

# Capítulo 3

**Metodología**

## 3. Metodología

### 3.1 Trabajo de campo

En este Trabajo se encontró una disposición del suelo bastante heterogénea, es decir, suelo de conservación, hasta suelo de relleno.

El suelo presenta en algunas zonas erosión, así como partes de zona de agricultura y bosque. Por ello se tomó la decisión de considerar 50 muestras, las mismas que están dispersas para ser representativas del área de estudio. Así mismo se sacaron muestras superficiales y no profundas a unos 15 cm de profundidad y en un área de aproximadamente 10 X 10 cm tomando en promedio entre 1.5 y 2 kg de suelo.

Se extrajo el suelo con ayuda de cucharones de plástico para evitar que algún mineral entrara en contacto con el suelo y alterara la muestra.

Este fue empacado en bolsas y colocado a la sombra y posteriormente transportado para su almacenaje.

#### 3.1.1. Delimitación de la poligonal

La poligonal en estudio se ubica al suroeste del pueblo de Santa Rosa Xochiac, dentro de la Delegación Álvaro Obregón, Distrito Federal. (Rea, 2008).

Para la delimitación de la poligonal se utilizó un GPS MAP 60CX (Sistema de Posicionamiento Global) Garmín, con un alcance de 15 satélites a campo abierto (figura 3.1).



Fig. 3.1 Toma de las referencias con el GPS

El área de estudio cuenta con 296,679.9871 m<sup>2</sup> (29.7 h.), esta área se encuentra entre las casas, zona de agricultores y el bosque como se muestra en la figura 3.1. La poligonal abarca las siguientes calles: Texcaltitla, Aucaltitla, Cacaloac y el Bosque Desierto de los Leones. (De Lorenz y Luna, 2008; Rea, 2008) (Figura 3.2).



Figura 3.2 Límite de Casas y bosque.

El área de estudio cuenta previamente con una poligonal realizada por un trabajo previo de la Ing. FABIOLA LAN DAI REA ORTEGA misma que se ocupará en la Tesis para este y futuros proyectos en la zona. Esta área contempla los linderos físicos y delegacionales que a la zona le corresponden (Figura 3.3).

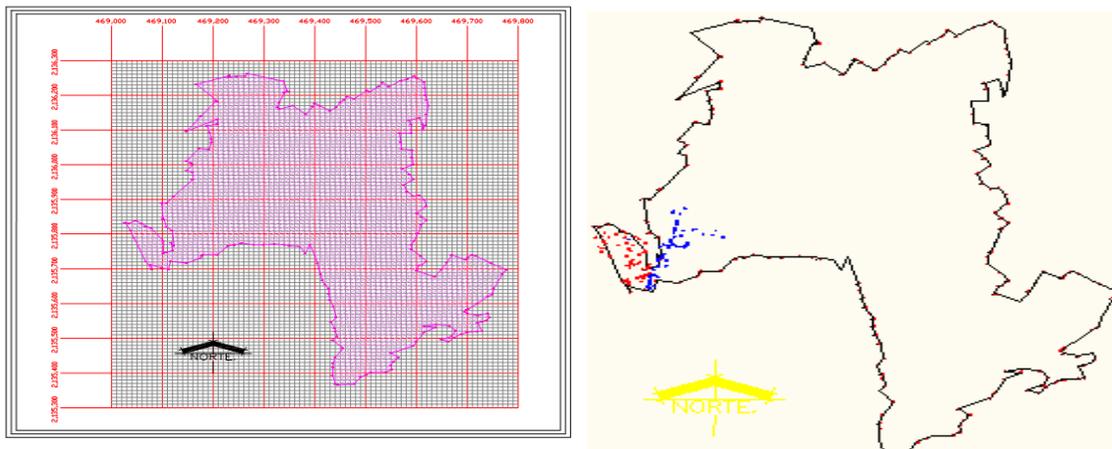


Fig. 3.3 Poligonal de estudio. Puntos rojos estudio Santillán 2009; azules Estudio actual.

### Muestreo con propósitos de clasificación de suelos

El suelo es subdivido en estratos y horizontes que evidencian la naturaleza de su desarrollo. Para estudiar sus atributos, es necesario obtener muestras lo más representativas posible, tanto de cada sitio de muestreo como del área a estudio. El muestreo para clasificación y levantamientos de suelos involucra una gran simplificación de la realidad, ya que por razones prácticas incluye la toma de unas muestras sumamente pequeñas y la obtención de datos de análisis de suelos, requiere de una muestra todavía más pequeña. (Santillán, 2009).

Este muestreo se realizó después de que se hayan hecho los análisis de parámetros detallados en material cartográfico, como fotografías aéreas y/o imágenes de satélite, etc., y que mediante técnicas fotogramétricas y ahora computacionales, se ubican áreas con el mismo patrón de distribución de suelos a mayor o menor escala, en las que se precisan puntos de muestreo representativos. En el sitio de colecta de muestras, después de la apertura del perfil representativo, se obtuvieron muestras de cada uno de los estratos u horizontes que lo constituyen.

## **Material y equipo**

El material necesario requerido para realizar el muestreo se señala a continuación:

1. Previo a la toma de muestra es necesario la apertura del perfil del suelo, para lo que se requiere una pala recta y una pala curva, para excavar y extraer el suelo más o menos suelto (estos deberán de ser de plástico y estar limpios para evitar contaminar la muestra). (NMX-AA-132-SCFI-2006; NOM-021-SEMARNAT-2000).
2. Una vez hecho el pozo se requerirá de un martillo pedológico, una espátula o cuchillo de acero inoxidable para marcar la separación de límites y transición de estratos u horizontes y facilitar la colecta de la muestra de cada capa, conjuntamente con la pala recta. (NMX-AA-132-SCFI-2006).
3. También se requiere de bolsas de plástico con capacidad aproximada de 2 kg para depositar las muestras. (NMX-AA-132-SCFI-2006).
4. Otros materiales necesarios que deben tenerse son: mochila pedológica, etiquetas, marcadores, libretas de notas, mapas, planos y fotografías aéreas del área de estudio, cámara fotográfica o video, geoposicionador y formatos de campo. (NMX-AA-132-SCFI-2006; NOM-021-SEMARNAT-2000).

