enrasar con agua destilada (NC-ISO 3696). Agitar el contenido del matraz y filtrar sobre papel de filtro.

Pipetear 20 mL del filtrado obtenido y depositar en un matraz de 50 mL. Agregar 10 mL del reactivo vanado-molibdato, enrasar con agua destilada (NC-ISO 3696) y agitar bien. Dejar en reposo como mínimo de 10 min a 15 min. Leer en colorímetro a 470 nm.

NOTA 1 Es necesario realizar conjuntamente un ensayo en blanco.

5.1 Expresión de los resultados

Calcular el contenido de fósforo (P) como P_2O_5 (pentóxido de di fósforo) por la Ecuación 1:

$$\% P_2O_5 = ((A-B) \times V \times 2,29 \times 100) / a \times M \times 1000 \quad (1)$$

donde:

- A es la concentración de fósforo (P) de la muestra obtenida del gráfico de calibración en mg
- B es la concentración de fósforo (P) del blanco obtenida del gráfico de calibración en mg
- V es el volumen de la solución de la muestra de trabajo en mL (250 mL)
- a es la alícuota pipeteada en mL (20 mL)
- M es la masa de la muestra en g
- 1000 es el factor para convertir los resultados en mg
- 100 es el factor para expresar los resultados en porcentaje
- 2,29 es el factor de conversión de P (fósforo) a P_2O_5 (pentóxido de di fósforo)

5.2 Repetibilidad

La variación permisible entre los resultados para una misma muestra es de hasta 10 %.

6 Determinación del contenido total de potasio por el método de Smith modificado

6.1 Principio

Se basa en la liberación de todas las formas de potasio (K) presentes en la muestra de suelo tamizada por malla de 0,25 mm, mediante fusión con una mezcla de cloruro de amonio y carbonato de calcio.

6.2 Equipos y utensilios

- Crisoles de platino de 15 mL de capacidad
- Mortero de ágata
- Cápsula de porcelana de 100 mL de capacidad
- Vasos de precipitado de 250 mL

- Matraces aforados de 250 mL, 500 mL, 1000 mL
- Fotómetro de llama
- Mufla

6.3 Reactivos

Todos los reactivos deben ser de grado analítico reconocido.

6.3.1 Cloruro de amonio**6.3.2 Carbonato de calcio****6.3.2 Cloruro de potasio****6.3.4 Cloruro de calcio****6.4 Solución de concentración exacta****6.4.1 Solución de referencia de cloruro de potasio de 1000 mg.L⁻¹**

Pesar 1,903 g ± 0,001 g de cloruro de potasio previamente secado en estufa a 105 °C durante 2 horas. Disolver con agua destilada (NC-ISO 3696), llevar a un matraz 1000 mL, enrasar con agua destilada (NC-ISO 3696).

6.5 Soluciones de concentración aproximada**6.5.1 Solución de cloruro de calcio 10 mg.L⁻¹**

Pesar 13,8438 g \pm 0,001 g de cloruro de calcio, disolver y enrasar con agua destilada (NC-ISO 3696) en un matraz de 500 mL.

6.6 Soluciones normalizadas

Verter en un matraz de 500 mL los volúmenes de las soluciones de 1 000 mg. L⁻¹ de potasio, según se indica en la Tabla 2. Se añaden 17,5 mL de cloruro de calcio de 10 mg.L⁻¹ y se lleva a volumen con destilada (NC-ISO 3696).

Tabla 2 — Preparación de las soluciones normalizadas para la curva de calibración

Volumen de la solución de referencia (mL)	Concentración de potasio (mg K. 500 mL ⁻¹)	Concentración de potasio (mg K.L ⁻¹)
0	0	0
2,5	2,5	5,0
5,0	5,0	10,0
10,0	10,0	20,0
15,0	15,0	30,0
25,0	25,0	50,0
35,0	35,0	70,0

6 Procedimiento

Pesar aproximadamente 1 g de suelo seco al aire tamizado por malla de 0,25 mm (NC-ISO 11464). Triturar la muestra en mortero de ágata con 1 g de NH₄CL añadir poco a poco 8 g de CaCO₃ hasta completar pulverización. Transferir la mezcla a un crisol de platino en cuyo fondo se ha colocado previamente 1 g de CaCO₃, cubrir la mezcla con 1 g de CaCO₃. Colocar el crisol en la mufla, la cual debe estar fría antes de colocar en ella las muestras. Aumentar gradualmente la temperatura hasta 780 °C y a partir de este momento comenzar a contar el tiempo de fusión, hasta 1 hora de duración.

Enfriar el contenido del crisol y transferir a cápsulas de porcelana con ayuda de frasco lavador con agua destilada (NC-ISO 3696) caliente. Hervir suavemente en la plancha de calor de 3 min a 4 min. Filtrar en un matraz de 250 mL y enrasar con agua destilada (NC-ISO 3696). Determinar el potasio por fotometría de llama.

NOTA 2 Es necesario realizar conjuntamente un ensayo en blanco

6.1 Expresión de los resultados

Calcular el contenido de potasio (K) como óxido de potasio (K₂O) por la Ecuación 2:

$$\% K_2O = ((A - B) \times 1,21 \times 10^{-4} \times 250)/M \quad (2)$$

donde:

A es la concentración de potasio (K) de la muestra obtenida en el gráfico de calibración en mg.L^{-1}

B es la concentración de potasio (K) del blanco obtenida en el gráfico de calibración en mg.L^{-1}

10^{-4} es el factor para convertir los mg en porcentaje

1,21 es el factor de conversión de K (potasio) a K_2O (óxido de potasio)

250 es el volumen del disolvente (agua) en mL

M es la masa de la muestra en g

6.2 Repetibilidad

La variación permisible entre los resultados para una misma muestra es de hasta 20 %.

7 Informe del ensayo

Este informe deberá contener:

- Información necesaria para la identificación de la muestra siguiendo los requerimientos de los principios del buen control de la calidad.
- Citas que hacen referencia a esta norma.
- Técnico analista que realizó las determinaciones.
- Fechas de recepción de la muestra y de emisión del resultado.

Cualquier detalle no especificado en esta Norma Cubana que resulten opcionales, así como cualquier factor que pueda haber afectado los resultados

Bibliografía

- [1] NC 90-00-07: 82. Soluciones de referencia. Preparación y conservación.
- [2] NC 728: 09. Soluciones reactivos de conservación aproximada para uso general.
- [3] NR AG 892: 88 Suelos. Análisis químico. Determinación de los contenidos de fósforo total.
- [4] Smith, Em J Arts, Método de determinación de K y Na total por fusión con $\text{NH}_4 \text{Cl}-\text{CaCO}_3$.1981.
- [5] Jackson, M. L." Análisis Químicos de los Suelos". Instituto del Libro. La Habana. 1970.
- [6] Soil Science Society of America. Glossary of Soil Science Terms. 2008.