## **Procedimiento**

### **1. Ubicación de puntos de muestreo.**

1. Se establecerán los criterios para definir los puntos de muestreo representativos (perfil típico).
2. El punto de muestreo debe ser lo más representativo posible del área, tomando como base los perfiles y barrenaciones que se han realizado previamente en la etapa de reconocimiento del patrón naturaleza y desarrollo de los suelos.

### **2. Toma de muestra.**

1. De cada perfil representativo de muestreo se toman tantas muestras como horizontes comprende el perfil, siempre en orden de abajo hacia arriba.
2. La muestra se colecta de aproximadamente 1 kg de peso seco o cuando éste se encuentre húmedo deberá ser de 2 kg.
3. La muestra se toma de todo el espesor de la capa (horizonte) y a la misma profundidad.

4. Ocasionalmente dentro de un horizonte o varios del perfil del suelo, se presentan variantes como motas, manchas, etc., mismas que son muestreadas por separado y además de los análisis generales, para estas muestras se solicitará análisis especiales.

5. Obtenida la muestra, se registra la misma con los datos siguientes: lugar, número de perfil, profundidad o espesor de la capa y fecha de muestreo.

Parámetros que deberán analizarse en cada muestra.

1. Los análisis de las muestras de suelo con fines de clasificación serán aquellos parámetros que sirven para definir las unidades de clasificación, así como a las subunidades de las mismas, cuando éstos sean distintivos de naturaleza química o física, ya que ocasionalmente las subunidades de clasificación se definen por otros parámetros que no son analíticos como: color, etc.

2. Una vez obtenidos los resultados de los análisis de las muestras de cada perfil y específicamente para cada uno de los horizontes de suelo, se analizaron conjuntamente con otros parámetros que se anotan en la descripción del perfil (color, estructura, consistencia, porosidad, etc.), asignando los horizontes genéticos del perfil del suelo y subdivisiones (nomenclatura FAO), posteriormente, se definieron los horizontes de diagnóstico tanto superficiales como subsuperficiales con propósito de diagnóstico (Mólico, Umbrico, Hístico, Ocrico o Argílico, Nátrico, Cámbico, Espódico, Gypsico, etc.), presentes en el mismo y así, clasificar el suelo.

(NMX-AA-132-SCFI-2006).

Antes de describir los resultados obtenidos en las diferentes pruebas a las que fueron sometidas las muestras de suelo de la zona alta de la poligonal, es necesario describir cómo se realizó dicho muestreo. Las muestras se obtuvieron de diferentes lugares, estos lugares son llamados puntos de muestreo a continuación se visualiza en la (figura 3.4).



**Figura 3.4 Puntos de muestreo**

Es necesario mantener un orden, es decir, el muestreo se realizó en ZIGZAG con el objetivo de abarcar más terreno y no caer en el error de encasillar la investigación en una sola área tal como lo muestra la (figura 3.5), ya que esto lleva a la obtención de resultados poco confiables y obviamente una geoquímica mal realizada, más adelante se detalla la ubicación exacta de cada punto mediante el uso del un GPS mencionado. (Santillán 2009).



**Fig. 3.5 Muestreo en zigzag**  
**Fuente: Santillán, 2009.**

La obtención de muestras de suelo se llevó a cabo con el uso de una cucharilla de plástico a una profundidad de entre 10 y 15 cm (figura 3.6) con el fin de evitar contaminar las muestras con metales.



**Figura 3.6 Muestreo con cucharilla de plástico**

Una vez que se limpió el terreno y se cavó para la extracción del suelo (figura 3.6), se procedió a colocar dicha muestra en bolsas de plástico las cuales son resistentes para evitar el rompimiento de estas ya que el desgaste de alguna bolsa provocaría la combinación de las muestras y esto daría paso a la obtención de resultados erróneos véase (figura 3.7).



**Figura 3.7 Limpia del terreno.**



**Figura 3.8 Uso de bolsas de plástico resistentes.**

Las bolsas fueron etiquetadas para llevar un orden en el muestreo, a su vez con el número asignado a cada muestra se podía determinar su ubicación, coordenadas, altitud entre otros datos (figura 3.8).

Los puntos obtenidos del muestreo son los presentados en tabla 3.1, en estos datos cabe mencionar la precisión del GPS, pues aunque no estaba en un terreno plano se tuvo una precisión adecuada para el tipo de zona. Estos puntos fueron ubicados en la poligonal para su valoración. Y su posterior documentación en el proyecto.

**Tabla 3.1 Datos GPS de los puntos muestreados.**

Punto	UTM				Altura	Precisión
1	14469108	E	2135705	N	3007	12
2	14469114	E	2135709	N	3001	10
3	14469104	E	2135708	N	3005	8
4	14469107	E	2135715	N	3000	7
5	14469108	E	2135721	N	2989	9
6	14469109	E	2135725	N	2984	15
7	14469107	E	2135729	N	2980	5
8	14469119	E	2135728	N	2978	1
9	14469115	E	2135732	N	2971	4
10	14469112	E	2135732	N	2966	6
11	14469112	E	2135744	N	2993	5
12	14469120	E	2135750	N	2991	8
13	14469130	E	2135752	N	2978	7
14	14469119	E	2135763	N	2966	5
15	14469131	E	2135762	N	2972	5
16	14469116	E	2135766	N	2945	5
17	14469123	E	2135769	N	2966	5
18	14469114	E	2135772	N	2978	9
19	14469128	E	2135774	N	2973	3
20	14469123	E	2135791	N	2967	8
21	14469127	E	21357295	N	2966	7
22	14469134	E	2135789	N	2957	1
23	14469135	E	2135794	N	2958	3
24	14469138	E	2135795	N	2911	1
25	14469144	E	2135793	N	2964	7
26	14469159	E	2135793	N	2967	3
27	14469148	E	2135791	N	2965	13
28	14469156	E	2135790	N	2962	9
29	14469161	E	2135796	N	2966	6
30	14469161	E	2135800	N	2968	2
31	14469152	E	2135800	N	2963	5
32	14469169	E	2135826	N	2969	5
33	14469174	E	2135827	N	2960	6
34	14469183	E	2135816	N	2967	4
35	14469196	E	2135815	N	2968	6
36	14469212	E	2135811	N	2970	60
37	14469201	E	2135824	N	2967	1
38	14469136	E	2135805	N	2965	3
39	14469142	E	2135812	N	2964	2
40	14469143	E	2135813	N	2961	6
41	14469141	E	2135819	N	2960	8
42	14469140	E	2135824	N	2955	6
43	14469141	E	2135826	N	2955	6
44	14469144	E	2135829	N	2959	6
45	14469145	E	2135838	N	2957	7
46	14469146	E	2135843	N	2955	5
47	14469150	E	2135857	N	2956	6
48	14469157	E	2135870	N	2955	6
49	14469141	E	2135865	N	2957	5
50	14469139	E	2135861	N	2953	1

### 3.2 Trabajo de laboratorio

En el laboratorio se realizaron los estudios de contenido de humedad, granulometría, materia orgánica, pH, potencial redox, metales pesados (por flamometría y absorción atómica).

### **3.2.1 Contenido de humedad**

El método se basa en la medición o determinación de la cantidad de agua expresada en gramos que contiene una muestra de suelo. Esta masa de agua se referencia de la masa de suelo seco de la muestra. La determinación de la masa de agua se realiza por la diferencia en peso entre la masa de suelo húmedo y la masa de suelo seco. Se considera como suelo seco aquél secado a la estufa a 105°C hasta obtener un peso constante (NOM-021-SEMARNAT-2000).

#### **Material y equipo**

Botes de aluminio para humedad

Estufa con circulación forzada de aire y temperatura controlada

Balanza con aproximación de 0.01 g

Pinzas

Desecador

#### **Procedimiento**

1. Lavar y limpiar perfectamente e identificar los botes de aluminio a utilizar.
2. Los botes con todo y tapa introducirán a la estufa durante 8 horas como mínimo a una temperatura de 105°C posteriormente registrar el peso y volver a introducir los botes a la estufa hasta lograr un peso constante en las muestras, todo este procedimiento previo al enfriamiento de los botes que se colocaran en un desecador.
3. Utilizar las pinzas y saque los botes del desecador de vacío hasta que se enfríen y pesarlos con todo y tapa, éste será el peso del bote (PB).
4. Obtener la muestra deseada, se recomienda sean de 30 a 50 gramos, aproximadamente, y colocar en el bote de aluminio, en caso de que la muestra vaya a ser transportada es necesario tapar y sellar herméticamente el bote con parafilm.
5. Pesar el bote con el suelo húmedo, este peso deberá ser el peso del bote más el suelo húmedo (PB + Psh).
6. Destapar el bote con el suelo húmedo, colar la tapa en la parte inferior e introducir a la estufa a una temperatura de 105°C.
7. Después de 24 horas sacare el bote de la estufa taparlo y colocarlo en el desecador de vacío hasta que se enfríe, posteriormente pesar el bote con la muestra seca, este peso será el peso del bote más el peso del suelo seco (PB + Pss).
8. Volver a introducir el bote a la estufa y una hora después sacarlo, enfríe en un desecador y pese; repetir este procedimiento hasta obtener el peso constante (NOM-021-SEMARNAT-2000).

Cálculos

Con los datos obtenidos en el procedimiento, aplicar la siguiente ecuación:

$$\Theta = \frac{(PB + Psh) - (PB + Pss)}{(PB + Pss) - PB} \times 100$$

Donde:

$\Theta$  = Contenido de humedad gravimétrica expresado en porcentaje (%).

PB = Peso del bote con tapa (g).

Psh = Peso de suelo húmedo (g).

PB+Psh = Peso del bote más peso del suelo húmedo (g).

PB + Pss = Peso del bote más peso del suelo seco (g).

### Comentarios

En muestras de suelos orgánicos, el secado a 105°C produce pérdida de masa por oxidación y volatilización de componentes orgánicos. Sin embargo bajo este método esto es inevitable. El método gravimétrico tiene la ventaja de ser simple y no utilizar equipo sofisticado. La desventaja es que las mediciones no son "in situ" y el muestreo es destructivo al sitio (NOM-021-SEMARNAT-2000).

En la figuras 3.9 se pueden observar mas detalles de algunos procedimientos realizados para la obtención de Contenido de Humedad.



Figura 3.9 a) Registro de peso inicial.



Figura 3.9 b) Secado en mofla a 105 °



Figura 3.9 c) Peso constante por muestra.

Figuras 3.9.1 proceso de contenido de humedad

### 3.2.2 DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS DE LOS SUELOS (GRANULOMETRIA)

Para la realización de este procedimiento se usará el método de laboratorio de Terzaghi y así determinar la cantidad de gruesos y finos en la muestra. Para clasificar el suelo por medio del triángulo de texturas (Frederick, 2007).

### **Material y equipo**

1. Espátula de plástico
2. Prensa con agitador
3. Tamices de 200 mallas.
4. Botes de plástico.
5. Cápsulas de porcelana.
6. Estufa de aire forzado.
7. Balanza analítica.
8. Suelo alterado

### **Pre tratamiento de la muestra**

La muestra debe estar seca y libre de humedad a peso constante. Retirar la materia orgánica presente que sea visible (ramas animales hojas). Separada en botes etiquetados con aproximadamente 500 g.

### **Procedimiento**

1. Tomar una muestra representativa del total.
2. Pesar previamente el total de muestra colocado.
3. Verter en el tamiz y cerrar perfectamente.
4. Colocar y en la prensa y fijarlo bien a los soportes.
5. Agitar por un periodo de 2 a 3 min ininterrumpidos.
6. Separar los tamices con ayuda de un desarmador procurando no tirar muestra fuera del tamiz.
7. Pesar por separado cada contenido desde el contenido más grueso al más fino.
8. Reportar cada medición de cada muestra en una tabla con la indicación del peso inicial antes del cernido y el final con la suma de las parciales de cada tamiz
9. Si el peso varía considerablemente volver a realizar la prueba.
10. Tapar y almacenar la muestra evitando que se contamine lejos de la humedad.
11. Determinar el tipo de suelo ocupando el triángulo de texturas.
12. Elaborar una tabla de reporte de material pasado en promedio del total de las muestras. (Figura 3.10).



Figura 3.10 a) Extracción y secado previo de la muestra



Figura 3.10 b) cernido de la muestra



Figura 3.10 c) Separación de las charolas



Figura 3.10 d) recolección de la muestra



Figura 3.10 e) Pesado de la muestra



Figura 3.10 f) separación por numero de charola

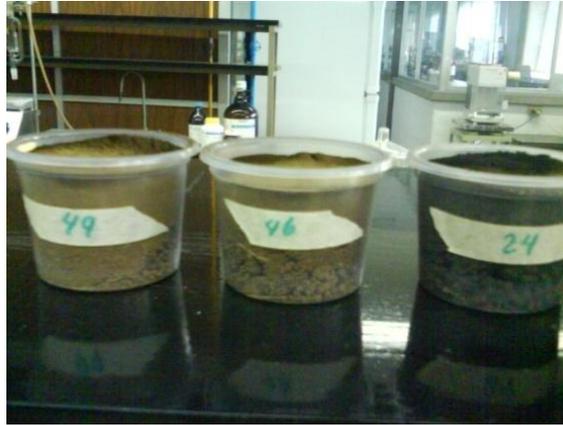


Figura 3.10 g) Etiquetado de charolas  
Figura 3.10. Prueba de Granulometría.

### 3.2.3 DETERMINACIÓN DE pH

El Método electrométrico para la determinación del pH en muestras de suelo en una solución de agua pura. La evaluación electrométrica del pH se basa en la determinación de la actividad del ion H mediante el uso de un electrodo cuya membrana es sensitiva al pH. En el caso de los suelos el pH se mide potenciométricamente en la suspensión sobrenadante de una mezcla de relación suelo: agua 1:2. (Método estándar).

El pH es una de las mediciones más comunes e importantes en los análisis químicos rutinarios de suelo, ya que controla reacciones químicas y biológicas en el suelo. La determinación del pH es afectada por varios factores tales como: el tipo y cantidad de constituyentes orgánicos e inorgánicos que contribuyen a la acidez del suelo, la concentración de sales en la solución, la relación suelo: solución, la presión parcial de bióxido de carbono y el efecto de la suspensión asociado con el potencial de unión, etc. (NOM-021-SEMARNAT-2000).

#### Reactivos

Los reactivos utilizados en esta determinación deben ser grado analítico y el agua utilizada en la preparación de las soluciones debe ser destilada o desionizada.

1. Agua destilada o desionizada.
2. Soluciones reguladoras de referencia, pH 4.00, 7.00 y 10.00, las cuales se adquieren preparadas o concentradas para diluirse de acuerdo a la instrucción. Estas soluciones deben estar a temperatura ambiente al momento de calibrar el medidor de pH.

#### Material y equipo

1. Potenciómetro o medidor de pH equipado con electrodo de vidrio en combinación con electrodo de referencia.
2. Balanza con 0.1 g de sensibilidad.

3. Frascos de vidrio o plástico transparente de boca ancha con capacidad de 50 a 100 ml.
4. Pipeta volumétrica de 20 ml.
5. Varilla de vidrio que sirva como agitador manual.
6. Piceta.
7. Cinta métrica.

### **Procedimiento**

1. Pesar 10 g de suelo en un frasco de vidrio o plástico de boca ancha.
2. Adicionar 20 ml. de agua destilada al frasco conteniendo el suelo.
3. Con una varilla de vidrio, agitar manualmente la mezcla de suelo: agua a intervalos de 5 minutos, durante 30 minutos.
4. Dejar reposar durante 15 minutos.
5. Calibrar el medidor de pH con las soluciones reguladores pH 4.00 y 7.00 o 7.00 y 10.00 según el suelo, enjuagando con agua destilada los electrodos antes de iniciar las lecturas de las muestras.
6. Agite nuevamente la suspensión e introduzca el electrodo en la suspensión.
7. Registre el pH al momento en que la lectura se haya estabilizado.  
(NOM-021-SEMARNAT-2000).

### **Informe de la prueba**

Debe incluir la información que a continuación se indica:

1. Datos completos de identificación de la muestra.
2. Reportar el valor con número entero y una cifra decimal.
3. Fecha de realización de la prueba.

### **Comentarios**

1. Previo a la lectura calibrar el potenciómetro de pH con solución amortiguadora de referencia para los intervalos dentro de los cuales se va a medir.
2. Las soluciones amortiguadoras de referencia deben conservarse en refrigeración y colocarlas a temperatura ambiente al momento de la calibración del equipo.
3. No se deberá almacenar las soluciones amortiguadoras por mucho tiempo.
4. Muestras de suelo conteniendo una alta concentración de materia orgánica tiende a formar gruesos grumos cuando la relación suelo: solución es similar a la de un suelo mineral, en este caso se deberán de utilizar relaciones más amplias. (NOM-021-SEMARNAT-2000).

### **Interpretación de resultados**

Para la clasificación del suelo en cuanto a su valor de pH se presenta el cuadro siguiente:

Clasificación	pH
Fuertemente ácido	< 5.0
Moderadamente ácido	5.1 - 6.5
Neutro	6.6 - 7.3

Medianamente alcalino                      7.4 - 8.5  
Fuertemente alcalino                      > 8.5

En la figura 3.11 se presentan algunas imágenes obtenidas durante la prueba de pH de las 50 muestras sometidas a este procedimiento.



Figura 3.11 a) Pesado de la muestra

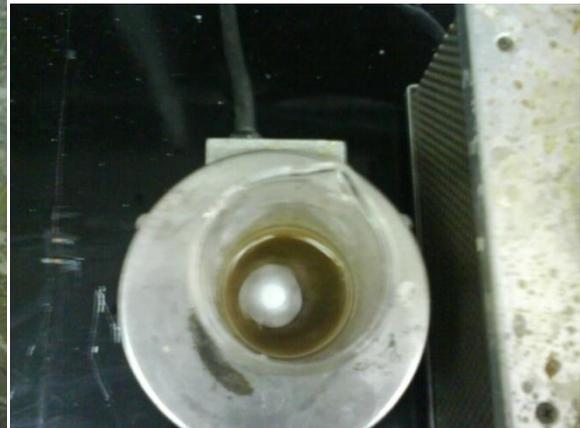


Figura 3.11 b) Dilución 3:1 con agua destilada



Figura 3.11 c) Agitación por aprox. 5 min



Figura 3.11 d) Toma de la lectura

### Figura 3.11 Procedimiento para la toma del pH

#### Cálculos

A = Peso de la muestra

B = Peso de arenas

% de arena =  $(B / A) \times 100$

C = Peso de arcilla + limo =  $(A - B)$

D = Peso del suelo en la alícuota (partículas < 0.002 mm)

E = Peso de arcilla =  $D \times 8$

% de arcilla =  $(E / A) \times 100$

$F = \text{Peso del limo} = A - B - E$

$\% \text{ de limo} = (F / A) \times 100$

Con los porcentajes de arena, limo y arcilla y mediante el uso del triángulo de textura se determina la clasificación textural del suelo. (NOM-021-SEMARNAT-2000).

### 3.2.4 DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA

La determinación de materia orgánica del suelo se evaluó a través del contenido de carbono orgánico con el método de Walkley y Black. Este método se basa en la oxidación del carbono orgánico del suelo por medio de una disolución de dicromato de potasio y el calor de reacción que se genera al mezclarla con ácido sulfúrico concentrado. Después de un cierto tiempo de espera la mezcla se diluye, se adiciona ácido fosfórico para evitar interferencias de  $\text{Fe}^{3+}$  y el dicromato de potasio residual es valorado con sulfato ferroso. Con este procedimiento se detecta entre un 70 y 84% del carbón orgánico total por lo que es necesario introducir un factor de corrección, el cual puede variar entre suelo y suelo. En los suelos de México se recomienda utilizar el factor 1.298 (1/0.77) (NOM-021-SEMARNAT-2000).

#### Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa.

1. Dicromato de potasio 0.166 M o 1N.- Disolver 48.82 g de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  en agua destilada aforar a 1000 ml en un matraz volumétrico.
2. Acido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ).
3. Acido fosfórico concentrado ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ).
4. Indicador de difenilamina. Disolver 0.5 g de difenilamina en 20 ml de agua y añadir 100 ml de ácido sulfúrico concentrado.
5. Sulfato ferroso 1.0 M (aproximadamente). Disolver 278 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  en agua a la que previamente se le añadieron 80 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, enfriar y diluir a un litro. Esta solución debe ser valorada con  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  1 N antes de realizar la determinación. (NOM-021-SEMARNAT-2000).

#### Material

Matraces Erlenmeyer de 500 ml.  
Bureta para  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (50 ml).  
Bureta para de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (50 ml).  
Pipeta volumétrica (10 ml).  
Probeta de vidrio (25 ml).

#### Procedimiento

1. Pesar 0.5 g de suelo seco y pasado por un tamiz de 0.5 mm y colocarlo en un matraz Erlenmeyer de 500 mL. Procesar un blanco con reactivos por triplicado.
2. Adicionar exactamente 10 ml de dicromato de potasio 1 N girando el matraz cuidadosamente para que entre en contacto con todo el suelo.

3. Agregar cuidadosamente con una bureta 20 ml de  $H_2SO_4$  concentrado a la suspensión, girar nuevamente el matraz y agitar de esa forma durante un minuto.
4. Dejar reposar durante 30 minutos sobre una lámina de asbesto o sobre una mesa de madera, evitando las mesas de acero o cemento.
5. Añadir 200 mL de agua destilada.
6. Añadir 5 mL de  $H_3PO_4$  concentrado.
7. Adicionar de 5 a 10 gotas del indicador de difenilamina.
8. Titular con la disolución de sulfato ferroso gota a gota hasta un punto final verde claro.

En la figura 3.12, 3.13 y 3.14 se muestran las imágenes obtenidas durante el proceso, cabe mencionar que las imágenes son solo representativas, pues los cambios durante el proceso fueron demasiados para ejemplificarlos. (NOM-021-SEMARNAT-2000).

#### Cálculos

$$\% \text{ C Orgánico} = [B - T / g] (N) (0.39) \text{ mcf}$$

Donde:

B = Volumen de sulfato ferroso gastado para valorar el blanco de reactivos (ml).

T = Volumen de sulfato ferroso gastado para valorar la muestra (ml).

N = Normalidad exacta del sulfato ferroso (valorar por separado al momento de analizar las muestras).

g = Peso de la muestra empleada (g).

mcf = factor de corrección de humedad.

$$\% \text{ Materia orgánica} = \% \text{ C Orgánico} \times 1.724$$

#### Observaciones

Si al añadir el dicromato de potasio al suelo la solución se torna verdosa o si se gastan menos de dos ml de sulfato ferroso al titular la muestra, se debe reducir el peso de la muestra a la mitad (NOM-021-SEMARNAT-2000).

#### Interpretación de Resultados de Materia Orgánica

Los valores de referencia para clasificar la concentración de la materia orgánica en los suelos minerales y volcánicos se presenta en el cuadro siguiente: (NOM-021-SEMARNAT-2000).

Clase	Materia orgánica (%)	Suelos no volcánicos
	Suelos volcánicos	
Muy bajo	< 4.0	< 0.5
Bajo	4.1 - 6.0	0.6 - 1.5
Medio	6.1 - 10.9	1.6 - 3.5
Alto	11.0 - 16.0	3.6 - 6.0
Muy Alto	> 16.1	> 6.0



Figura 3.12.a) Material necesario



Figura 3.1.2 .b) Secado de las sales



Figura 3.12.c) Sales a temp. Ambiente



Figura 3.12.d) Pesado de las sales



Figura 3.12 Preparación del material (sulfato ferroso y dicromato)



Figura 3.13.a) Preparación de la difenilamina



Figura 3.13.b) Pesado de la muestra



Figura 3.13.c) Adición del sulfato ferroso

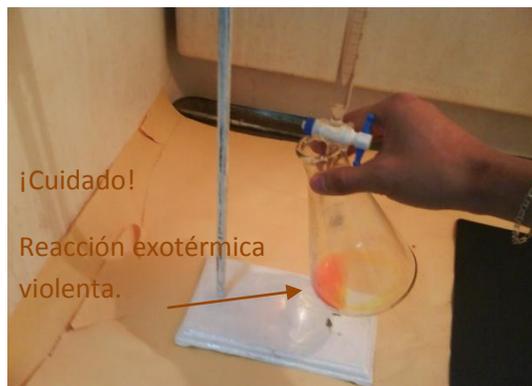


Figura 3.13.d) Adicción del  $H_2SO_4$



Figura 3.13.e) Reposo de 30 min.

Figuras 3.13 Preparacion de reactivos y Proceso de materia organica



**Figura 3.14.a) Agregando agua destilada y ácido fosfórico**



**Figura 3.14. b) Difelinamina y agitación para producir la coloración para la titulación**



**Figura 3.14.c) Titulación**



**Figura 3.14.d) Color final**

**Figuras 3.14 Proceso de materia organica**

### 3.2.5 Determinación de Na y K por el método de espectrofotómetro de flama

Este método sirve para poder medir directamente la cantidad de cada micro nutriente en el suelo aunque no puede ser medido "in situ" es posible saber lo que había originalmente pues el metal no se degrada tan rápido como para no registrarlo.

#### Material

Filtros del número 4

Matraz de precipitados

Recipientes de plástico

Acido nítrico 1N

Espectrofotómetro de emisión de flama CORNING M400 (EF)

#### Procedimiento

1. Colocar 10 g de suelo en cada recipiente previamente marcado. Añadir 30 mL. De agua destilada y mezclar uniformemente.
2. Filtrar la muestra hasta que no quede ninguna partícula en el fondo o suspendida, si es necesario ocupar fibra de vidrio para retirar todo el residuo.
3. Tapar cada muestra con tapas de plástico para evitar su contaminación hasta la hora de la medición.
4. Preparar una solución estándar de cada micro nutriente con a 1000 ppm (sol A) Preparar curva de calibración de de cada micro nutriente a partir de A con escalas de 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 20, 50, 70, 90, 100 ppm.
5. Preparar una solución de ácido nítrico concentrado y diluir a una muestra de 1N etiquetar y dejar reposar.
6. Preparar el espectrofotómetro de flama abriendo previamente el gas y dejando que este sea liberado por un minuto mientras se ventila el gas al mismo tiempo. iniciar la llama y esperar a que se estabilice y se pueda apreciar valles y crestas estables y azules.
7. Hacer pasar la solución de ácido nítrico por 5 minutos en el EF y posteriormente realizar las mediciones, limpiar la toma haciendo pasar el ácido entre lecturas.

Nota: expresar en mol/ kg o mg /L según sea el caso y no en me /100 g se debe de limpiar continuamente el aparato pues podría contaminar fácilmente errando los resultados y obstruir el equipo, ser muy cuidadoso en la preparación de los blancos, debido a que nos darán el nivel de confianza de la medición.

En las figuras 3.15, 3.16 y 3.17 se muestran el procedimiento mencionado.

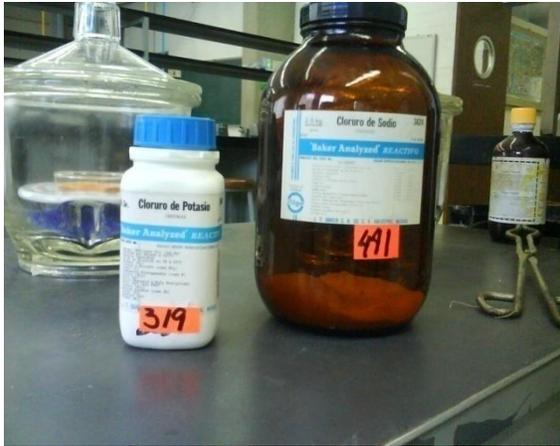


Figura 3.15.a) sales para curva de calibración



Figura 3.15.b) secado de las sales



Figura 3.15.c) Acido para limpieza del equipo



Figura 3.15.d) Pesado de las sales



Figura 3.15.e) Dilucion 3:1



Figura 3.15.f) Agitacion y almacenaje

Figuras 3.15 Preparacion de reactivos y Proceso de determinación de Na y K

WATKINS FILTER PAPER CHART

Filter Speed	Qualitative	Qualitative (No. Strength)	Quantitative	Microchemical	Microchemical	Retention
Fast	4	114 113	41	54	541	Course and Gelatinous Phosphates
Medium Fast	1		43			Medium Crystalline
Medium	2		40	52	540	Crystalline
Slow	5		44 42	50	542	Fine Crystalline
Typical Ash	0.06%	NA	0.007%	0.015%	0.008%	

No. 2 Thick, medium speed paper with high retention.  
 No. 4 Higher flow rate version of grade 5.  
 GF/A Standard laboratory glass microfibre paper.  
 GF/B Thicker, stronger version of GF/A.  
 GF/C Very fine glass microfibre paper.  
 GF/D Thick glass microfibre paper ideal for membrane filtration.  
 GF/F Ultra-fine filter with retention down to 0.7 µm in liquids.

Figura 3.16.a) Selección de filtro por tipo de suelo



Figura 3.16.b) Filtrado de la muestra



Figura 3.16.c) Muestras limpias de solidos



Figura 3.16.d). Equipo limpio y listo par usarse



Figura 3.16.e) Encendido y estabilización de flama



Figura 3.16.f) Limpieza con ácido nítrico

Figuras 3.16 Filtrado y preparación del de espectrofotómetro de emisión de flama para determinación de micronutrientes (Na y K)



Figura 3.17.a) Toma de lecturas



Figura 3.17.b) limpieza periódica con ácido entre lecturas

**Figuras 3.17 Procedimiento de toma de lecturas en el espectrofotómetro de emisión de flama para determinación de micronutrientes (Na y K)**

### **3.2.6 Determinación de metales contaminantes (Aluminio, Hierro, Manganeso, Zinc, Cobre, Plomo, Cadmio y Níquel).**

El Método para la determinación de metales contaminantes (hierro, manganeso, zinc, cobre, plomo, cadmio y níquel) del suelo. Los procedimientos analíticos tendientes a evaluar la disponibilidad de algún metal, tal como zinc, cobre, hierro, manganeso, plomo, cadmio o níquel, fundamentalmente se asocian a su capacidad para disolver o extraer alguna forma química del metal presente en el suelo. (NOM-021-SEMARNAT-2000).

La eficiencia de extracción dependerá de la capacidad de cada solución para poder recuperar parte de aquellas formas de metales presentes en el suelo, las cuales generalmente se asocian a la cantidad de metal que es absorbido por los cultivos. (NOM-021-SEMARNAT-2000).

Entre las sustancias utilizadas para recuperar a los metales del suelo, destacan aquellas que emplean a compuestos orgánicos con la capacidad para formar complejos estables, tal es el caso del DTPA (ácido del dietilen-triamino-pentaacético) y del EDTA (ácido dietilen-diamino-tetraacético). Las soluciones complejantes, como el DTPA y el EDTA, tienen como finalidad el recuperar elementos metálicos que se encuentran en forma intercambiable, ligados a la materia orgánica y disolver formas precipitadas. (NOM-021-SEMARNAT-2000).

#### **Reactivos**

1. Los reactivos requeridos para cada una de las determinaciones deben ser de grado analítico. El agua utilizada en la preparación de las soluciones debe ser destilada y desionizada. Las soluciones estándares se deben almacenar en botellas de polietileno y en condiciones de refrigeración.

2. DTPA (ácido del dietilen-triamino-pentaacético), ácido clorhídrico HCl 1+1 (un volumen de ácido + un volumen de agua), trietanolamina, cloruro de calcio dihidratado ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ), 1:1 ácido clorhídrico (HCl) 1:1 (1 mL de ácido en 1 mL de agua). Soluciones amortiguadas a pH 4, 7 y 10.
3. Para la cuantificación de metales. A partir de soluciones estándares de 1000 mg L<sup>-1</sup>, que se pueden adquirir en forma comercial, se prepara la curva de calibración de cada metal. Es posible preparar las soluciones estándares empleando para ello la forma metálica, óxidos, o sales solubles del metal.
4. Solución patrón de cobre. Disolver 1.0 g de cobre metálico en 50 ml de ácido nítrico 1:1, y diluir a un litro. Un mililitro de esta solución contiene un mg de cobre.
5. Solución estándar de zinc. Disolver 1.0 g de zinc metálico en 50 ml de ácido clorhídrico 1:1 y aforar a un litro con agua. La concentración de la solución es 1 mg de Zn por cada mL.
6. Solución estándar de cadmio. Disolver 1.0 g de metal cadmio en 50 mL de ácido clorhídrico 1:1 y diluir a un litro con agua. Un ml de esta solución contiene un mg de cadmio.
7. Solución estándar de níquel. Disolver 1.0 g de metal níquel en 50 mL de ácido nítrico 1:1 y aforar a un litro con agua. Un ml de la solución contiene un mg de níquel.
8. Solución estándar de plomo. Disolver 0.1 g plomo metálico en 10 mL de ácido nítrico 1:1 y aforar a un litro. Un ml de la solución contiene 0.1 mg de plomo.
9. Solución estándar de hierro. Disolver 1.0 g de alambre de hierro en ácido nítrico 1:1 y aforar a un litro con agua. 1 mL de solución contiene un mg de hierro.
10. Solución estándar de manganeso. Disolver 0.1 g de manganeso metálico en 10 mL de ácido clorhídrico concentrado, mezclar con un ml de ácido nítrico concentrado y aforar a 1 litro con agua. 1 ml de la solución contiene 0.1 mg de manganeso.
11. Acetileno ( $\text{C}_2\text{H}_2$ ) para absorción atómica. (NOM-021-SEMARNAT-2000).

### **Material y equipo**

1. Diferente material de vidrio.
2. Tamiz de 2 mm de diámetro de apertura y malla de nylon.
3. Agitador eléctrico de acción recíproca.
4. Balanza analítica y granataria.
5. Potenciómetro.
6. Espectrofotómetro de absorción atómica.
7. Lámparas de cátodo hueco para cada elemento a determinar.

### **Interferencias**

El proceso de cuantificación de los metales puede ser interferido por efecto de viscosidad de la muestra, alto contenido de sales, ionización del elemento de interés, formación de compuestos refractarios. Esos efectos pueden ser atenuados o disminuidos a un mínimo, cuando se diluye la muestra, se adicionan elementos con mayor capacidad de ionización, agentes liberadores o a través del control de la temperatura de la flama. (NOM-021-SEMARNAT-2000).

## Extracción con DTPA

### Reactivos

Solución de DTPA 0.005 M. Para preparar un litro, disuelva 14.9 g de trietanolamina (TEA), 1.97 g de reactivo DTPA y 1.47 g de  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  en aproximadamente 300 ml de agua desionizada, agitar hasta disolver los reactivos, llevar a un volumen de 900 ml y ajustar el pH a 7.3 con ácido clorhídrico 1:1. Finalmente completar a un volumen de un litro con agua.

### Extracción

1. Colocar 10.0 g de suelo seco y tamizado en malla de 2 mm de apertura, en un matraz Erlenmeyer de 125 ml y adicionar 20 ml de solución DTPA.
2. Tapar el matraz con papel parafilm o con plástico asegurándolo con una liga. Agitar horizontalmente a 120 oscilaciones por minuto durante dos horas exactamente.
3. Terminado el agitado separar la solución del suelo, mediante un filtrado con papel Whatman No. 42, si existe paso de suelo se debe refiltrar la solución.
4. De igual manera conduzca un blanco, para lo cual se procede en forma similar a la muestra problema, pero sin suelo.
5. En el extracto obtenido, es posible cuantificar a los micronutrientes; hierro, cobre, zinc, y manganeso, así como a los metales tóxicos; plomo, cadmio y níquel. (NOM-021-SEMARNAT-2000).

### Cálculos

Los resultados de absorbancia o concentración en  $\text{mg L}^{-1}$  de cada metal se deben expresar en  $\text{mg}$  del metal en un kilogramo de suelo. Para el caso de la extracción con DTPA la fórmula de cálculo es:

$$\text{mg kg}^{-1} (\text{metal}) = \left[ \frac{(M-b)(L)(F.D.)}{\text{peso del suelo}} \right]$$

Donde:

M = concentración del metal en el extracto del suelo ( $\text{mg L}^{-1}$ )

b = concentración del metal en el blanco ( $\text{mg L}^{-1}$ )

Peso del suelo expresado en Kg (0.01 Kg)

F.D. = factor de dilución ( $V_t/A$ )

$V_t$  = volumen total de dilución de alícuota

A = alícuota del extracto de suelo diluida

L = volumen del extracto expresado en litros

Si las lecturas obtenidas para cada metal se expresan en  $\text{mg L}^{-1}$  y no se realiza alguna dilución, la fórmula de cálculo se simplifica a:

$$\text{mg/kg (metal)} = [(2)(M - b)].$$

## Comentarios

1. La cantidad de metal recuperada con el DTPA, depende del tiempo de contacto suelo-solución y de la forma de agitar, por lo que alguna variación en estas variables influye en la magnitud del resultado final.
2. El filtrar directamente con el papel, por ser un proceso lento, prolonga el tiempo de contacto suelo-solución, por lo cual se debe modificar el proceso de extracción a través del uso de tubos de polipropileno de 100 ml para sustituir los matraces Erlenmeyer, al final del periodo de agitado, es posible centrifugar las muestras y separar más rápidamente a la solución del suelo. Una ventaja adicional de la modificación es el de poder manejar un número mayor de muestras debido al menor espacio que ocupan en el agitador.
3. Esta opción, antes de utilizarse en cualquier análisis, debe calibrarse respecto al procedimiento original, para obtener un factor de conversión respecto a los resultados obtenidos con el procedimiento original. (NOM-021-SEMARNAT-2000).

En las figuras 3.18 y 3.19 se muestran algunos equipos empleados para la obtención de metales contaminantes en las 50 muestras.



Figura 3.18 Equipos empleados para la determinación de metales contaminantes.



**Equipo de plasma**

**Figura 3.19 Equipos empleados para**